

На правах рукописи



КНЯЗЕВ Максим Игоревич

**РАЗРАБОТКА КОЛИЧЕСТВЕННЫХ МЕТОДОВ ИССЛЕДОВАНИЯ
ФАЗОВОГО СОСТАВА, ТЕКСТУРЫ И АНИЗОТРОПИИ СВОЙСТВ
АЛЮМИНИЙ-ЛИТИЕВЫХ СПЛАВОВ**

Специальность

05.16.01–Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат

диссертации на соискание учёной степени

кандидата технических наук

Москва 2016 г.

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном
образовательном учреждении высшего образования
«Московский авиационный институт
(национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель:

доктор технических наук, профессор, МАИ

Бецофен Сергей

Яковлевич

Официальные оппоненты:

доктор физико-математических наук,
профессор, Национальный
исследовательский ядерный
университет «МИФИ»

Перлович Юрий

Анатольевич

Доктор технических наук,
профессор, ФГУП «Научно-
исследовательская часть «МАТИ»

Никитин Сергей

Леонидович

Ведущая организация:

Открытое акционерное общество Национальный институт авиационных
технологий, г. Москва

Защита состоится «21» апреля 2016 г. в 14 часов на заседании
диссертационного совета Д 002.060.01 в ИМЕТ РАН по адресу: 119991,
Москва, Ленинский проспект, 49.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке института
(ИМЕТ РАН) и на сайте ИМЕТ РАН <http://www.imet.ac.ru>. Автореферат
диссертации размещен на сайте ИМЕТ РАН <http://www.imet.ac.ru> и на сайте
ВАК <http://vak.ed.gov.ru>.

Автореферат разослан « » февраля 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
доктор технических наук,
профессор



Блинов В.М.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Сплавы системы Al–Li находят широкое применение в аэрокосмической технике благодаря уникальному сочетанию низкой плотности, требуемой прочности и исключительно высоких по сравнению с другими алюминиевыми сплавами значений упругих модулей - каждый 1% лития снижает плотность сплава на 3% и увеличивает модуль Юнга на 5%. Производство крупногабаритных плит и профилей из высокопрочных алюминиевых сплавов для современных широкофюзеляжных пассажирских и транспортных самолетов является актуальной научно-технической задачей. Значительную перспективу в этом плане представляют высокопрочные, свариваемые сплавы системы Al-Cu-Li, которые перспективны для использования в гражданской и военной авиации благодаря сбалансированному комплексу механических свойств, особенно по такому важному для авиационной техники показателю, как вязкость разрушения. Вместе с тем механические свойства этих сплавов высокочувствительны к комплексу микроструктурных параметров: размеру, морфологии, кристаллической ориентации, локальным разориентировкам матричных зерен и интерметаллидных частиц. Следует отметить также наличие в них гетерогенности химического и фазового составов, текстуры и распределения частиц в объеме полуфабрикатов. Сплав системы Al-Cu-LiB-1461, обладает улучшенными коррозионными характеристиками и характеристиками развития усталостных трещин по сравнению с другими сплавами этой системы легирования. Однако при получении плит толщиной 40-80 мм из этого сплава обнаружена значительная неоднородность и анизотропия механических свойств, которая проявляется как в различии свойств в различных направлениях полуфабрикатов, так и в заметной разнице свойств по сечению плиты. Важность этой проблемы связана еще и с тем, что в настоящее время все большее распространение получает технология получения крупногабаритных панелей с помощью фрезерной обработки, что требует обеспечения высокого уровня однородности свойств в различных зонах и направлениях полуфабриката.

Целью работы являлась разработка количественных методов исследования и выявления закономерностей формирования фазового состава, текстуры и анизотропии механических свойств в алюминий-литиевых сплавах для повышения стабильности служебных характеристик изделий авиационной техники из этих сплавов.

Для достижения указанной цели в работе решались следующие **основные задачи**:

1) Разработать методику рентгеновского количественного фазового анализа сплавов системы Al-Cu-Li на основе измерения параметров решетки твердого раствора.

2) Усовершенствовать методику текстурного анализа алюминиевых сплавов методом обратных полюсных фигур.

3) Исследовать закономерности формирования фазового состава в Al-Li сплавах в зависимости от их химического состава.

4) Исследовать распределение текстуры, фазового состава и механических свойств по толщине 80 мм плит из сплава В-1461 на различных стадиях термической обработки.

5) На основе анализа экспериментальных результатов выявить закономерности влияния фазовых превращений и текстуры на специфику формирования механических свойств в Al-Cu-Li сплавах.

Научная новизна полученных результатов заключается в следующем:

1. Разработана методика расчета количества T_1 и δ' - фаз для Al-Cu-Li сплавов на основании измерения параметров решетки α -твердого раствора и показано, что в сплавах соотношение между δ' - фазой и тройными фазами определяется атомными долями лития и меди для Al-Cu-Li сплавов;

2. Предложен критерий фазовой стабильности сплавов системы Al-Li, основанный на оценке возможных вариаций количества δ' - фазы для сплава данного химического состава.

3. Предложена классификация Al-Li-Mg(Cu) – сплавов, которые следует разделить на 5 групп, отличающихся отношением долей двойной δ' -фазы (W_δ) и тройной фаз, S_1 (W_S) или T_1 (W_T): 1 группа - сплавы Al-Li-Mg, $W_\delta/W_S < 2$; 2 – 5 группы это сплавы Al-Cu-Li-Mg: для 2-ой группы отношение W_δ/W_T от 2 до 3, для 3-ей группы – от 5 до 7, для 4-ой – от 7 до 8 и для 5-ой группы от 11 до 17.

4. Показано, что основной упрочняющий эффект при старении сплавов системы Al-Cu-Li реализуется за счет увеличения размеров частиц упорядоченной по типу $L1_2$ δ' - фазы, а влияние выделения медьсодержащих T_1 - и θ' – фаз является второстепенным, в особенности для сплавов с содержанием лития $> 1,5\%$.

5. На основе количественного определения текстуры и расчетов ориентационных факторов упрочнения показано, что определяющую роль в неоднородности механических свойств по сечению плит из сплава В-1461 оказывает текстурный фактор, в то время как на пониженную прочность

высотных образцов помимо текстуры также оказывает влияние слоистый характер микроструктуры плиты.

Практическая значимость работы состоит в следующем:

1) Усовершенствована методика определения количественных обратных полюсных фигур для ГЦК сплавов, позволившая увеличить количество экспериментальных рефлексов на стандартном стереографическом треугольнике, что повысило информативность этого наиболее эффективного способа изучения неоднородности текстуры в массивных образцах.

2) Предложены уравнения для расчета количества T_1 (Al_2CuLi) и δ' (Al_3Li)-фаз в российских и зарубежных сплавах системы Al-Cu-Li: 1440, 1460, 1461, 1441, 1469, 2090, 2094, 2095, 8090.

3) Приведены методические разработки и соответствующие расчетные программы для количественного фазового анализа и оценки анизотропии упругих и прочностных свойств текстурированных полуфабрикатов Al-Li сплавов.

4) Показано, что неоднородность и анизотропия механических свойств плит из сплава В-1461 формируются на стадии прокатки и поэтому отсутствуют возможности их коррекции с помощью термообработки.

Апробация работы. Материалы диссертационной работы доложены на конференциях: Международные молодежные научные конференции «XXXV Гагаринские чтения» 2009г, XXXVI Гагаринские чтения» 2010г, XLI Гагаринские чтения» 2015г, Конференция «Фундаментальные исследования и последние достижения в области литья, деформации, термической обработки и защиты от коррозии алюминиевых сплавов», ФГУП ВИАМ, 2015 г.

Публикации. Основное содержание работы изложено в 6 научных работах, 3 из которых – в списке отечественных рецензируемых журналов, рекомендуемых ВАК. Программа расчета количественного фазового состава сплавов систем легирования Al-Cu-Li прошла государственную регистрацию в качестве объекта интеллектуальной собственности. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы и приложения. Объем диссертации составляет 173 страниц, включая 92 рисунка, 30 таблиц и список литературы из 114 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении отмечается актуальность работы, её направленность на разработку количественных методов исследования и установление закономерностей влияния фазового состава и текстуры сплавов Al-Li-X на формирование механических свойств в промышленных полуфабрикатах. Сформулированы цель и задачи исследования.

В первой главе представлен анализ литературных данных, в котором рассмотрены результаты исследований особенностей фазовых превращений, формирования текстуры и анизотропии механических свойств сплавов систем Al-Mg-Li и Al-Cu-Li. Показано, что в листовых полуфабрикатах из сплавов систем Al-Cu-Li и Al-Mg-Li формируется текстура, аналогичная другим алюминиевым сплавам. Более выраженная анизотропия свойств алюминиевых сплавов с литием обусловлена значительной долей упорядоченной когерентной δ' -фазы, механизм деформации которой принципиально иной, чем твердого раствора.

На основе анализа литературных данных показана актуальность и обосновывается направленность настоящей работы, заключающаяся в совершенствовании количественных методов исследования фазового состава и текстуры алюминиевых сплавов с литием для повышения стабильности и однородности механических свойств в материалах авиационной техники.

