

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
НАУКИ ИНСТИТУТ МЕТАЛЛУРГИИ И МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ ИМ. А.А.
БАЙКОВА РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК (ИМЕТ РАН)

На правах рукописи

СОЛОВЬЕВА Юлия Борисовна

**РАЗРАБОТКА КРИОМЕХАНИЧЕСКОГО УПРОЧНЕНИЯ
АВИАЦИОННОГО СПЛАВА В95**

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Научный руководитель
Доктор физико-математических наук

В.А. Ермишкин

Москва - 2020 г.

Содержание

Введение.....	4
ГЛАВА 1. МЕТОДЫ ФОРМИРОВАНИЯ ВЫСОКОПРОЧНОГО СОСТОЯНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ	
1.1 Классификация механизмов упрочнения конструкционных материалов 12	
1.1.1. Дислокационное упрочнение	15
1.1.2. Структурное упрочнение.....	17
1.1.3. Зернограничное упрочнение	18
1.1.4. Субструктурное упрочнение.....	20
1.1.5. Твердорастворное упрочнение	23
1.1.6. Дисперсионное упрочнение	24
1.2. Механические свойства высокопрочных алюминиевых сплавов.....	28
1.3. Вязкость разрушения как важнейший критерий надежности и долговечности высокопрочных материалов.....	41
1.4 Ограничение возможностей механики разрушения при оценке трещиностойкости конструкционных материалов	45
1.5 Постановка задач исследования	46
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ, МЕТОДЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ 48	
2.1 Материал исследования.....	48
2.2. Технология упрочнения сплава В95	48
2.3 Исследования структуры и фазового состава сплава В95	50
2.5 Методы исследования трещиностойкости сплава В95	52
2.5.1 Метод механики разрушения	52
2.5.2 Оценка достоверности значений K_{Ic} сплава В95 методом секущей.....	56
2.5.3 Определение трещиностойкости сплава В95 по данным фотометрического анализа структурных изображений	57
ГЛАВА 3 МЕХАНИЧЕСКИЙ АСПЕКТ ПРОБЛЕМЫ УПРОЧНЕНИЯ СПЛАВА В95..... 64	
3.1 Стандартные механические свойства сплава В95 для всех режимов обработки.	64

3.2 Трещиностойкость сплава В95 для исходного состояния. Нахождение условий соответствия для макро и микро-подходов в оценке трещиностойкости.....	68
3.3 Определение энергии зарождения трещины и поверхностной энергии для сплава В95 в исходном состоянии.....	72
3.4 Определение трещиностойкости сплава В95 в закаленном состоянии.....	76
3.5 Влияние криомеханической обработки и покрытий из титана и меди на трещиностойкости сплава В95.....	78
2.5.2 Результаты оценки достоверности измерений.....	81
Глава 4. СТРУКТУРНЫЙ АСПЕКТ ПРОБЛЕМЫ УПРОЧНЕНИЯ СПЛАВА В95	84
4.1 РФА анализ сплава В95 после различных видов обработки	84
4.2 Результаты анализа структуры и состава сплава В95 в исходном состоянии	85
4.3 Результаты анализа структуры и состава сплава В95 после закалки	86
4.4 Результаты анализа структуры и состава сплава В95 после криомеханической обработки	87
4.5 Анализ дополнительных морфологических признаков сплава В95 после различных режимов обработки.....	88
ГЛАВА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ИНТЕГРАЛЬНОЙ ПРОЧНОСТИ СПЛАВА В95	91
5.1 Количественная оценка структурных факторов, влияющих на механическую прочность сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и после криомеханической обработки	91
Основные выводы	95

Введение

Несмотря на постоянно растущий объем использования композитных материалов в отрасли авиационной промышленности, силовые элементы каркаса самолетов по-прежнему изготавливаются из высокопрочных алюминиевых сплавов. Алюминиевые сплавы составляют более 70% от общего количества металлических конструкционных материалов в планере самолетов [1].

В процессе разработки упрочняющих технологий высокопрочных алюминиевых сплавов нашли применение технологии, основанные на использовании сразу нескольких механизмов упрочнения: легирования химическими элементами, дающими эффекты твердорастворного и дисперсионного упрочнения; различные виды термических обработок и деформаций в широком интервале температур в том числе и с использованием экстремальных режимов; методы поверхностного упрочнения; применение слоистых композиционных материалов с аморфной матрицей и т.д. В результате их применения к промышленным алюминиевым сплавам были получены следующие наиболее значимые результаты.

Факт зависимости механических свойств конструкционных материалов от их структурного состояния уже давно стал общеизвестным, а большинство параметров структурного состояния, определяющих характеристики прочности и пластичности, установлены [2-7]. Хорошо изучены микромеханизмы деформирования, упрочнения и разрушения, результаты исследований которых нашли отражение в тематических монографиях и периодической литературе [8-14].

При оценке общей прочности материала для определения вклада каждого из механизмов упрочнения используется установленный Орованом принцип линейной аддитивности, который дает неправильное представление о суммарном эффекте механизмов упрочнения, так как вклад отмеченных

механизмов не учитывает доли характерных объемов, в которых проявляется тот или иной механизм упрочнения.

Необходимо отметить, что с увеличением энергосодержания в результате процесса упрочнения, в таких сплавах возрастает вероятность хрупкого разрушения. В связи с этим исследования по разработке новых технологий формирования в материалах высокопрочного состояния должны включать обязательную оценку их трещиностойкости - характеристики, определяющей склонность материалов к распространению трещин.

В настоящее время при оценках трещиностойкости доминирующее положение заняли методы механики разрушения, которые позволяют получить критерии трещиностойкости в виде значений коэффициентов интенсивности напряжений (КИН) для различных мод разрушений в зависимости от взаимной ориентации оси приложения нагрузки к образцу по отношению к плоскости трещины-надреза – K_I , K_{II} и K_{III} , где I – нормальный отрыв, II - продольный сдвиг и III - поперечный сдвиг соответственно. В отличие от ударной вязкости, которая по существу является технологической пробой для оценки склонности материалов к хрупкому разрушению, КИН является механической характеристикой, через которую выражаются компоненты тензора напряженного состояния, возникающего у вершины трещины. Следует отметить, что по своему характеру критерии механики разрушения являются макроскопическими.

Механика разрушения дает возможность определить предельные условия равновесия тел с трещиной, но не позволяет оценить энергию зарождения трещин. Также в рамках механического подхода не удается объяснить элементарные механизмы разрушения и установить вклад структурной и кристаллографической составляющих в процесс разрушения.

Кроме того, на испытываемые образцы накладываются и размерные ограничения, что приводит к необходимости использовать мощное

испытательное оборудование для корректной оценки КИН. В связи с этим становится актуальным исследование микроскопических аспектов разрушения.

Методы электронной микроскопии в качестве методов исследования механизмов разрушения дают возможность изучить качественную сторону разрушения и оценить вклад структурной и кристаллографической составляющих в процесс разрушения, однако, с помощью микро-подхода невозможно определить параметры разрушения, сопоставимые с макроскопическими характеристики разрушения.