Во второй главе описаны материалы и методы их исследования. Сплав 1420 (Al-5.6 Mg- 2.0 Li- 0.3 Mn- 0.1Zr) в виде теплокатоного листа толщиной 10 мм подвергали холодной прокатке с обжатиями 8-70% и определяли периоды решетки твердого раствора и текстуру на различных стадиях прокатки. Заготовки под плиты толщиной 80 мм из сплава В-1461 (Al-2,8Cu-1,7Li-0,5Mg-0,5Zn-0,1Zr-0,06Sc) получали поперечно-продольной (по отношению к оси слитка) прокаткой при температурах 420-470⁰С на «КУМЗ», затем их подвергали нагреву и выдержке 1 час при 540⁰С, охлаждали в воде и подвергали правке растяжением с остаточной деформацией 2-3%. С поверхности плиты фрезерованием удаляли с обеих сторон по ~5мм и вырезали темплеты 25x100x70 мм³, которые подвергали старению по трем режимам: (1) 120⁰С, 20 час.; (2) 120⁰С, 20 час.+ 140⁰С, 24 час.; (3) 120⁰С, 20 час.+ 140⁰С, 24 час.+ 150⁰С, 24 час. От каждого из темплетов отрезали по пять пластин толщиной ~7 мм, которые позволяли исследовать распределение структурных характеристик и твердости в сечениях, отстоящих на 0,1Т, 0,2Т, 0,3Т, 0,4Т и 0,5Т, где Т- толщина плиты.

Измерения твердости проводили на приборе MacroMet 5100Т с нагрузкой 100 кгс и шкалой измерения HRВ. Характеристики механических свойств (σ_B , $\sigma_{0,2}$, δ) при комнатной температуре определялись во ФГУП ВИАМ. Для

определения свойств в долевом и поперечном направлениях использовали цилиндрические образцы по ГОСТ1497-84 с диаметром рабочей части 10 мм и длиной рабочей части 100 мм. Образцы вырезали на расстоянии 0,25Т и 0,5Т для оценки неоднородности механических свойств по сечению плиты. Для высотных образцов использовали образцы с диаметром рабочей части 6 мм и длиной - 36 мм.

Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре ДРОН-4. Измерения периодов решетки α -твердого раствора осуществляли в фильтрованном CuK_α -излучении и использованием рефлекса (511)/(333) с углом дифракции $\theta \sim 80-81^\circ$. Текстуру оценивали с помощью обратных полюсных фигур (ОПФ), для чего осуществляли съемку рентгенограмм в фильтрованном MoK_α -излучении в диапазоне углов $2\theta = 6-75^\circ$, который позволял получить значения полюсной плотности для 12 независимых рефлексов на стереографическом треугольнике. Значения полюсной плотности (P_{hkl}) для 10 отражений hkl от атомных плоскостей: 001, $\bar{1}13$, $\bar{1}12$, $\bar{3}35$, $\bar{1}11$, $\bar{1}33$, 011, 013, $\bar{1}35$ и 012 рассчитывали стандартным методом как отношение интенсивностей соответствующих рефлексов текстурированного и бестекстурного образцов. Для случая «двойных» рефлексов (115)/(333) и (006)/(244) величины полюсных плотностей для рефлексов (115) и (244), которым на стереографическом треугольнике соответствуют полюса атомных плоскостей $\bar{1}15$ и $\bar{1}22$, определяли с учетом того, что для сопутствующих им парным рефлексам (333) и (006) значения полюсных плотностей известны по другим порядкам отражения для тех же плоскостей решетки – (111) и (222) для (333) и (002) и (004) для (006). Поэтому полюсные плотности для рефлексов (333) и (006) можно рассчитать как средние значения полюсных плотностей для других порядков отражения:

$$P_{333} = (P_{111} + P_{222})/2 \quad \text{и} \quad P_{006} = (P_{002} + P_{004})/2$$

$$\text{Тогда: } P_{115} = ((I_{115}^{\text{тек}} + I_{333}^{\text{тек}}) - P_{333} \times I_{333}^{\text{эт}}) / I_{115}^{\text{эт}} \quad \text{и} \quad P_{122} = P_{244} = ((I_{244}^{\text{тек}} + I_{006}^{\text{тек}}) - P_{006} \times I_{006}^{\text{эт}}) / I_{244}^{\text{эт}}$$

Где: $I_{hkl}^{\text{тек}}$ и $I_{hkl}^{\text{эт}}$ – интегральные интенсивности рефлексов hkl для текстурированного и бестекстурного образца (эталона) соответственно.

Микроструктура сплавов методом оптической микроскопии изучалась на микроскопах Neophot 2, NU-2E (VEB Carl Zeiss, Jena, Германия).

В третьей главе приведено описание разработанной методики количественного фазового анализа сплавов системы Al-Cu-Li и некоторые приложения метода для количественной оценки фазовой стабильности и упругих свойств.

Для расчетов анизотропии прочностных и упругих свойств, а также прогнозирования термической стабильности Al–Li сплавов необходимо иметь информацию о количественном соотношении в них интерметаллидных фаз. Ранее¹ была разработана методика количественного фазового анализа для сплавов систем Al–Mg, Al–Cu, Al–Mg–Li, основанная на измерении параметра решетки твердого раствора. В сплавах Al–Mg–Li типа 1420 присутствуют в основном две интерметаллидные фазы – δ' (Al_3Li) и S_1 (Al_2MgLi). Их количественное соотношение может быть рассчитано по параметру решетки твердого раствора. Магний существенно увеличивает параметр решетки, поэтому выделение S_1 -фазы сопровождается его снижением. Содержание лития в твердом растворе практически не влияет на параметр его решетки, однако выделение δ' -фазы приводит к обогащению магнием твердого раствора и, следовательно, к увеличению параметра его решетки.

Сплавы системы Al–Cu–Li с некоторыми допущениями можно представить как трехфазные смеси из α -твердого раствора, фаз δ' и T_1 . Кроме этих фаз могут присутствовать медьсодержащие двойные Θ , Θ' , Θ'' , тройные T_2 (Al_6CuLi), S' (Al_2CuMg), а также фаза β' (Al_3Zr) в сплавах, легированных цирконием. Однако при количественных расчетах их вклад незначителен, хотя их роль может быть существенной, это касается, например, выделения дисперсных частиц δ' -фазы на границах ГП-зон при ДНН (70 °С). Запишем уравнения баланса элементного и фазового состава для сплавов Al-Cu-Li:

$$\begin{aligned}
 100X_{\text{Al}}^0 &= X_{\text{Al}}^\alpha W_\alpha + X_{\text{Al}}^{T_1} W_{T_1} + X_{\text{Al}}^{\delta'} W_{\delta'}; \\
 100X_{\text{Cu}}^0 &= X_{\text{Cu}}^\alpha W_\alpha + X_{\text{Cu}}^{T_1} W_{T_1}; \\
 100X_{\text{Li}}^0 &= X_{\text{Li}}^\alpha W_\alpha + X_{\text{Li}}^{T_1} W_{T_1} + X_{\text{Li}}^{\delta'} W_{\delta'}; \\
 W_\alpha + W_{T_1} + W_{\delta'} &= 100.
 \end{aligned}
 \tag{1}$$

Здесь X_{Al}^0 , X_{Cu}^0 , X_{Li}^0 – содержание алюминия, меди и лития в сплаве, в массовых долях); W_α , W_{T_1} , $W_{\delta'}$ – содержание фаз α , T_1 и δ' , % (мас.); X_{Al}^α , X_{Cu}^α , X_{Li}^α , $X_{\text{Al}}^{T_1}$, $X_{\text{Cu}}^{T_1}$, $X_{\text{Li}}^{T_1}$, $X_{\text{Al}}^{\delta'}$, $X_{\text{Li}}^{\delta'}$ – содержание (массовые доли) алюминия, меди и лития в фазах α , T_1 и δ' .

¹Бецофен С.Я., Ильин А.А., Осинцев О.Е., Бецофен М.С. Фазовый состав и объемные эффекты фазовых превращений в алюминиевых сплавах // Металлы. 2008. № 6. С. 70-77.

Значения параметров $X_{Al}^{T_1}$, $X_{Li}^{T_1}$, $X_{Al}^{\delta'}$, $X_{Li}^{\delta'}$ рассчитывают с учетом стехиометрии фаз T_1 (Al_2CuLi) и δ' (Al_3Li). Величину X_{Cu}^α определяют по параметру решетки твердого раствора (a_α) в соответствии с законом Вегарда:

$$X_{Cu}^\alpha = (a_\alpha - a_{Al}) / \frac{\Delta a_{Cu}^\alpha}{\Delta X_{Cu}^\alpha},$$

где $\frac{\Delta a_{Cu}^\alpha}{\Delta X_{Cu}^\alpha}$ – изменение параметра решетки на 1% (мас.) легирующего элемента, Å/%.

Решение системы (1), в котором содержание лития в α -фазе (X_{Li}^α) является переменным параметром, можно записать в виде:

$$W_\alpha = \frac{(X_{Li}^{\delta'} - X_{Li}^{T_1})(X_{Al}^0 X_{Cu}^{T_1} - X_{Al}^{T_1} X_{Cu}^0) - X_{Al}^{\delta'} X_{Cu}^{T_1} (X_{Li}^0 - X_{Li}^{T_1})}{(X_{Li}^{\delta'} - X_{Li}^{T_1})(100 X_{Cu}^{T_1} - X_{Cu}^\alpha X_{Cu}^{T_1} - X_{Cu}^{T_1} X_{Li}^\alpha - X_{Al}^{T_1} X_{Cu}^\alpha) - X_{Al}^{\delta'} X_{Cu}^{T_1} (X_{Li}^\alpha - X_{Li}^{T_1})} 100;$$

$$W_{T_1} = \frac{100 X_{Cu}^0 - X_{Cu}^\alpha W_\alpha}{X_{Cu}^{T_1}}; \quad (2)$$

$$W_{\delta'} = 100 - W_\alpha - W_{T_1}.$$

Система уравнений (2) позволяет определить соотношение фаз α , T_1 и δ' для любого содержания лития в α -фазе.

На рис.1 приведены зависимости количества интерметаллидных фаз для российских сплавов 1460 ($Al-3Cu-2Li$) и 1420 ($Al-5.6Mg-2.0Li$). При расчетах приняли величину концентрации лития в твердом растворе равной 0,5% ($X_{Li}^\alpha = 0,005$), что соответствует равновесному количеству δ' -фазы при комнатной температуре.

Ход кривых на рис. 1 и 2 для δ' -фазы и тройных фаз со сходной стехиометрией – T_1 (Al_2CuLi) в сплавах $Al-Cu-Li$ (рис.1) и S_1 (Al_2MgLi) в сплавах $Al-Mg-Li$ (рис.2) – определяется различным влиянием меди и магния на период решетки (медь его снижает, а магний увеличивает). Поэтому выделение δ' -фазы приводит к увеличению периода α -твердого раствора в сплавах с магнием и к его снижению в сплавах с медью за счет «извлечения» из твердого раствора алюминия и соответственно увеличения содержания в нем магния или меди.

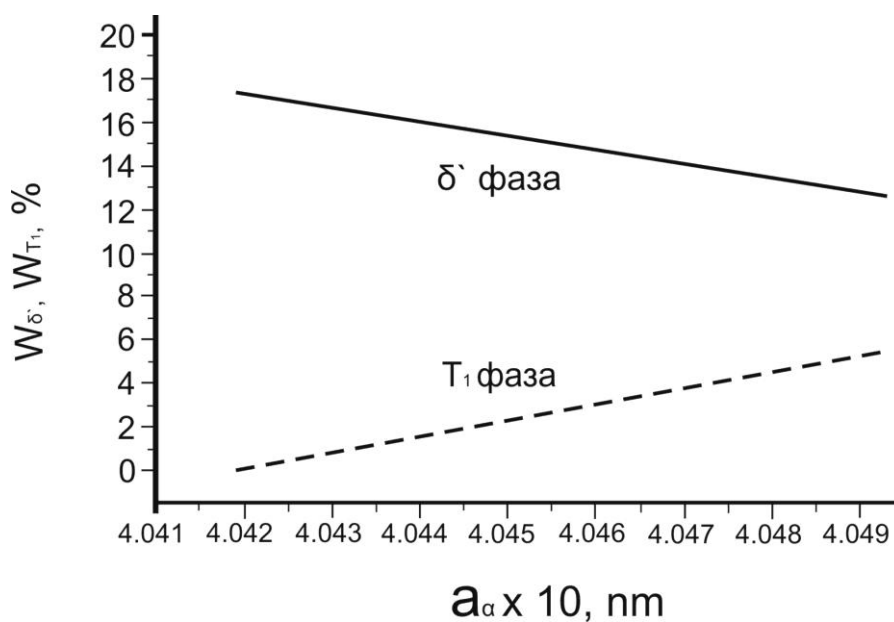


Рис.1. Соотношение δ' и T_1 - фаз в сплаве 1460 в зависимости от параметра решетки твердого раствора (a_α) для содержания лития в твердом растворе $X_{Li}^\alpha=0,5\%$.

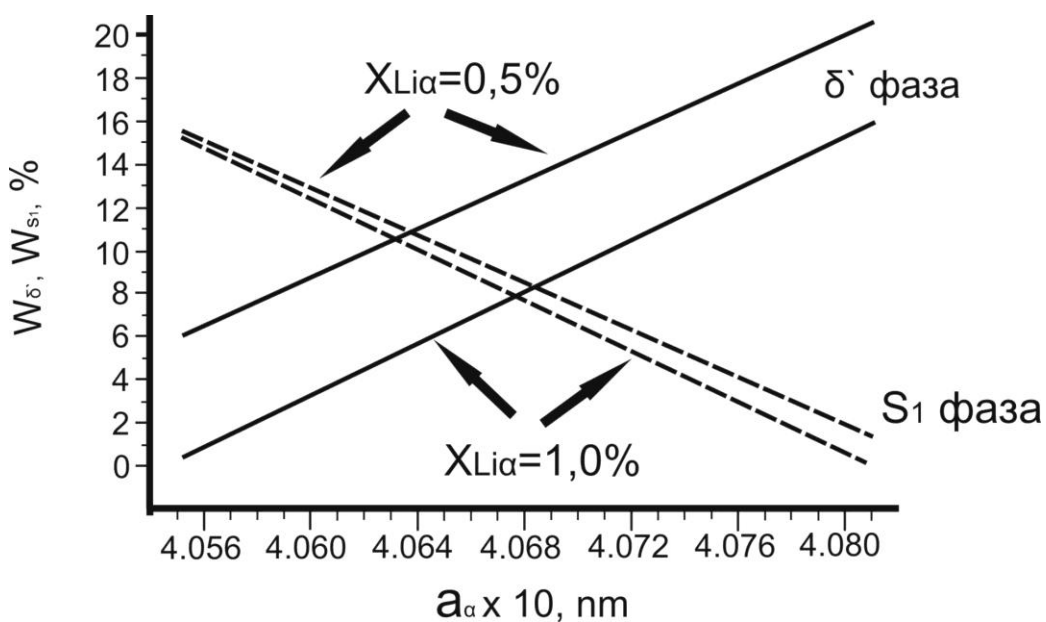


Рис.2. Соотношение δ' и S_1 - интерметаллидных фаз в сплаве 1420 в зависимости от параметра решетки твердого раствора (a_α) для содержания лития в твердом растворе (X_{Li}^α) 0,5% и 1%

Выделение тройных фаз в сплавах с магнием (S_1) приводит к снижению параметра решетки твердого раствора, а в сплавах с медью (T_1) к его увеличению за счет соответственно уменьшения содержания в нем магния или меди. Соотношение долей фаз δ' и T_1 (или S_1) определяется соотношением атомных концентраций лития и меди (или магния). В сплавах Al–Cu–Li величина отношения $Y_{Li}^\alpha / Y_{Cu}^\alpha = 2-19$, поэтому δ' -фаза в них доминирует (см. рис. 1). В сплаве Al–Mg–Li величина отношения $Y_{Li}^\alpha / Y_{Mg}^\alpha = 1,0-1,5$, поэтому количество фаз δ' и S_1 примерно одинаковое (см. рис. 2).

Определение количественного фазового состава сплавов системы Al–Mg(Cu)–Li дает возможность прогнозировать важные свойства сплавов, такие как термическая стабильность и величины упругих модулей. На рис. 3. приведена схема вычисления соответствующих параметров в зависимости от состава сплава. В качестве параметра термической стабильности можно принять величину $\Delta W_{\delta'}^{\max}$, которая равна разности между максимальным и минимальным значениями количества δ' -фазы при двух фиксированных величинах содержания лития в α -твердом растворе. Эта величина показывает какое количество δ' -фазы может выделиться из максимально пересыщенного литием твердого раствора (максимальная концентрация лития).

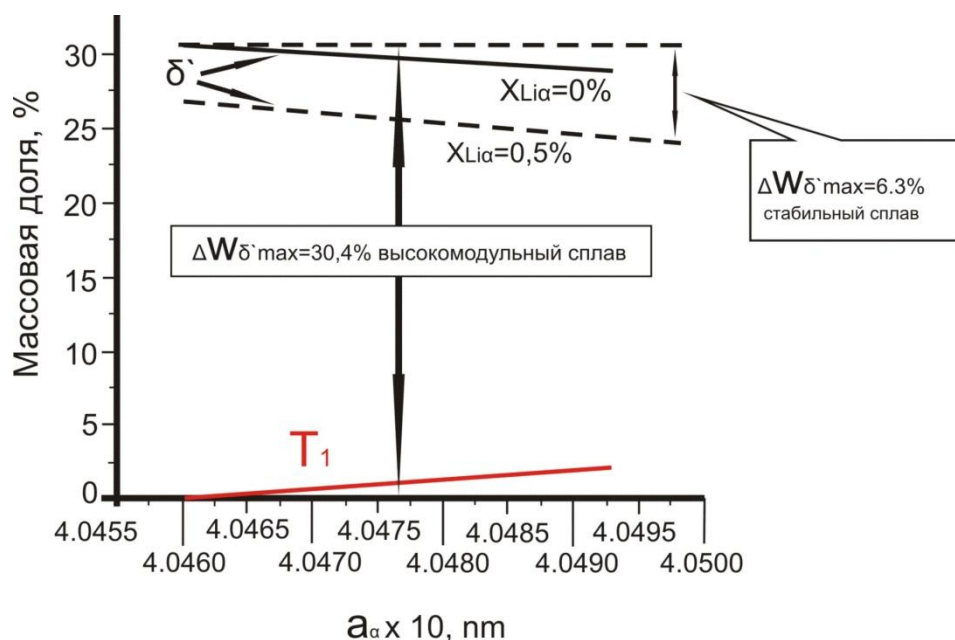


Рис. 3. Схема определения величины параметра термической стабильности Al–Li–Cu сплавов, характеризующий стабильность при длительных низкотемпературных нагревах

В качестве примера применения методики рассмотрим изменение фазового состава сплава 1420 при холодной прокатке, рис.4. С увеличением

обжатия теплокатаного листа параметр решетки твердого раствора снижается от 4,075 до 4,061 Å (рис. 4а).