Актуальность работы

Анализ отечественной и зарубежной литературы показал, что к моменту начала выполнения диссертационной работы состояние исследуемой проблемы характеризуется следующими особенностями:

1. Возможности традиционных методов упрочнения алюминиевых материалов в значительной степени исчерпаны. В связи с этим наиболее целесообразным средством повышения удельной прочности авиационных металлических материалов является их обработка с использованием экстремальных режимов упрочнения. Для этого необходимо уделить большее внимание структурным механизмам упрочнения, т.е. элементарным актам преодоления подвижными дислокациями сопротивления от элементов исходной структуры.
2. Существенным недостатком анализа характеристик прочности и трещиностойкости алюминиевых сплавов в упрочненном состоянии, является тот факт, что зачастую, они получены по разным методикам с использованием разных типов образцов.
3. Существующие методы оценки трещиностойкости не учитывают условия зарождения трещин в материале;

4. При оценке интегральной прочности материалов, упрочненных сразу по нескольким механизмам, учитываются только значения их вклада в прочность без учета объемных долей материала, в которых проявлялось их действие.

Целью настоящей работы является:

Разработка комплексной технологии упрочнения высокопрочного алюминиевого сплава системы Al-Zn-Cu-Mg (B95) и оценка его прочностных свойств и трещиностойкости с учетом структурного состояния материала.

Основные задачи работы:

1. Разработать комбинированную технологию упрочнения высокопрочного сплава B95, включающую закалку, низкотемпературную деформацию и последующее старение;
2. Разработать методику оценки трещиностойкости с использованием ФАСИ на малогабаритных образцах по данным микроскопических исследований;
3. Разработать способ оценки условий зарождения трещины в высокопрочном сплаве B95;
4. Исследовать возможность повышения КИН с помощью покрытий, дающих эффект упрочнения посредством изменения условий выхода дислокаций на поверхность;
5. Разработать методику оценки суммарного эффекта упрочнения с учетом вклада отдельных структурных составляющих.

Научная новизна работы

1. Исследовано влияние криомеханической обработки (КМО) на структуру, механические свойства и трещиностойкость алюминиевого сплава B95 системы Al-Zn-Cu-Mg. Установлено, что разработанная КМО (Закалка при 460 °C с выдержкой в течение 30 минут + сжатие на 0,4% при -196 °C + старение при 45 °C в течение 30 минут) повышает предел прочности сплава не менее чем на 10% ($\sigma_b = 1170$ МПа), по сравнению с производственной технологией

(горячая прокатка после закалки при 460 °С с выдержкой в течение 10ч и + двухступенчатое старение при 123°С в течение 24ч и при 165°С в течение 18ч ($\sigma_{\text{в}} = 1078 \text{ МПа}$)), с одновременным повышением трещиностойкости не менее чем на 26% ($K_I = 18,5 \text{ МПам}^{0,5}$) и локальной трещиностойкости более чем в 2 раза ($K_I = 115 \text{ МПам}^{0,5}$), что достигается в результате формирования мелкофрагментированной ячеистой дислокационной структуры с мелкодисперсными выделениями фаз MgZn_2 и CuAl_2 на дислокациях при старении.

2. Установлено, что характеристики прочности и трещиностойкости сплава В95 после КМО превосходят аналогичные характеристики, достигнутые на различных этапах выполнения КМО (в исходном состоянии, после закалки и низкотемпературной деформации).

3. Получены оценки КИН на малогабаритных образцах сплава В95, упрочненных по технологии КМО по данным микроскопических измерений с помощью ФАСИ, близкие по значению к КИН, определенные стандартным методом линейной механики разрушение (ЛМР): для ФАСИ $K_{Ic} = 51,32 \text{ МПам}^{0,5}$ для ЛМР $K_{Ic} = 49,12 \text{ МПам}^{0,5}$.

4. Разработан и экспериментально проверен метод изучения кинетики развития разрушения сплава В95 по данным ФАСИ, совмещающий измерения длины трещины и ее раскрытия посредством измерения площади, охваченной контуром трещины.

5. Доказана возможность повышения трещиностойкости сплава В95 с помощью тонких покрытий титана до $K_I = 32,8 \text{ МПам}^{0,5}$ по сравнению трещиностойкостью после криомеханической обработки ($K_I = 18,5 \text{ МПам}^{0,5}$) за счет образования упрочняющих фаз TiAl_3 .

5. Разработан метод количественной оценки интегральной прочности многокомпонентного сплава В95 с учетом объемных долей материала, подверженных действию различных механизмов упрочнения.

Практическая значимость работы

1. Изучены особенности структурного и механического поведения сплава В95 после криомеханической обработки, включающей упрочняющую термическую обработку и пластическую деформацию в криогенных средах.
2. Показана и подтверждена возможность подбора параметров режимов упрочнения для каждой стадии КМО с помощью ФАСИ.
3. Доказана возможность применения неразрушающего метода ФАСИ для оценки степени поврежденности натурных изделий в процессе эксплуатации.
4. Выявлен эффект локального повышения прочности и трещиностойкости сплава В95 на образцах, прошедших криомеханическое упрочнение.
5. Выявлен эффект локального повышения прочности и трещиностойкости сплава В95 на образцах с тонким покрытием титана и меди.

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Закономерности структурных и фазовых изменений в закаленном сплаве В95 в процессе криомеханической обработки в интервале степеней деформации $\varepsilon \sim 0,3 \dots 0,4$
2. Комплекс механических свойств и трещиностойкости сплава, после ТМО, включающей закалку, криомеханическую обработку и старение.
3. Бесконтактный метод оценки трещиностойкости, энергии зарождения трещин для сплава В95
4. Метод оценки трещиностойкости с использованием малогабаритных образцов по схеме нагружения внедрением клина в надрез.
5. Бесконтактный метод оценки парциальной прочности сплава В95.

Апробация работы

Результаты работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях и семинарах: на XXII Международной научно-технической конференции “Машиностроение и техносфера XXI века”, Севастополь, 2015г.,

VI Международной конференции «Деформация и разрушения материалов и наноматериалов», Москва, 2015г., V Всероссийской конференции «Безопасность и живучесть технических систем», Красноярск, 2015г., VIII Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур», Москва, 2016г., Втором междисциплинарном молодежном научном форуме с международным участием «Новые материалы», Сочи, 2016г., XXIII Международной научно-технической конференции «Машиностроение и техносфера XXI века», Севастополь, 2016г., XIII Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов", Москва, 2016г., XXIV Международной научно-технической конференции «Машиностроение и техносфера XXI века», Севастополь, 2017г., Третьем междисциплинарном молодежном научном форуме с международным участием «Новые материалы», Москва, 2017, XXV международной научно-технической конференции “Машиностроение и техносфера XXI века”, Севастополь, 2018г.

Публикации. Результаты работы представлены в 14 публикациях, в том числе в 1-й статье в зарубежных журналах, 5 статьях в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК ДНР, 2 статьях в ведущих рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ.

Личный вклад автора состоит в систематизации литературных данных, проведении комплекса экспериментальных исследований и трещиностойкости, электронно-микроскопических исследований, разработки методики построения кривых растяжения исследуемого материала по данным испытаний на сжатие, совместно с руководителем разработки метода определения КИН на малогабаритных образцах с надрезом, нагружаемых по схеме Гилмана, разработки методики анализа результатов методом ФАСИ в условиях эксперимента IN SITU, методики оценки кинетики развития разрушения по данным анализа ФАСИ, статистической обработке, анализе и научном обосновании полученных результатов.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, основных выводов, приложения и списка цитируемой литературы, включающего 139 наименование. Диссертация содержит 109 страниц, в том числе 37 рисунков и 18 таблиц.