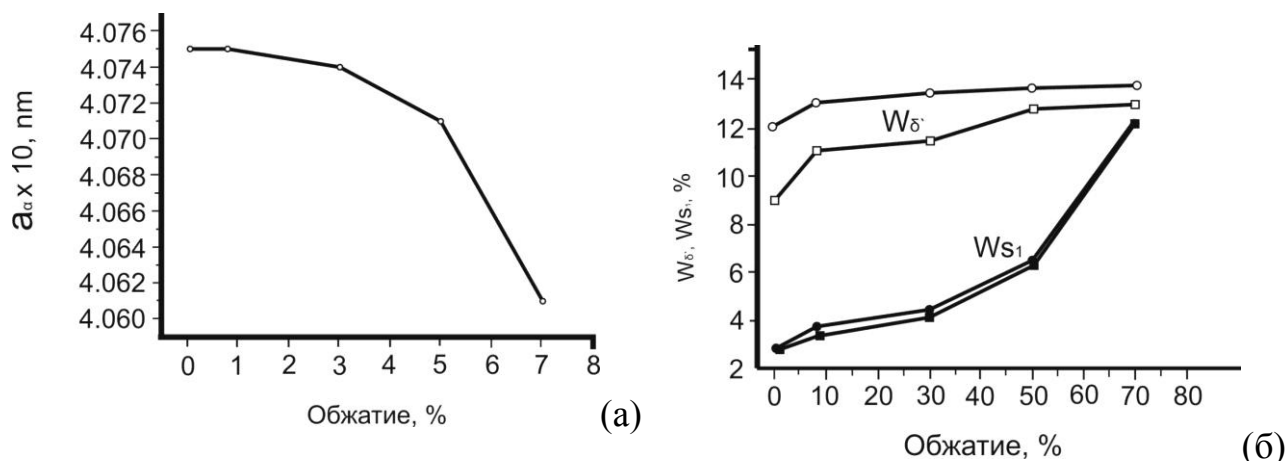


Рис.4. Изменения параметра решетки α -твердого раствора (а) и вычисленные из этого параметра вариации количества S_1 и δ' -фаз (б) в зависимости от величины обжатия при холодной прокатке сплава 1420.

Рассмотрены различные варианты изменения фазового состава по мере увеличения обжатия с учетом того, что при холодной прокатке массовая доля интерметаллидных фаз не может уменьшаться, а содержание лития в твердом растворе не может увеличиваться, т.е. фазы только выделяются, но не растворяются. Это является реалистичным условием для холодной прокатки. В результате анализа различных «маршрутов» изменения фазового состава с увеличением обжатия установлено, что они располагаются в достаточно узких интервалах (рис.5 б), особенно это относится к содержанию S_1 -фазы. Из этого можно сделать однозначный вывод о том, что холодная прокатка сплава 1420 в конкретном структурно-фазовом исходном состоянии сопровождается распадом твердого раствора с выделением в основном S_1 -фазы.

В главе четыре исследуется распределение фазового состава и текстуры α -твердого раствора и δ' фазы по толщине плиты. На рис.5 показаны распределения различных компонентов текстуры прокатки по сечению 80 мм плиты для твердого раствора алюминия и δ' фазы после закалки 540°C , 1 час, правки растяжением на 2-3% и старения 120°C , 20 час. Аналогичные текстуры обеих фаз наблюдаются на всех стадиях последующей термической обработки старением при 140 и 150°C , что свидетельствует о том, что термообработка не влияет на текстуру, которая определяется исключительно режимами ОМД плит. Эти результаты свидетельствуют также о том, что текстуры δ' фазы и матрицы аналогичны, что подтверждает известный по

результатам электронно-микроскопических исследований факт когерентности δ' - фазы и матрицы.

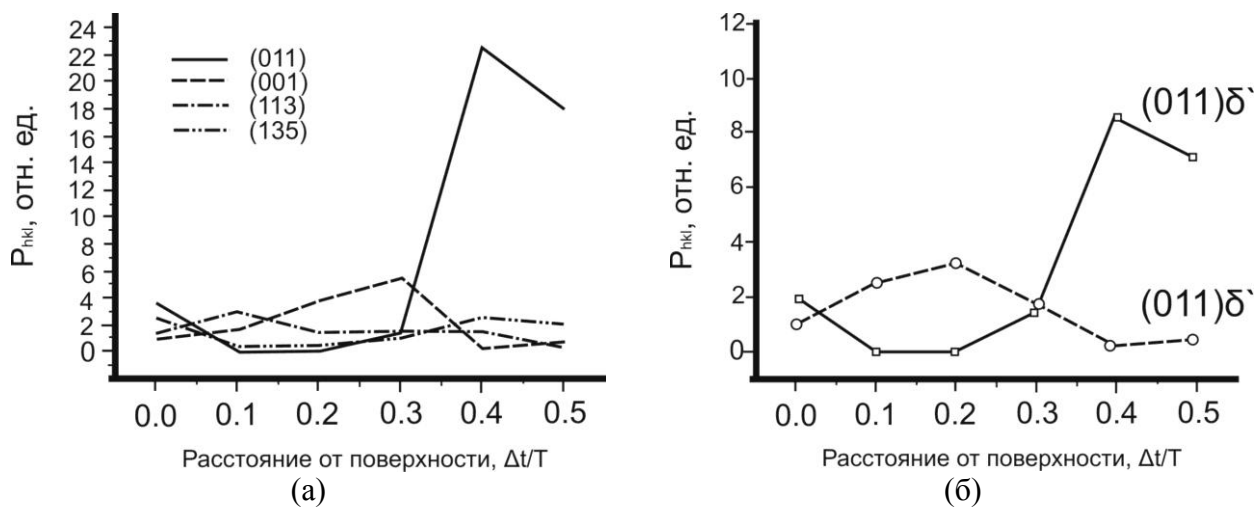


Рис. 5. Распределение текстуры α -фазы (а) и δ' -фазы (б) по сечению 80 мм плиты из сплава В-1461 после закалки 540°C , 1 час, правки растяжением на 2-3% и старения 120°C , 20 час.

В центральной зоне плиты обе фазы характеризуются однокомпонентной текстурой с плоскостью $\{011\}$ параллельной плоскости листа. ОПФ для направления прокатки в центральном сечении плиты свидетельствует о том, что с этим направлением совпадают нормали к плоскостям, принадлежащих зоне $\langle 110 \rangle$ от $\{001\}$ до $\{111\}$, при этом максимальная полюсная плотность соответствует нормали к $\{112\}$, т.е. текстуре «латуни» $\{110\}\langle 112 \rangle$, однако наряду с этим компонентом присутствуют и другие компоненты $\{110\}\langle uvw \rangle$, которые иногда называют «повернутой текстурой латуни».

На рис. 6, 7 приведены результаты исследования изменений фазового состава на различных стадиях старения, которые ответственны за эффекты упрочнения при старении. На дифрактограмме образца из среднего сечения плиты (0,5Т) после старения при 120°C , 20 час. (рис.6а) присутствует - сверхструктурный рефлекс $\{110\}$ от δ' -фазы, высокая интенсивность которого обусловлена как большим количеством фазы, так и текстурой этой фазы, которая почти на порядок увеличивает интенсивность отражения от текстурированной δ' -фазы по сравнению с интенсивностью в отсутствии текстуры.

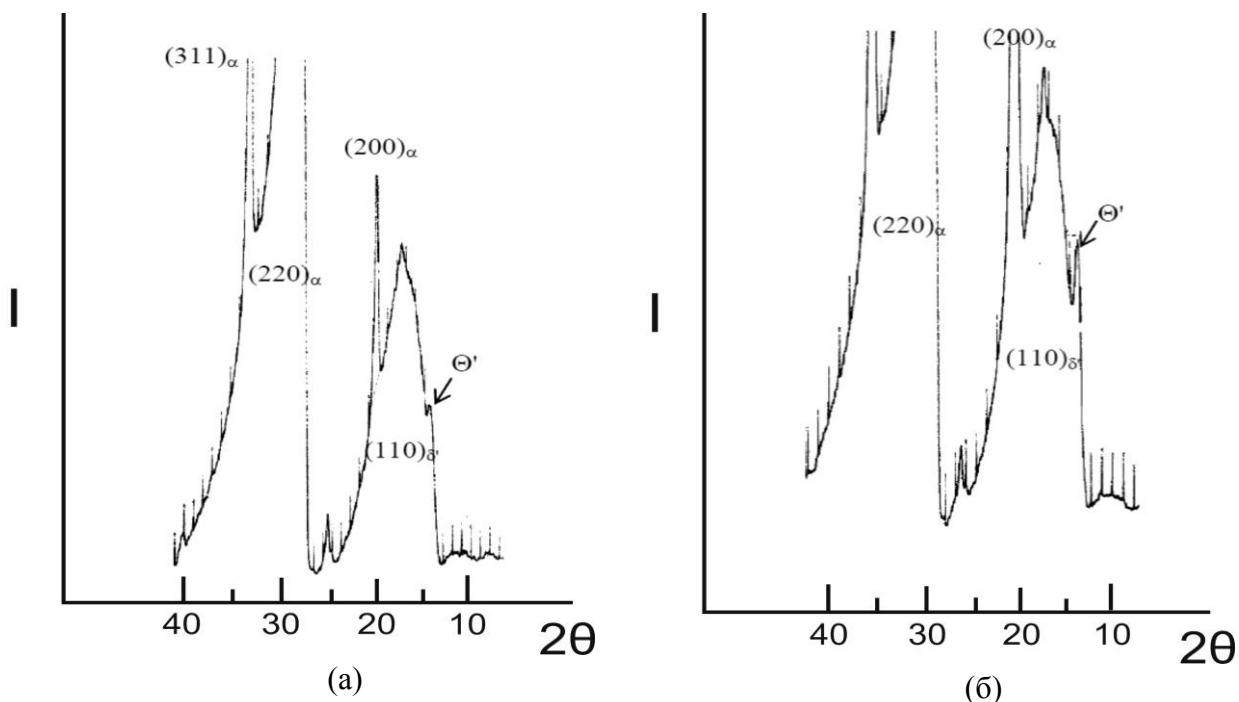


Рис.6. Участки дифрактограмм (MoK_α -изл.) 80 мм плиты из сплава В-1461 после закалки от 540°C , 1 час, правки растяжением на 2-3% и старения: (а) 120°C , 20 час.; (б) 120°C , 20 час. + 140°C , 24 час.; шлиф // плоскости плиты на расстоянии 0,5Т от поверхности для (а) и (б).

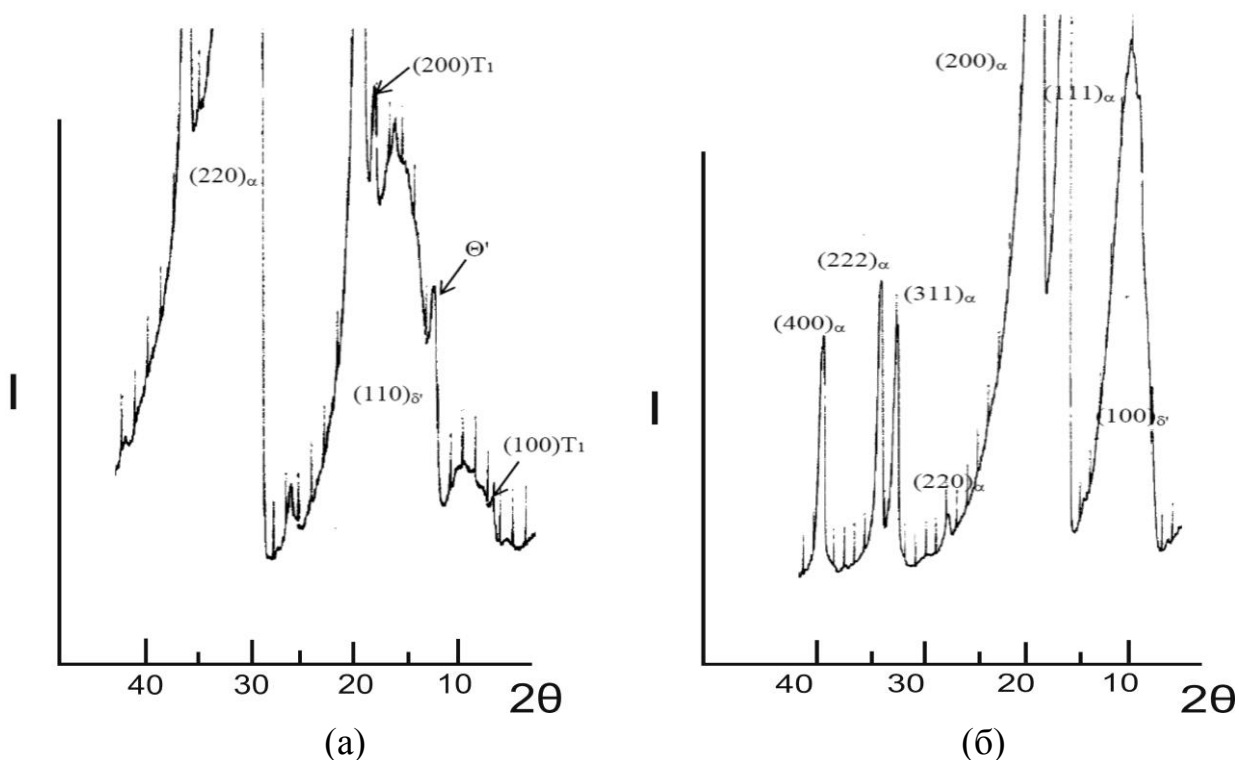


Рис.7. Участки дифрактограмм (MoK_α -изл.) 80 мм плиты из сплава В-1461 после закалки от 540°C , 1 час, правки растяжением на 2-3% и старения 120°C , 20 час. + 140°C , 24 час. + 150°C , 24 час.; шлиф // плоскости плиты на расстоянии 0,5Т (а) и 0,2Т (б) от поверхности

На фоне рефлекса от δ' -фазы видна слабая линия от θ' -фазы (Al_2Cu), интенсивность которой не сопоставима с δ' -фазой.

После 2-ой стадии старения при 140°C (рис.6б) интенсивность линии θ' -фазы увеличивается, а после 3-ей заключительной стадии старения при 150°C (рис.7а) наряду с еще более интенсивной линией θ' -фазы наблюдаются также две линии от T_1 -фазы (Al_2CuLi), которые являются первым и вторым порядком отражения от плоскости призмы (100) ГПУ T_1 фазы.

Таким образом, δ' -фаза доминирует и практически одинаково на всех стадиях старения, наиболее интенсивное выделение медьсодержащих фаз происходит на заключительных стадиях старения.

В настоящее время считается, что главной упрочняющей фазой в сплавах Al-Cu-Li является T_1 -фаза. Тем не менее, существующие экспериментальные факты допускают другую интерпретацию, в которой основной упрочняющий эффект при искусственном старении оказывается δ' -фаза. При исследовании влияния степени остаточной деформации при правке растяжением сплава Al-Cu-Li-X на прочность и количество выделившихся в результате старения при 150°C , 24 час. δ' , T_1 и θ' – фаз² было показано, что прочность сплава увеличивается по мере увеличения степени деформации, при этом количество δ' и θ' -фаз уменьшается, а T_1 -фазы увеличивается.

Этот результат трактуется как доминирующая роль тройной T_1 -фазы, в качестве упрочняющей фазы при искусственном старении, хотя ее количество - по данным авторов этой работы более, чем в три раза ниже, чем δ' -фазы. По нашим данным эта разница еще больше, о чем можно судить по относительным интенсивностям сверхструктурного рефлекса (110) δ' -фазы и рефлексов (100) и (200) T_1 -фазы (Рис.6 и 7). Видно, что δ' -фаза доминирует. В медианном сечении плита характеризуется сильной однокомпонентной текстурой $\{011\}\langle 211\rangle$ как твердого раствора, так и δ' -фазы, чем объясняется высокая интенсивность ее сверхструктурного рефлекса (110). Однако текстура $\{011\}\langle 211\rangle$ твердого раствора также увеличивает интенсивности обоих порядков отражения от плоскости (100) T_1 -фазы, поскольку в соответствии с ориентационными соотношениями (OC) для T_1 -фазы: $(001)_{T_1} // (111)_{Al}$, $[100]_{T_1} // [110]_{Al}$ плоскость (110) твердого раствора должна быть параллельна плоскости (100) гексагональной фазы (в гексагональной решетке для направлений в плоскости базиса плоскость нормальна одноименному направлению, а для кубической решетки это выполняется для всех плоскостей и

²Edgar A. Starke, Jr. Ch.1 Historical Development and Present Status of Aluminum-Lithium Alloys.pp.3-26 in: "Aluminum-Lithium Alloys. Processing, Properties and Applications".Elsivier Inc. Amsterdam. 2014. P. 554.

направлений). О выполнении указанных ОС для T_1 -фазы свидетельствует тот факт, что для тех сечений плиты, в которых компонент текстуры $\{011\}\langle 211\rangle$ отсутствует, нет даже следов рефлексов T_1 -фазы.