ГЛАВА 1. МЕТОДЫ ФОРМИРОВАНИЯ ВЫСОКОПРОЧНОГО СОСТОЯНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

1.1 Классификация механизмов упрочнения конструкционных материалов

Вопросы упрочнения конструкционных материалов никогда не теряли своей актуальности в исследовательской и производственной практике и остаются наиболее важными задачами современного материаловедения. В практике промышленных технологий таких материалов нашли свое широкое применение комплексные подходы объемного и поверхностного упрочнения.

Эффективным инструментом контроля качества и стабильности механических характеристик конструкционных материалов является контроль и управление такими структурными параметрами, как: размер и форма зерен, фазовый состав, дисперсность фаз, плотность дефектов различных типов, дислокационная и субзеренная структуры, морфология и свойства поверхностного слоя и т.д. [16-23].

Анализ деформационного поведения материала (движение дислокаций под действием приложенных сил) позволяют получить расчетные характеристики механических свойств материала [24-26]. Исследования структурных аспектов процесса разрушения в свою очередь дают возможность проанализировать механизмы процесса разрушения.

Таким образом, на элементарном уровне деформационное поведение материала определяется природой и силой взаимодействия структурных элементов, из которых он состоит.

Рассматривая механическое деформирование материала как процесс изменения формы тела в результате воздействия на него внешних сил, можно выделить следующие основные силовые и структурные факторы, препятствующие деформированию материалов: силы трения кристаллической решетки (силы Пайерлса–Набарро) [27,28], элементарные дефекты в виде растворенных атомов внедрения и замещения, линейные дефекты в виде

дислокации и дисклинаций, границы субзерен и межзеренные границы, дисперсные частицы, поверхностные пленки.

Таким образом, упрочнение реальных материалов и сплавов определяется взаимодействием дислокаций с препятствиями различных видов. И можно сказать, что

Механизм упрочнения – это взаимодействие структурных элементов на уровне элементарных актов, дающие эффект упрочнения.

В зависимости от вида и характера взаимодействия дислокаций с элементами структуры в процессе деформации, можно выделить следующие основные механизмы упрочнения:

1. деформационное (дислокационное упрочнение)
2. структурное упрочнение
3. субструктурное упрочнение
4. твердорастворное упрочнение
5. дисперсионное (выделение из твердого раствора или введение дисперсных выделений)

Разработка и производство современных высокопрочных конструкционных материалов подразумевает использования нескольких механизмов упрочнения, в том числе и всех четырех. Однако, количественная оценка влияния отдельно взятых механизмов упрочнения на механические характеристики материалов до сих пор остается нерешенной инженерной задачей. Такая взаимосвязь должна выражать количественные параметры, через которые можно описать вклад различных микромеханизмов в макроскопические механические свойства.

Один из наиболее распространенных способов оценки интегральных механических характеристики материалов с помощью параметров микромеханизмов, действующих в теле, основан на принципе линейной аддитивности, описанный Орованом и Коксом [29, 13]. Согласно этому принципу, сопротивление пластическому деформирования можно представить как сумму значений прочности от вклада отдельных механизмов:

$$\sigma_t = \sum \sigma_i = \sigma_0 + \Delta \sigma_{t,p} + \Delta \sigma_d + \Delta \sigma_z + \Delta \sigma_c + \Delta \sigma_{d,y}. \quad (1)$$

где σ_0 - напряжение трения кристаллической решетки;

$\Delta \sigma_{t,p}$ - прирост предела текучести за счет твердорастворного упрочнения;

$\Delta \sigma_d$ - прирост предела текучести за счет дислокационного (деформационного) упрочнения;

$\Delta \sigma_z$ - прирост предела текучести за счет зернограничного упрочнения;

$\Delta \sigma_c$ - прирост предела текучести за счет субструктурного упрочнения;

$\Delta \sigma_{d,y}$ - прирост предела текучести за счет дисперсионного упрочнения

Между тем, очевидно, что формула (1) не учитывает локальность действия отдельных микромеханизмов упрочнения и их эффект на весь материал изделия. С этим можно согласится в отношении твердорастворного упрочнения и напряжений трения в кристаллической решетке, однако взаимодействие подвижных дислокаций с другими препятствиями зависят от степени их локализации и геометрических и физических особенностей препятствий.

Реальные конструкционные материалы неоднородны по химическому и фазовому составу и могут быть представлены в виде конгломератов структурных составляющих, с отличающимися друг от друга свойствами. В этом случае наиболее приемлемым подходом для оценки интегральной прочности материала можно считать композиционный подход, который учитывает объемную долю локальных значений прочности отдельных структурных составляющих, входящих в состав композиционного материала. Для случая упрочнения матрицы материала однонаправленными волокнами формула нахождения интегральной прочности композиционного материала определяется как:

$$\sigma_k = \sigma_m (1 - V_f) + \sigma_f V_f \quad (2)$$

где σ_k -прочность композиционного материала, σ_m -прочность материала матрицы, σ_f -прочность материала армирующих волокон, V_f -объемная доля армирующей фазы композита.

В свете вышеизложенного соотношение, связывающего вклад от отдельных микромеханизмов упрочнения с макроскопическими характеристиками прочности, следует искать в виде [31]:

$$\sigma = \sum_{i=1}^n \sigma_i \cdot V_i \quad (3)$$

где σ_i – сопротивление пластической деформации от i -того микромеханизма упрочнения, V_i - объемная доля материала, в которой действует i -тый микромеханизм упрочнения.

1.1.1. Дислокационное упрочнение

В случае, когда в кристаллической решетке материала плотность дефектов (дислокаций) достигает более $10^6 \dots 10^8 \text{ см}^{-2}$, происходит их активное взаимное упругое взаимодействие, которое является эффективным препятствием движению скользящих дислокаций. Такое упрочнение называется дислокационным.

В дислокационном упрочнении в качестве наиболее эффективных препятствий для движущихся дислокаций выступают дислокации «леса», которые не принадлежат первичной плоскости скольжения движущих дислокаций и, по сути своей являются потенциальными близкодействующими и/или дальнодействующими барьерами, повышающими энергию сдвига.

Дальнодействующие напряжения обусловлены природой упругих напряжений дислокаций [32] (Теории Тейлора, Мотта и Зегера). Близкодействующие напряжения возникают при контактном взаимодействии скользящих и неподвижных дислокаций, которые при пересечении могут расщепляться и образовывать пороги, которые впоследствии становятся

источником точечных дефектов или барьеры в результате образования дислокаций с другими параметрами.

Деформационное упрочнение полями близкодействующих напряжений за счет сил контактного взаимодействия создают различные типы неразориентированных и разориентированных субструктур, к которым можно отнести хаотическую, сетчатую, микрополосовую, фрагментированную и др. Механизмы образования фрагментированных субструктур описаны в теории Кульман-Вильсдорфа [33]. Механизм деформационного упрочнения за счет образования порогов, как эффективных препятствий для винтовых или смешанных дислокаций, описаны в теории Гилмана [34].

Деформационное упрочнение в общем виде может быть выражено через зависимость напряжения пластичного течения $\Delta\tau_d$ от плотности дислокаций ρ_d в виде:

$$\Delta\tau_d = \alpha G b \sqrt{\rho_d} \quad (4)$$

где G – модуль сдвига; b - вектор Бюргерса дислокации; α – параметр междислокационного взаимодействия, который определяется степенью упорядоченности сплава и числом одиночных вакансий в общей плотности дислокации (в зависимости от типа кристаллической решетки $0,15 \leq \alpha \leq 0,5$)

Значение $\Delta\tau_d$ описывает напряжение течения монокристалла при скольжении в нем дислокаций. В случае поликристаллов и наличия разных систем скольжения, необходимо введение дополнительного ориентационного множителя m : $\sigma_t = m\tau$.