Таким образом, критический анализ экспериментальных исследований в этой области дает основания считать, что роль T_1 -фазы как основного упрочнителя Al-Cu-Li сплавов преувеличена, в особенности для сплавов, содержащих $>1,5\%$ Li. При этом основной вклад в упрочнение должна вносить δ' -фаза, доля которой максимальна в этих сплавах. Для δ' -фазы эффект упрочнения от увеличения межфазной поверхности и напряжений от когерентной границы пренебрежимо мал из-за низкой энергии границы (0,01-0,02 Дж/м²), а деформация несоответствия решеток меньше 10^{-3} , поэтому основной вклад в упрочнение δ' -фазы дает упорядочение³. Величина упрочнения за счет когерентных упорядоченных частиц ($\Delta\sigma$) имеет следующий вид:

$$\Delta\sigma = \frac{M\gamma_{АФГ}}{2b} \left(\frac{3\pi^2 \gamma_{АФГ} f_{\delta'} d_{\delta'}}{64T} \right)^{1/2} \quad (1)$$

где: M - фактор Закса ($\sim 2,4$); $\gamma_{АФГ}$ - энергия образования антифазной границы (АФГ) для плоскости скольжения (111); $d_{\delta'}$ – средний диаметр частиц δ' -фазы, $f_{\delta'}$ - объемная фракция частиц δ' -фазы; T - линейное натяжение дислокации.

Измерения размера частиц δ' -фазы по физическому уширению сверхструктурного рефлекса (110) показал, что их размер увеличивается от 6,8 нм в закаленном состоянии до 19,3 нм после 3-х ступенчатого старения (рис.8).

На рис.9 приведены зависимости от количества δ' -фазы упрочнения за счет выделения ее частиц, рассчитанные по уравнению (1) для различных стадий термической обработки. Поскольку количество δ' -фазы варьируется в сплаве от 14 до 20% эффект упрочнения от старения (рис.10) может составить ~ 90 МПа. По данным ФГУП ВИАМ (разработчика сплава) эффект упрочнения от старения по 3-х ступенчатому режиму составляет ~ 140 МПа.

Таким образом, этот эффект в значительной степени обусловлен увеличением размера частиц δ' -фазы, который имеет место даже при неизменной фракции δ' - фазы. Исходя из этого можно предположить, что преувеличенная роль T_1 -фазы в упрочнении сплавов Al-Cu-Li при старении

³J.C. Huang, A.J. Ardell. Addition rules and the contribution of δ' precipitates to strengthening of aged Al-Li-Cu alloys//Acta metal.1988.V.36.No.11.PP.2995-3006.

связана с тем, что температурный диапазон выделения частиц T_1 -фазы совпадает с диапазоном максимальной скорости роста частиц δ' -фазы, которая и дает основной упрочняющий эффект, при этом безусловно свою долю в это вносят медьсодержащие T_1 - и θ' -фазы.

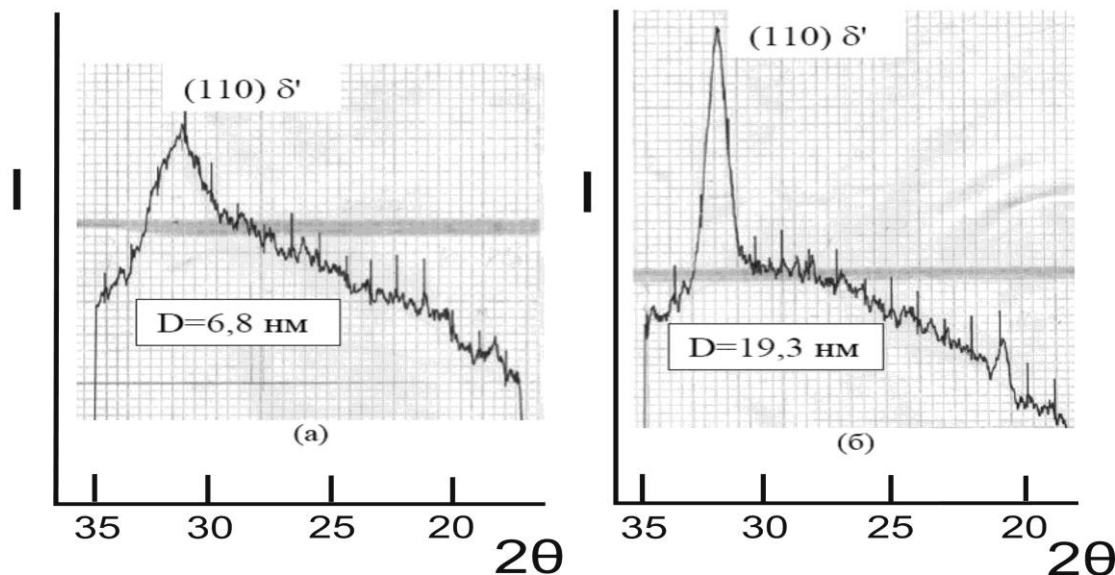


Рис.8. Влияние термической обработки на ширину сверхструктурного рефлекса (110) δ' -фазы и вычисленные из этих данных по уравнению Селякова-Шерера размеры частиц δ' -фазы (D): (а) зак.540⁰С, 1 час. + растяжка 2-3%; (б) + стар.120⁰С, 20 час+ стар.140⁰С, 24 час.+ стар.150⁰С, 24 час.

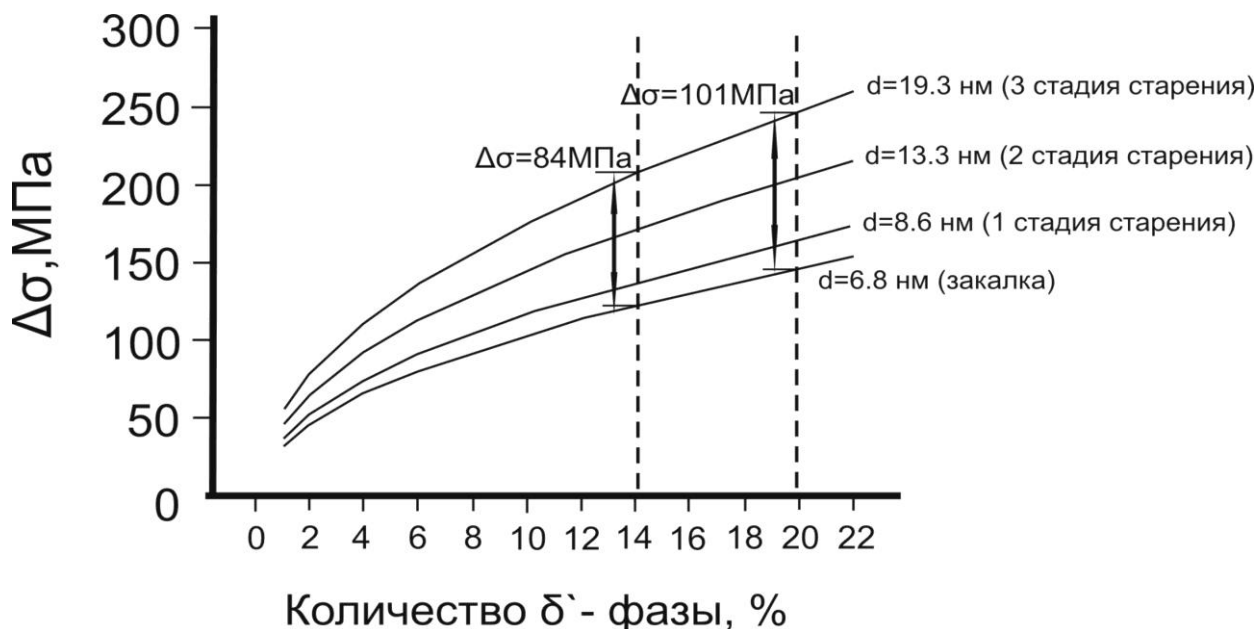


Рис.9. Зависимости упрочнения сплавов системы Al-Li от количества δ' -фазы, вычисленные из уравнения (1) для размеров ее частиц, соответствующих различным стадиям термообработки: размер частиц оценен по физическому уширению сверхструктурной линии (110) δ' -фазы.

В главе пять приведены результаты механических испытаний и расчетов текстурных факторов анизотропии прочности текстурированных плит из сплава В-1461, на основании которых рассмотрены закономерности поведения сплавов системы Al-Cu-Li при деформации и фазовых превращениях.

На Рис. 10 показано распределение по толщине плит твердости на различных стадиях термической обработки. Видно, что старение при 120⁰С дает практически совпадающие результаты с закалкой, старение при 140 и особенно при 150⁰С приводит к существенному упрочнению. Приведенныена рис. 6, 7 результаты исследования изменений фазового состава на различных стадиях старения ответственны за эффекты упрочнения при старении обнаруженные при измерении твердости (рис.10), однако интерпретация этих результатов не является однозначной.

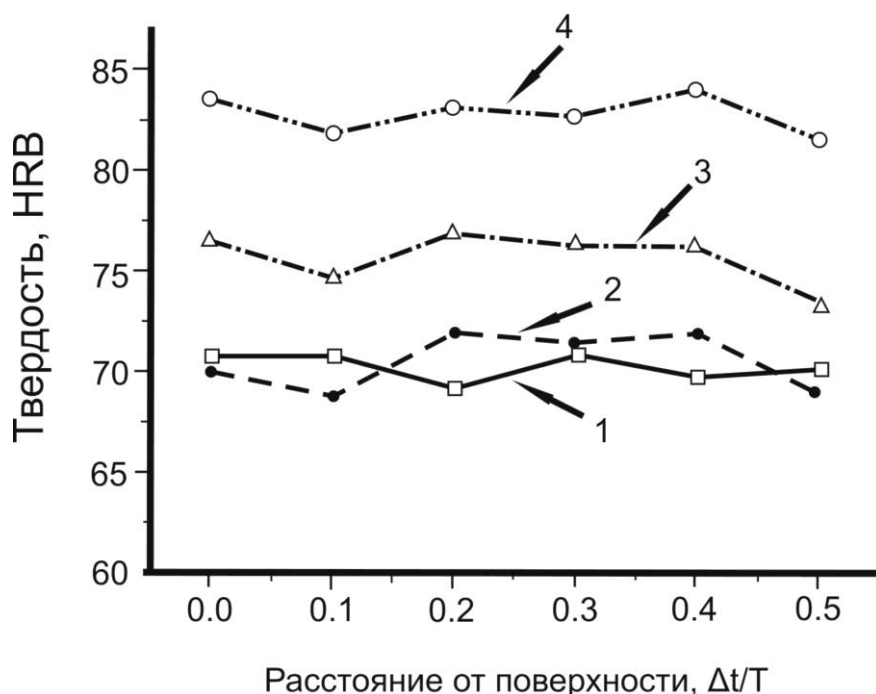


Рис. 10. Распределение значений твердости по сечению 80 мм плиты из сплава В-1461 после закалки 540⁰С, 1 час. и правки растяжением на 2-3% (1) и старения: 120⁰С, 20 час.(2); 120⁰С, 20 час +140⁰С, 24 час. (3); 120⁰С, 20 час +140⁰С, 24 час. +150⁰С, 24 час. (4).

Испытания на растяжение долевых образцов из сечений 0,25Т и 0,5Т показали, что пределы прочности и текучести в медианной области плит (0,5Т) на 40-50 МПа выше, чем в сечении на 0,25Т от поверхности. Если сравнить эти результаты с измерением твердости (Рис.10) то можно отметить, что в отличие от показателей прочности при растяжении в этом случае не наблюдаются существенных различий характеристик твердости по сечению плиты для одной и той же обработки. Это свидетельствует о том, что причина неоднородности

свойств по сечению обусловлены не различиями процессов упрочнения при распаде твердого раствора, которые можно было бы ожидать для толстых листов, а исключительно текстурным фактором, который нивелируется в случае вдавливания индентора по сравнению с осевыми испытаниями.

Результаты расчетов показали, что для α -твердого раствора значения модулей Юнга для различных направлений в листе обладают незначительной анизотропией и величина модуля Юнга существенно ниже, чем экспериментальные значения модулей Юнга для сплавов системы Al-Li (80-82 ГПа). Таким образом, анизотропия упругих модулей для алюминия является недостаточно эффективным способом повышения упругих свойств – для направления с максимальным модулем ($\langle 111 \rangle$) его величина составляет 76 ГПа. Поэтому повышенные значения модулей Юнга, характерные для сплавов с литием можно объяснить только наличием значительного количества упорядоченной δ' -фазы. Для того чтобы получить характерную для сплавов с литием величину модуля Юнга 80-82 ГПа достаточно иметь в сплаве $\sim 20\%$ δ' -фазы с модулем Юнга 115-120 ГПа, что вполне реально.

Анизотропию пределов текучести в направлениях листового полуфабриката (НП, ПН и 45° к НП) оценивали как отношение факторов Закса (M), рассчитанных на основании текстурных данных. При этом, расчетные соотношения учитывали различие в значениях критических приведенных напряжений сдвига для δ' - и α -фазы.

На рис.11 приведены обратные полюсные фигуры для продольных образцов для сечений 0,25Т и 0,5Т. Обнаружены значительные различия в текстурах долевых образцов из разных зон плиты, которые соответствуют результатам исследования распределения текстуры по сечению плит.

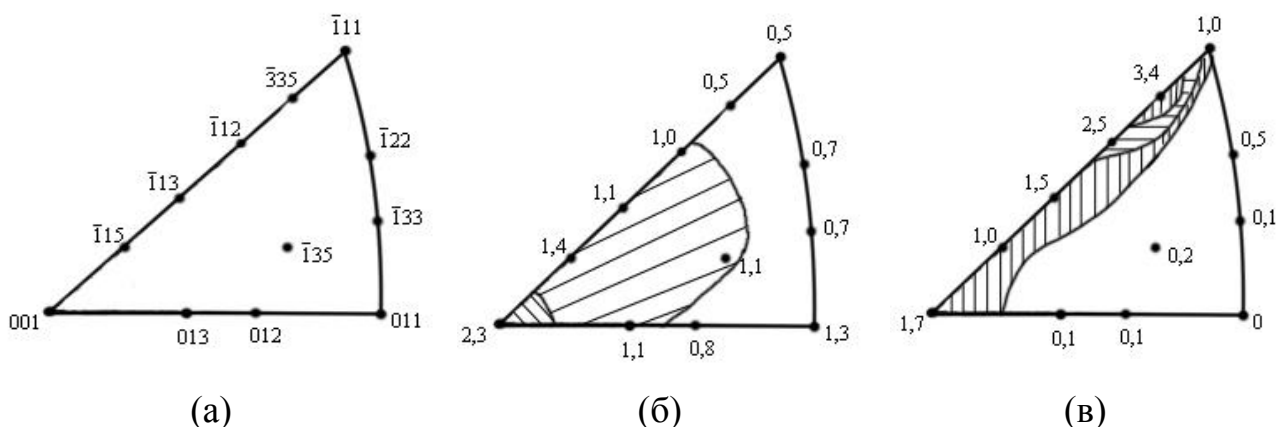


Рис.11. Стандартный стереографический треугольник (а) и ОПФ для направления испытания на растяжение долевых образцов: (б) 0,25 Т и (в) 0,5Т от поверхности плиты

Для поиска корреляций прочностных свойств и текстуры рассчитаны усредненные по всем ориентациям (с учетом текстуры) факторы Шмида (рис.12) и их обратные значения - факторы Закса (последние предпочтительнее, поскольку текстурный вклад в прочность прямо пропорционален этому фактору, но обратно пропорционален фактору Шмида, что затрудняет его использование при интерпретации анизотропии прочностных свойств).

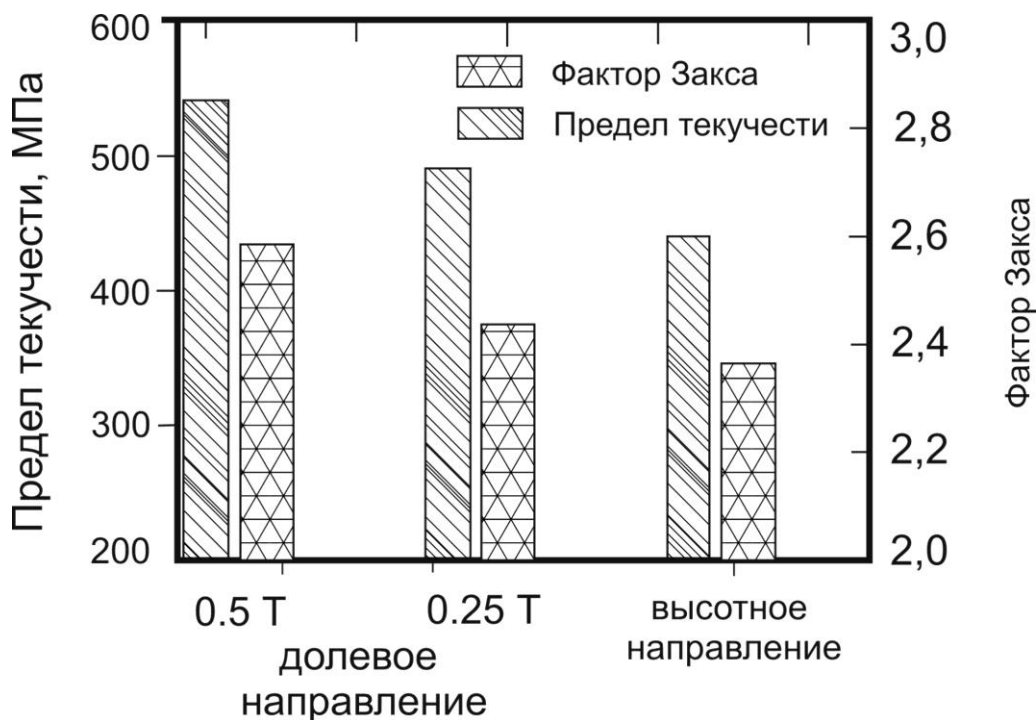


Рис.12. Значения предела текучести высотных и долевых образцов на расстоянии 0,25Т и 0,5 Т и рассчитанные из текстурных данных факторы Закса для соответствующих направлений

Видно, что для долевых образцов имеет место корреляция между текстурой и прочностью – для 0,5Т сечения выше прочность и фактор Закса, однако прочность различается на 10%, а фактор Закса лишь на 6%. Для высотных образцов прочность существенно ниже, чем продольных даже в 0,25Т сечении, а факторы Закса у них практически совпадают. Разницу в прочности помимо текстуры можно объяснить также наличием слоистой микроструктуры (рис.13), которая способствует максимальному снижению прочности в высотном направлении, для которого поверхность раздела слоев нормальна растягивающей нагрузке.