Предел текучести реальных чистых металлов складывается из двух составляющих: значения σ_o , обусловленное трением решетки (напряжение Пайерлса-Набарро), и значения $\Delta\sigma_d$ связанного с деформационным упрочнением:

$$\sigma_t = \sigma_o + \alpha m G b \sqrt{\rho_d} \quad (5)$$

Согласно экспериментальным данным [35] эволюция дислокационных структур при слабых пластических деформациях (не более 5%) вне зависимости от типа кристаллической решетки материала можно разделить на 3 стадии:

1. Увеличение плотности дислокаций с 10^6 см^{-2} до 10^8 см^{-2} . Дислокации распределены равномерно.
2. На фоне однородно ориентированного кристалла образуются локальные неоднородности дислокационных линий в виде клубков, скоплений, кос, кластеров и т.д. Плотность дислокаций достигает $10^8 - 10^{10} \text{ см}^{-2}$
3. Формирование ячеистой структуры со слабой разориентировкой ячеек ($\Theta \approx 1^\circ$) и разделенных несовершенными дислокационными границами. Средняя плотность дислокации достигает 10^{11} см^{-2} .

В случае увеличения степени деформации материалов уже выше 10% (при растяжении) в поликристаллах, кроме формирования ячеистой дислокационной структурой, наблюдаются образование микротрешин [36], что оказывает влияние на ограничение применения подобных технологий обработки в производственной практике.

Для алюминиевых сплавов, обладающих высокой энергией дефекта упаковки, интенсивная пластическая деформации ИПД является эффективным способом упрочнения и приводит к резкому увеличению прочностных свойств и падению пластичных свойств. Для ГЦК металлов, тенденция к упрочнению после ИПД выражена еще сильнее.

1.1.2. Структурное упрочнение

Эффект пластической деформации не исчерпывается созданием искажений в кристаллической решетке, происходит также и измельчение структур зерен на субзерна. Субзеренное строение деформированных нерекристаллизованных зерен, которое сохраняется после термической обработки в виде нерекристаллизованной структуру приводит к повышению

прочностных свойств. Такое упрочнение было обозначено понятием «структурное упрочнение» [37]. Необходимо отметить, что структурное упрочнение алюминиевых сплавов реализуется не только за счет деформационного воздействия на исходный сплав, но также и за счет легирования сплава переходными металлами, обеспечивающими повышение температуры рекристаллизации. Таким образом, структурное упрочнение – это упрочнение, обусловленное субзеренным строением деформированных нерекристаллизованных зерен полуфабрикатов, в которых после термообработки сохраняется нерекристаллизованная структура.

С.М. Воронов и В.И. Елагин на примере исследования алюминиевых прутков, легированных магнием (сплавы системы Al–Mg–Sc) определили упрочнение пресс-эффектом в результате комбинации воздействия влияния большого количества дисперсных включений с одновременным эффектом вклада от текстурной деформации [38,39], который объясняется наличием диспергированной структуры в деформированных, но нерекристаллизованных изделиях. В результате пластической деформации, помимо искажения кристаллической решетки, наблюдается разделение структуры и образование внутри зерна разноориентированных блоков – мелких образований с линейным размерами 5–15 мкм, которые не являются субзернами, и которые по крайней мере в 30–40 раз меньше, чем литые зерна.

1.1.3. Зернограничное упрочнение

Границы зерен в поликристаллах являются эффективными барьерами пластической деформации. Эффект барьера, препятствующему движению дислокаций, объясняется наличием в зерне собственных систем скольжения, которые могут отличаться от систем скольжения соседних зерен. Дислокация, успешно продвигавшаяся в пределах одного зерна, тормозится на границе с соседним зерном, где ориентация относительно приложенного напряжения не столь благоприятна. Увеличение протяженности границ зерен путем

измельчения их размера, повышает эффект упрочнения поликристаллического материала.

Влияние величины зерна на напряжение течения поликристалла обусловлено двумя процессами:

1. Эстафетный механизм передачи скольжения дислокаций от одного зерна поликристалла к другому. В этом случае скопление плоских дислокаций у границ зерен вызывает концентрацию напряжений и активизирует дислокационные источники в соседних зернах. На начальной стадии пластической деформации эстафетный механизм хорошо согласуется с зависимостью Холла-Петча [40].

2. Аккумуляционный механизм упрочнения за счет повышения плотности дислокаций у границ зерен, которые активируют большое число источников дислокаций за счет сильных полей упругих напряжений.

Зависимость предела текучести поликристалла σ_y от размера зерна выражается соотношением Холла-Петча [41]

$$\sigma_t = \sigma_i + \Delta\sigma_3 = \sigma_i + K_3 d_3^{-1/2} \quad (6)$$

где K_3 - коэффициент, характеризующий материал и состояние границ. σ_i - предел текучести монокристалла; $\Delta\sigma_3$ - прирост предела текучести за счет зернограничного упрочнения; d_3 - диаметр зерна

Соотношение ХП не применимо в случае наноматериалов, когда с уменьшением размера зерен до $d_c \approx 10-15$ нм происходит уменьшение предела текучести и твердости материала [40]. Феноменологически такое явление, вероятно, связано с увеличением объемной доли зернограничной фазы, которая оказывает разупрочняющий эффект. Кроме того, уменьшение размеров зерна до наноразмерных величин сопровождается переходом механизма деформации от дислокационного к вакансационному (ползучесть Кобла), что подтверждено экспериментальными исследованиями *in situ* [42].

1.1.4. Субструктурное упрочнение

Согласно определению Л.К. Гордиенко [43] субструктурное упрочнение - это термопластический (нагрев + деформация) метод получения высокопрочного состояния путем создания в металле стабилизованных субповерхностей раздела, препятствующих свободному перемещению дислокаций в пределах кристаллитов (макрозерен). В отличие от других видов термопластического упрочнения, субструктурное упрочнение обуславливает повышение энергоемкости металла при сохранении повышенной стабильности его структурного состояния. Под термической стабильностью металла понимается способность металла сохранять эффект упрочнения при нагреве и изотермических выдержках, соответственно, термомеханическая стабильность – способность металла к сохранению высокопрочного состояния при одновременном действии механического и теплового воздействия лежит процесс формирования барьеров для движения дислокаций в виде субповерхностей раздела.

Субповерхности раздела - дислокационные образования в металле представляющие из себя либо компланарную сетку малоугловых границ (полигональные границы), либо объемную сетку переплетенных дислокаций (стенки дислокационных ячеек). Оба типа суперповерхностей раздела возникают под воздействием деформации в результате перестройки избыточных дислокаций внутри зерна и ограничивают собой микрообъемы, в пределах которых ориентировка решетки сохраняется практически постоянной. Такие микрообъемы характеризуются минимальной плотностью дислокаций и получили название *субзерен*.

Создание сетки полигональных границ лежит в основе субструктурного упрочнения по механизму полигонизации (дорекристализационная МТО); образование стенок дислокационных ячеек представляет суть субструктурного упрочнения по механизму ячеистой фрагментации (многократная МТО-ММТО).

Если разделить дислокационные барьеры по геометрическому признаку на точечные, одномерные (линейные) и двумерные (плоскостные), то наиболее эффективными стопорами окажутся плоскостные барьеры в виде поверхности. Эти поверхности и представляют собой дислокационные субповерхности раздела, образованные по механизмам полигонизации ячеистой фрагментации.