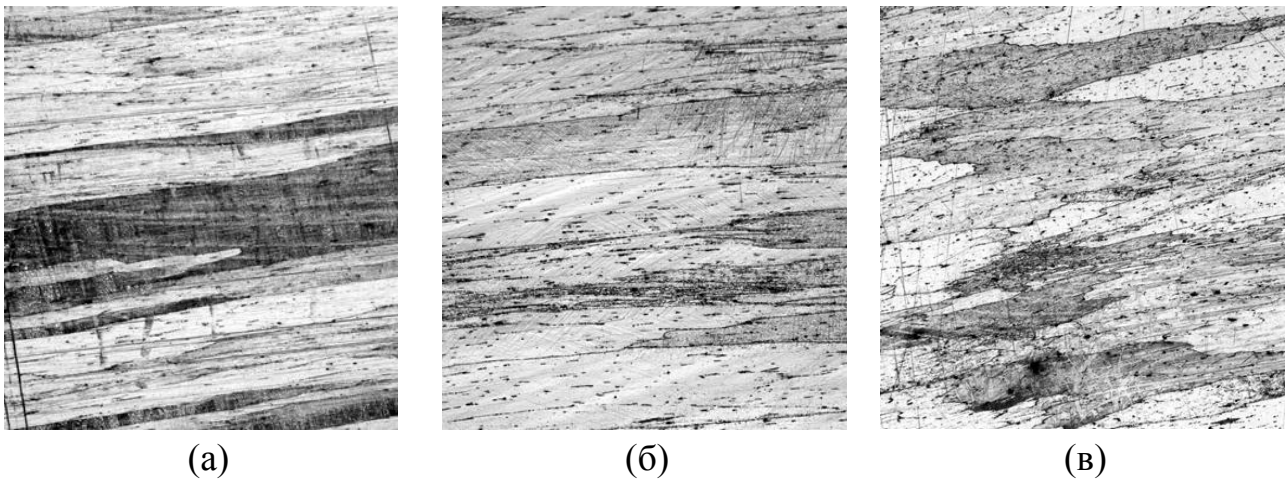


Рис.13. Микроструктуры поперечного сечения плиты: (а) закалка, растяжка и старение при 120°C , 20 час.; (б) + старение 140°C , 24 час.; (в) + старение 150°C , 24 час.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. На основе анализа результатов исследования формирования фазового состава и текстуры в сплавах Al-Cu-Li при деформации и термической обработке выявлены количественные закономерности влияния различных интерметаллидных фаз на механические свойства и их анизотропию.

2. Разработана методика расчета количества T_1 и δ' - фаз для Al-Cu-Li сплавов на основании экспериментального измерения параметров решетки α -твердого раствора и показано, что в сплавах соотношение между δ' - фазой и тройными фазами определяется атомными долями лития и меди, показано также, что в сплавах Al-Cu-Li доля δ' - фазы значительно выше, чем тройной T_1 -фазы.

3. Предложена классификация Al-Li-Mg(Cu) – сплавов, которые следует разделить на 5 групп, отличающихся отношением долей двойной δ' -фазы (W_{δ}) и тройных фаз, S_1 (W_S) или T_1 (W_T): 1 группа - сплавы Al-Li-Mg, $W_{\delta}/W_S < 2$; 2 – 5 группы это сплавы Al-Cu-Li: для 2-ой группы отношение W_{δ}/W_T от 2 до 3, для 3-ей группы – от 5 до 7, для 4-ой – от 7 до 8 и для 5-ой группы от 11 до 17.

4. В результате исследования неоднородности механических свойств в различных зонах и направлениях плит толщиной 80 мм из сплава В-1461 обнаружено, что прочностные характеристики максимальны в медианном сечении (пределы прочности и текучести 570 и 540 МПа), в $0,25T$ сечении эти величины составляют 530 и 490 МПа, а в высотном направлении всего 490 и 440 МПа.

5. Исследования текстуры показали, что в среднем слое плиты толщиной $0,3-0,35T$ наблюдается одинаковая для матрицы и δ' -фазы интенсивная

однокомпонентная текстура с расположением плоскости $\{011\}$ параллельно плоскости плиты с доминированием текстуры «латуни» $\{110\}\langle 112\rangle$.

6. Рассчитанные усредненные факторы Шмида для различных сечений и ориентаций образцов на растяжение показали корреляцию между текстурой и прочностными характеристиками, однако для объяснения пониженной прочности высотных образцов недостаточно одного текстурного фактора и следует учитывать также наличие слоистой микроструктуры.

7. Показано, что величина твердости (HRB) увеличивается от 70 единиц для старения при 120°C , 20 час. до 85 единиц для трехступенчатого режима старения 120°C , 20 час. + 140°C , 24 час. + 150°C , 24 час., при этом в отличие от прочности на растяжение значения твердости мало изменяются по сечению плиты.

8. Показано, что старение при 120 и 140°C сопровождается выделением θ' – фазы, количество которой после старения при 140°C существенно выше, а при 150°C выделением из твердого раствора медьсодержащих Γ_1 и θ' – фаз. Дельта-штрих фаза присутствует в сплаве на всех стадиях термообработки, включая закалку, в значительных количествах.

9. Показано, что роль Γ_1 -фазы как основного упрочнителя Al-Cu-Li сплавов преувеличена, в особенности для сплавов с содержанием лития $>1,5\%$, для которых доминирует эффект упрочнения за счет упорядоченной по типу $L1_2$ δ' - фазы.

10. Обоснован новый механизм упрочнения при старении сплавов Al-Cu-Li с содержанием лития $>1,5\%$, основанный на том, что эффект упрочнения, обусловленный выделением упорядоченных частиц, пропорционален увеличению их размера от ~ 7 до ~ 19 нм, что обеспечивает значительный упрочняющий эффект при старении (~ 90 МПа) даже при неизменной фракции δ' - фазы.

11. На практике этот механизм реализуется за счет комплексной термомеханической обработки, включающую правку растяжением и низкотемпературное старение (120°C), когда формируется оптимальное структурно-фазовое состояние для обеспечения максимального эффекта упрочнения на последующей стадии старения при 140 - 160°C , когда происходит увеличение размера частиц δ' -фазы.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

Список публикаций в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК

1. Бецофен, С.Я. Закономерности влияния состава Al-Li сплавов на количественное соотношение δ' (Al₃Li), S₁ (Al₂MgLi) и T₁ (Al₂CuLi) фаз/ С.Я. Бецофен, В.В. Антипов, И.А. Грушин, **М.И. Князев**, Л.Б. Хохлатова, А.А. Алексеев. // *Металлы*. 2015. №1. С.59-66.
2. Бецофен, С.Я. Фазовый состав, текстура и анизотропия механических свойств сплавов Al-Cu-Li и Al-Mg-Li (Обзор)/ С.Я. Бецофен, В.В. Антипов, **М.И. Князев** // *Деформация и разрушение материалов*. 2015. №11. С. 10-26.
3. Бецофен, С.Я. Исследование влияния термообработки на фазовый состав, текстуру и механические свойства сплава системы Al-Cu-Li В-1461/ С.Я. Бецофен, В.В. Антипов, **М.И. Князев**, М.С. Оглодков// *Металлы*. 2015. №6. С.77-84.

Список объектов интеллектуальной собственности

1. Программа расчета количественного фазового состава сплавов систем легирования Al-Cu-Li. С.Я. Бецофен, **М.И. Князев**, И.А. Грушин, А.А. Петров, М.И. Долгова. RU 2015663208. Дата рег.14.12.2015. Дата публ. 20.01.2016.

Список публикаций в других научных журналах и сборниках трудов

1. S. Betsofen, I. Grushin, **M. Knyazev**, and M. Dolgova. Quantitative Methods for the Study of Al—Li Alloys: Phase Composition, Anisotropy of Properties, and Phase Stability//*Metallofiz. NoveishieTekhnol.* 2015. V.37. No. 11. P. 1001-1017.
2. **М.И. Князев**. Расчетный метод определения объемных эффектов фазовых превращений в алюминиевых сплавах//Научные труды в 4 томах «XLI Гагаринские чтения» Международная молодежная научная конференция. Том 1. С.43-44. Москва, 2015 г.
3. И.А. Грушин, **М.И. Князев**. Упругие свойства сплавов Al-Li// Научные труды в 4 томах «XLI Гагаринские чтения» Международная молодежная научная конференция. Том 1. С.26-28. Москва, 2015 г.