В качестве важных особенностей субструктурного упрочнения следует отметить:

1. Перераспределение дислокаций внутри субзерен способствует релаксации пиковых локальных напряжений по границам раздела и снижает склонность упрочненного материала к хрупкому разрушению.
2. Высокая термомеханическая устойчивость субструктурно упрочненного состояния, обусловлена процессом возврата на стадии образования субграниц.

В реальных металлах в результате внешних воздействий происходит изменение субструктурных барьеров, что усложняет оценку количественных зависимостей между конкретными элементами структуры и механическими характеристиками.

По аналогии с зернограничным упрочнением в первом приближении можно считать, что зависимость прироста предела текучести $\Delta\sigma_c$ за счет субструктурного упрочнения от размера субструктурного элемента d_c описывается уравнением Холла – Петча:

$$\Delta\sigma_c = K_c d_c^{-1/2} \quad (7)$$

Коэффициент субструктурного упрочнения K_c является мерой сопротивления субграниц пластической деформации и зависит от угла разориентировки Θ . Чем меньше угол Θ , чем сильнее ослабевают барьеры в виде субграниц, т.е. K_c будет уменьшаться. В данном виде уравнение

применяется для расчета упрочнения при развитой субзеренной структуре со среднеугловой разориентировкой и размерах субзерен более 1 мкм.

Соотношение Холла-Петча в общем случае прирост предела для субструктурного упрочнения текучести описывается зависимостью

$$\Delta\sigma_c = K_c d_c^{-m} \quad (8)$$

где m - показатель степени, изменяющийся от 0,5 до 1.

При образовании ячеистой субструктуры показатель $m=1$, т.е. наблюдается обратная зависимость прироста предела текучести от размера ячейки d .

При этом коэффициент субструктурного упрочнения

$$K_c \approx \alpha G b \Theta^{1/2} / (1-v) \quad (9)$$

При образовании смешанных и более сложных субструктур m будет принимать промежуточные значения в интервале $0,5 < m < 1$.

Определение коэффициента K_c не является постоянной величиной для одного и того же материала, и зависит от характера субструктуры, который может сильно меняться на различных стадиях пластической деформации или под действием термообработки.

В настоящее время исследования различных авторов не дают однозначной оценки о преимущественной эффективности субструктурного и зернограничного упрочнения. Согласно авторам [28] при размерах более 0,4 мкм субзерна или зерна вносят больший вклад в упрочнение, чем ячейки, если же размер элемента меньше 0,4 мкм, то более действенным будет упрочнение за счет создания ячеистой структуры.

1.1.5. Твердорастворное упрочнение

Формирование твердого раствора замещения или внедрения образует в искаженной кристаллической решетке основного материала взаимодействия ближнего и дальнего порядка. При этом механизм влияния примесей внедрения на зависимость напряжения течения в металлах определяется их воздействием на подвижность дислокаций.

На движение дислокаций при твердорастворном упрочнении могут оказывать влияние различные факторы: 1) взаимодействие с сегрегациями атомов примесей внедрения или замещения в виде атмосфер Коттрелла (упругое взаимодействие) [44] или Сузуки (химическое взаимодействие) [45]; 2) взаимодействие с тетрагональными искажениями кристаллической решетки, природа возникновения которых связана с атомами внедрения, замещения, вакансионными дисками, комплексами ионов и вакансий (теория Фишера [46]); 3) ковалентная составляющая, обусловленная электронной структурой атомов кристаллической решетки твердого раствора (теории Гийо, Конрада, Зегера, Эске [28]).

Кроме того, в случае некоторых упорядочивающихся бинарных сплавов, заметный вклад в упрочнение вносят механизмы формирования поверхностных дефектов внутризеренной структуры в виде антифазных границ и доменов, которые становятся препятствиями для движения дислокаций [47,116].

Количественно описать все многообразие возможных механизмов твердорастворного упрочнения затруднительно: помимо непосредственного влияния растворенных атомов на процессы упрочнения в реальных сплавах наблюдаются косвенные эффекты упрочняющего действия при образовании твердых растворов (образование дисперсных фаз в результате распада пересыщенных растворов, барьерное действие растворенных атомов на процессы роста зерна, процессы деформационного старения и т.д.).

В общем виде степень твердорастворного упрочнения может быть описана с помощью механизма Мотта - Набарро, описывающего локальные внутренние напряжения в кристаллической решетке как эффект размерного различия атома и растворителя.

Этот эффект может быть количественно оценен с помощью введения параметра размерного несоответствия атомов растворенного компонента и матрицы:

$$\delta_l \frac{2(a_m - a_L)}{a_m + a_L} \quad (10)$$

где a_m - период решетки матричного металла, a_L - период решетки растворенного элемента.

Зависимость прироста напряжения течения τ_0 от атомной концентрации растворенного элемента C_L может быть выражена как [46]:

$$\Delta\tau_{tp} = 2,5G\delta_l^{4/3}c \quad (11)$$

Теория Флейшера позволяет также учесть различие модулей сдвига растворенных элементов и матрицы и определяет напряжение течения как [46]:

$$\Delta\tau_{tp} = \frac{G\delta^{3/2}C_L^{1/2}}{760} \quad (12)$$

где G - модуль сдвига материала матрицы.

Таким образом, в общем виде зависимость предела текучести от концентрации растворенных атомов внедрения или замещения может быть выражена зависимостью $\Delta\sigma_c \approx C_L^{1/2}$

1.1.6. Дисперсионное упрочнение

Поверхность раздела фаз может стать эффективным препятствием для движения дислокаций. При переходе через границу раздела фаз изменяется

структурой и ориентировкой решетки. В сплавах вторая фаза обычно распределена внутри матрицы в виде дисперсных включений. Механизм дисперсионного упрочнения в сплавах связан с взаимодействием скользящих дислокаций с массивом дисперсных включений, и зависит от многих факторов: числа и размера частиц, расстояния между ними, характера их распределения по объему матрицы и когерентности решеток частиц и матрицы.

Дислокации, движущиеся в плоскости скольжения, могут либо перерезать частицы (рис.1), либо обойти их вследствие поперечного скольжения пройти между ними, прогибаясь (рис.2).

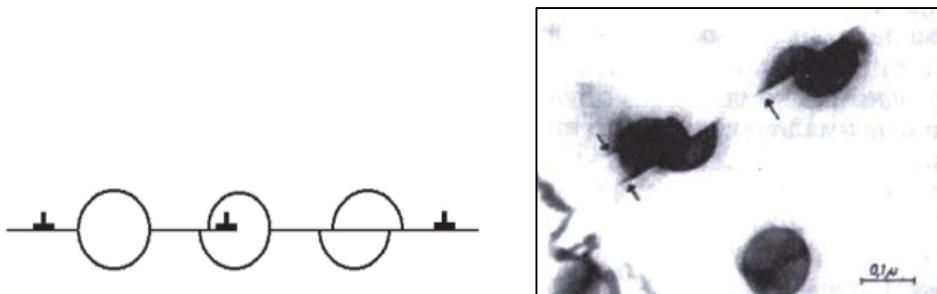


Рисунок 1 – Прохождение дислокации сквозь дисперсные частицы [1]:
схематическое изображение (а) перерезание (б)

Помимо прямых причин дисперсионного упрочнения в виде дисперсных частиц, существуют также и косвенные причины, связанные с влиянием дисперсных частиц на структурные параметры матрицы: размер зерна, характер дислокационной субструктурь, термическая устойчивость.

При перерезании частиц дислокации в зависимости от степени несоответствия решетки матрицы и выделения механизмы упрочнения могут меняться: так в случае когерентно связанных с матрицей частиц или в случае, когда частица еще не выделена (предвыделения типа зон ГП) оценка упрочненного состояния осуществляется по механизму Мотта и Набарро.

В этом случае дисперсионное упрочнение когерентными частицами количественно можно описать с помощью формулы [48]:

$$\Delta\tau_{M-H} = 2G\varepsilon C \quad (13)$$

В более развернутом варианте напряжение сдвига, достаточное для перерезания частицы дислокацией, рассчитывается как [49]:

$$\Delta\tau_{tp} = 2G\varepsilon^{3/2}(rC/b_M)^{1/2} \quad (14)$$

где G – модуль сдвига матрицы;

C – концентрация или объемная доля частиц;

r – радиус частицы;

b_M – вектор бюргерса матрицы;

ε – параметр вынужденной деформации: $\varepsilon = \frac{3K\delta}{3K+2E(1+\nu)}$

где K – объемный модуль упругости выделения;

E – модуль упругости выделения, ν – коэффициент Пуссона матрицы.

По мере потери когерентности размер участков межфазной поверхности с идеальными сопряжением решеток постепенно уменьшается при одновременном увеличении упругих искажений, так для оценки критического размера частиц, при котором перерезание сменяется огибанием, необходим учет расстояния между частицами. Если частицы второй фазы расположены достаточно далеко друг от друга, а сами частицы некогерентны к матрице, то взаимодействие дислокаций с препятствиями происходит по механизму огибания или механизму Орована [44]. Согласно модели Орована, дислокации при движениидерживаются на частицах до тех пор, пока прилагаемое напряжение не станет достаточным для того, чтобы линия дислокации изогнулась и прошла между частицами, оставив вокруг них дислокационную петлю (рис. 2).

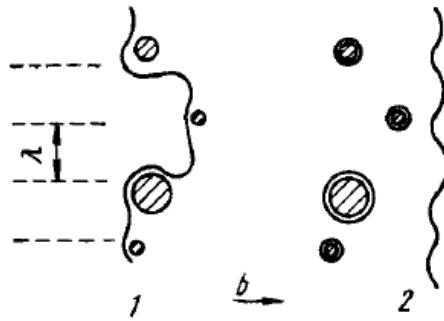


Рисунок 2 – Схема огибания частиц дислокацией по механизму Орована.

В общем виде уравнение Орована для расчета напряжения течения за счет наличия в матрице неперерезаемых частиц выглядит следующим образом [49]:

$$\tau = Gb/l \quad (15)$$

где G - модуль сдвига матрицы;

b – вектор Бюргерса дислокации;

l - расстояние между выделениями.

Этот вид уравнения справедлив в случае равномерного распределения препятствий в матрице. В случае реальных материалов, когда частицы упрочненной фазы расположены неравномерно, в уравнение 1.5 вводится статический коэффициент 0,85. Кроме того, если средний размер частиц D соизмерим с λ , то вводят соответствующую поправку – вместо λ подставляют эффективную величину $(\lambda - D)$ т.е. расстояние между краями частиц, а не между их центрами. С учетом этих уточнений уравнение Орована может быть представлено в следующем виде [44]:

$$\Delta\tau_{\text{д.ч.}} = 0,85 \frac{G_b}{2\pi(\lambda-D)} \Phi \ln\left(\frac{\lambda-D}{2b}\right) \quad (16)$$

где Φ – коэффициент, характеризующий тип взаимодействующих с частицами дислокаций (для краевой дислокации $\Phi = 1$ и винтовой дислокации $\Phi = (1 - v)^{-1}$

Корректировка с учетом произвольного расположения дисперсных частиц предполагает введение в уравнение 1,5 дополнительного коэффициента 0,85 (корректировка Эшби).

В случае когерентного выделения (зоны ГП) поверхностная энергия на плоскости его «среза» составляет величину порядка 10^2 мДж/м², при перерезании некогерентного выделения – порядка 10^3 мДж/м². Чем жёстче выделение (чем больше модуль сдвига выделения) тем труднее дислокации его перерезать.

1.2. Механические свойства высокопрочных алюминиевых сплавов

К наиболее значимым конструкционным свойствам авиационных алюминиевых сплавов относят высокую прочность, коррозионную стойкость, высокую циклическую прочность и малую скорость развития трещин.

В современном производстве высокопрочных алюминиевых сплавов нашли применение технологии упрочнения, в основе которых легли механизмы и комбинации механизмов, описанные выше. В результате их применения к промышленным алюминиевым сплавам были получены следующие наиболее значимые результаты (Таблица 1):

Таблица 1 – Механические характеристики алюминиевых сплавов

№	Система	Обозначение марки сплава	Химический состав сплава	Технология обработки, состояние***	Вид полуфабриката, толщина, мм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	K_{Ic} , Мп $\sqrt{м}$	Источник
Термически НЕ упрочняемые алюминиевые сплавы										
1	Al-Mg	AMg6	Fe (<0.4), Si(<0.4), Mn (0.02-0.1), Cu(<0.1), Mg(5.8-6.8), Zn(<0.2)	M	5-6	145	305	15	-	[50,53]
2				без ТО (исх)	5-10	155	315	15	-	
3				M	25,4	165,5	347	23,5	48	[51,52]
4	Al-Mg + (легир добавки Zr+Sc)	1570	Fe (<0.3), Si(<0.2), Mn (0.2-0.6), Cu(<0.1), Mg(5.3-6.3), Zn(<0.1), Ti(0.01-0.05)	H	0,8-2,3	410	460	4	-	[51]
5	Al-Mn	Амц	Fe (<0.7), Si(<0.6), Mn (1-1.5), Cu(<0.2), Mg(<0.2), Zn(<0.1), Ti(<0.1)	M	3-6	170	-	16	-	
Среднепрочные термически-упрочняемые свариваемые сплавы										
6	Al-Zn-Mg (+ легир добавки Mn, Cr, Zr, Ti)	1915 (низколегированый)	Fe (<0.4), Si(<0.35), Mn (0.2), Cu(<0.1), Mg(1.0), Zn(3.4), Ti(<0.1), Cr(0.06), Zr(0.08)	T	10	195	315	10	-	[51]
7		1915 (высоколегированный)	Fe (<0.4), Si(<0.35), Mn (0.7), Cu(<0.1), Mg(1.8), Zn(4.0), Ti(<0.1), Cr(0.2), Zr(0.2)	T	полоса 60x110	310	440	14	-	

№	Система	Обозначение марки сплава	Химический состав сплава	Технология обработки, состояние***	Вид полуфабриката, толщина, мм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	K_{Ic} , Мп $\sqrt{м}$	Источник
8		01970 (высоколегированный)	(Zn+Mg)=8	T1	2,0	490	520	11	-	
Свариваемые сплавы										
9	Al-Cu-Mn	Д20	Fe (<0.3), Si(<0.3), Mn (0.4-0.8), Cu(6.0-7.0), Mg(0.05), Zn(0.1), Ti(0.1-0.2), Zr(0.2)	T1	0,5-10,5	275	375			[53]
10		Д20		T1	полоса 148x168	295	434	19,5	38,57	
11		1205				261	400	22,2	53,43	
12		1205	Fe (<0.3), Si(<0.3), Mn (0.3-0.8), Cu(5.8-6.8), Mg(0.2), Zn(0.1), Ti(0.02-0.1), Zr(0.08-0.15)	T1	лист	370-390	450-480	7	-	[51]
13		1205		T1	лист	280	360	15	-	
Среднепрочные конструкционные жаропрочные коррозионностойкие и ковочные сплавы										
14	Al-Cu-Mg	Д16 с 0,71 % Mn		TO	полоса 12x75	366	545	13,8	38,3	[53]
15		Д16	Fe (<0.5), Si(<0.5), Mn (0.3-0.9), Cu(3.8-4.9), Mg(1.2-1.8), Zn(0.25), Ti(0.15), Cr(0.2)	TO	полоса 12x75	348	497	17,5	42,7	
16		2024 (аналог Д16)		T3	полоса 65x200	343-406	463-526	17,8-17,5	42,9-54,6	[51,53]
17				T	плита	336	507	17,5	49,8 - 51,8	

№	Система	Обозначение марки сплава	Химический состав сплава	Технология обработки, состояние***	Вид полуфабриката, толщина, мм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	K_{Ic} , Мп $\sqrt{м}$ *	Источник
27	Al- Zn-Cu-Mg	B95пч	Fe (0.05-0.25), Si(0.1), Mn (0.2-0.6), Cu(1.4-2.0), Mg(1.8-2.8), Zn(5.0-6.5), Ti(0.05), Cr(0.1-0.25)	T2	6,0-10,5	390-470	470-540	7	26,6/2 8,6	[51,53]
28		B95пч		T3	11-50	400-480	470-540	7	37,4	
29		B95пч		T2	11-50	410-500	490-580	7	34,6	
30		B95	Fe (0.5), Si(0.5), Mn (0.2-0.6), Cu(1.4-2.0), Mg(1.8-2.8), Zn(5.0-7.0), Ti(0.05), Cr(0.1-0.25)	T1	26-40	410	490	3		
31		B95		T1	12 x 75 (нерекристаллизованное)	581	-	-	30	
32		B95		T1	12 x 75 (частично рекристаллизованное)	491	-	-	34,1	
33		B95		T1	Плита (рекристаллизованное)	455	-	-	35,4-47,4	
34		B96Ц3	Fe (0.2), Si(0.1), Cu(1.4-2.0), Mn(0.05), Mg(1.7-2.3), Zn(7.6-8.6), Ti(0.05), Zr(0.1-0.2)	T3	штамповки	402-490	451-539	2	20,4	[55]

№	Система	Обозначение марки сплава	Химический состав сплава	Технология обработки, состояние***	Вид полуфабриката, толщина, мм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	K_{Ic} , Мп $\sqrt{м}$	Источник
35	[53]	B96Ц3 пч	Fe (0.15), Si(0.1), Cu(1.4-1.95), Mn(0.05), Mg(1.7-2.3), Cr(0.01-0.05), Zn(7.6-8.6), Ti(0.01-0.06), Zr(0.1-0.16)	T12 (T77 типа) трехступенчатое старение	катаные и пресованые полуфабрикаты	590-620	615-645	-	24-26	[53]
36		B95	Fe (0.5), Si(0.5), Mn (0.2-0.6), Cu(1.4-2.0), Mg(1.8-2.8), Zn(5.0-7.0), Ti(0.05), Cr(0.1-0.25)	T	катаные и пресованые полуфабрикаты	515	586	8,4	30	
37		B95пч	Fe (0.05-0.25), Si(0.1), Mn (0.2-0.6), Cu(1.4-2.0), Mg(1.8-2.8), Zn(5.0-6.5), Ti(0.05), Cr(0.1-0.25)	T		510	580	12	42,7	
38		7001	Fe (0.4), Si(0.35), Mn (0.2), Cu(1.6-2.6), Mg(2.6-3.4), Zn(6.4-8.0)	T75	25	500	566	9,5	27	
39		7075	Fe (0.5), Si(0.4), Mn (0.3), Cu(1.2-2.0), Mg(2.1-2.9), Zn(5.1-6.1), Ti(0.2), Cr(0.18-0.28)	T6	65x30	590	687	11	25,5	[58,70]

№	Система	Обозначение марки сплава	Химический состав сплава	Технология обработки, состояние***	Вид полуфабриката, толщина, мм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	K_{Ic} , Мп $\sqrt{м}$	Источник
40	Алюминиевые сплавы	SS70	Fe (0.05), Si(0.02), Cu(1.16), Mg(2.6), Zn(11.5), Zr(0.26), Cr(<0.1)	T6	65x30	755	803	5	19,6	
41		7075 + покрытие из Никеля (20 мкм)	Fe (0.19), Si(0.09), Cu(1.9), Mg(2.8), Zn(5.9), Zr(0.26), Cr(0.2), Mn(0.03), Ti(0.02)	T6	32x30	-	603	-	37	[64]
42		7075	Fe (0.4), Si(0.5), Cu(1.6), Mg(2.5), Zn(5.6), Cr(0.2), Mn(0.3)	криопрокатка 40%	25x10	430	530	10	24/15* *	[57]
43		7075	Fe (0.4), Si(0.5), Cu(1.6), Mg(2.5), Zn(5.6), Cr(0.2), Mn(0.3)	криопрокатка 70%		540	550	5	29/19* *	
44		7150	Fe (0.06), Si(0.06), Cu(2.17), Mg(2.61), Zn(6.9), Zr(0.12), Ti(0.04)	T6E189	25,4	587	629	-	31	[62]
45		7475	Fe (0.4), Si(0.3), Cu(1.6), Mg(2.2), Zn(5.7)	T1	прессованные полосы	496	552	12	-	[61]
46		B96	Fe (0.4), Si(0.3), Cu(2.0-2.6), Mg(2.3-3.0), Zn(8.0-9.0), Ti(0.05)	T	2	600	628	10	28,4	[53]

№	Система	Обозначение марки сплава	Химический состав сплава	Технология обработки, состояние***	Вид полуфабриката, толщина, мм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	K_{Ic} , Мпа* $\sqrt{м}$	Источник
47	Al-Zn-Cu-Mg	B96Ц (0,2% Zr)	Fe (0.35-0,65), Si(0,1-0.3), Cu(0.8-1.4), Mg(3.2-4.0), Zn(6.6-7.4), Ti(<0.07), Mo (<0.07), Ni(0.35-0.65), Zr(0.2)	T		500	560	5	23,7	[53,69]
48		1933	Fe (0.05-0.15), Si(<0.1), Cu(0.8-1.2), Mg(1.6-2.2), Zn(6.3-7.2), Ti(<0.06), Zr(0.1-0.15)	T3/T3	Поковки, штамповки	460	520	-	44	[56]
Среднепрочные ковочные сплавы										
49	Al-Li	1420	Fe (<0.2), Si(<0.15), Cu(<0.55), Mg(4.5-6.0), Li(0.8-1.3), Zr(<0.11)	T+нагартовка	1,2-6,0	270	430	11	-	[53]
50	Al-Cu-Li	ВАД23	Fe (<0.3), Si(<0.3), Cu(4.8-5.8), Mn(0.4-0.8), Mg(0.05), Li(0.9-1.4)	T1	10	450	525	13,4	28,4	
51		1450	Fe (<0.4), Si(<0.25), Cu(0.05), Mn(0.05), Mg(0.05), Ti(0.1-0.2), Zn(0.07)	T1	40-55	450	510	6	60,5	[51]

№	Система	Обозначение марки сплава	Химический состав сплава	Технология обработки, состояние***	Вид полуфабриката, толщина, мм	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	$\delta, \%$	K_{Ic} , Мпа* $\sqrt{м}$	Источник
52	Al-Cu-Li-Mg	8090	Li(2.5), Cu(1.3), Mg(1.0), Zr(0.12)	TU51	25,4x102	249	424	4,9	37,5	[62]
53		1469	Cu(4.3), Li(1.4), Ag(0.5), Sc(0.2)	T1	прессованные полосы	530-570	580-630	32-35	-	[63]
Композитные материалы СИАЛ										
54	Al-Cu-Li-Mg	СИАЛ -3-1 (на базе сплава 1441)	Cu(1.7), Mn(0.05), Mg(0.8), Ti(0.05), Zr(0.11), Ni(0.06), Be(0.04), Li(1.8)	-	слоистые композиц материалы	280	600	-	80	[59,65]
55	Al-Cu-Mg	СИАЛ -3 (на базе сплава 1163)	Cu(4.1-4.5), Mn(0.5-0.8), Mg(1.3-1.6), Ti(<0.07), Zn(0.1), Ni(<0.05)	-	слоистые композиц материалы	250	600	-	66	
Аморфные сплавы										
56	Al-Fe-P3M (редкоземельные металлы)	Al88Ni9Ce2Fe1	Ni(9.0), Ce(2.0), Fe(1.0)	скорость охл 10^6°C/c	аморфный сплав + дисперсные частицы	-	1560	угол	-	[60]

* – Величина удельной работы зарождения и распространения трещины $\sum A_{3+p}$

** – Величина ΔK , Мпа* $\sqrt{м}$

*** – Состояния (обработки) полуфабрикатов из деформируемых алюминиевых сплавов [56]

Таблица 2 - Описание обозначения состояния материала

Маркировка		Состояние, назначение
Россия	США	
Без ТО	F	После изготовления, без дополнительной термической обработки. Степень нагартовки и механические свойства не контролируются
ГК	-	Горячекатанное
ГП	-	Горячепрессованное
M	O	Отожженное (мягкое). Наиболее высокая пластичность и стабильность размеров
H	-	Нагартованное (холоднодеформированное)
H4	H18	Усиленно нагартованное (прокаткой листов около 20 %, для максимального упрочнения)
H3	H16	Нагартованное на три четверти (3/4), повышение прочности
H2 (П)	H14	Полунагартованное (1/2), повышение прочности
H1	H12	Нагартованное на одну четверть (1/4), повышение прочности
3	W	Закаленное (неустойчивое, обычно указывается длительность естественного старения после закалки), повышение прочности
T	T3, T4	Закаленное + естественно состаренное. Получение достаточно высокой прочности, повышенной пластичности, трещиностойкости, сопротивления усталости
T1	T6	Закаленное + искусственно состаренное на максимальную прочность
T12	T77	Закаленное + искусственно состаренное. Улучшение характеристик сопротивления коррозии, трещиностойкости, пластичности при некотором снижении прочности. В русской маркировке возрастание первой цифры при букве указывает на увеличение степени перестаривания и разупрочнения
T2	T76	
T3	T73	
TH**	T31, T36, T37, T39	Закаленное + естественно состаренное + нагартованное. На степень деформации нагартовки указывает вторая цифра. Повышение прочности при снижении характеристик пластичности, трещиностойкости
T1H	T81, T83, T86, T87	Закаленное + нагартованное + искусственно состаренное. На степень деформации (нагартовки) указывает вторая цифра. Повышение прочности
T1H1	T9	Закаленное + искусственно состаренное + нагартованное. Повышение прочности особенно при совмещении с процессом формообразования детали
КП-Т		Криопрокатка+естественно состаренное
КП-Т1		Криопрокатка+искусственно состаренное
ТГ1		Плакированные

Высокопрочные алюминиевые сплавы относятся, прежде всего, к системе Al-Zn-Mg-Cu (сплавы В95, В95оч, В95пч, В96, В96Ц, В96ЦЗ и т.д.).

Совершенствование сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu развивалось путем повышения чистоты сплавов по примесям, оптимизации химического состава и развития комплексных многоступенчатых технологий обработки [71, 72, 73].

Прочность в термоупрочняющем состоянии алюминиевых сплавов в основном определяется содержанием цинка и магния [74], которые имеют самую высокую растворимость в алюминии по сравнению с другими легирующими элементами при повышенной температуре, и которая резко уменьшается с понижением температуры. Сильное влияние меди в составе промышленных сплавов (5-9% Zn) на эффект закалки за счет легирования твердого раствора практически отсутствует при старении.

Кроме того, все высокопрочные сплавы в различной степени легируются переходными металлами: марганец (0,05 – 0,5%), хром (0,01-0,28%), цирконий (0,1-0,26%), скандий (0,12 - 0,3%) и т.д., которые оказывают разностороннее влияние на структуру и механические характеристики материала. В работах Елагина [75], Захарова [76] и Добаткина [77] выявлено положительное влияние переходных металлов на прочностные свойства и трещиностойкость алюминиевых полуфабрикатов, в особенности прессованных (пресс-эффект)[78]. Повышение прочности в этом случае обусловлено формированием нерекристаллизованной структуры. Влияние добавок переходных металлов обусловлено тем, что они, образуют с алюминием пересыщенные твердые растворы, которые при последующих технологических нагревах (закалки, горячей деформации, старении) выделяются в сплаве в виде дисперсных интерметаллидов (Al_6Mg , CrAl_7), становясь эффективными препятствиями для движения дислокаций в процессе деформации.

Негативное влияние на механические свойства и трещиностойкость деформируемых алюминиевых сплавов оказывают примеси кремния и железа, которые в виде нерастворимых интерметаллидов образуют концентраторы

напряжений и становятся источниками зарождения микротрещин (механизм заторможенного сдвига) [79]. Для снижения эффекта охрупчивания от влияния кремния и железа были разработаны высокопрочные сплавы повышенной и особой чистоты B95пч и B95оч с ужесточением допуска на содержание этих примесей: Fe <0.25 для B95пч, Fe <0.15 для B95оч, Si<0.1.

Среди всех алюминиевых сплавов, известных в настоящее время, сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu обладают высокой прочностью и достаточным запасом пластичности и вязкостью разрушения (рис.3) [80], которые обеспечивают технологичность материала и «безопасную повреждаемость» готовых конструкций. Один из путей повышения вязкости разрушения сплавов этой системы - увеличение степени их чистоты по примесям (железу и кремнию). Также важно отметить, что увеличение объемной доли всех легирующих элементов в сплаве B95 приводит к снижению вязкости разрушения (таблица 1. п. 25-30).



Рисунок 3 – Соотношение прочности и вязкости разрушения алюминиевых сплавов (в системе международной маркировки сплав B95 соответствует сплаву 7075).

Упрочнение высокопрочных алюминиевых сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu осуществляется путем многостадийной термомеханической обработки включающей закалку для фиксации максимально пересыщенного твердого

раствора, деформацию и последующего искусственного старения в т.ч. и с разработкой смягчающих двух и трехступенчатых режимов коагуляционного старения, подробно исследованных в работах Фридляндра на базе ВИАМ [81, 82, 83].

Применение ступенчатого нагрева под закалку позволяет повышать температуру нагрева без пережога, приводит к наиболее полному растворению избыточных фаз в алюминиевой матрице и способствует увеличению количества вакансий в кристаллической решетке, которые усиливают диффузионные процессы при последующем старении. Значительно влияет на кинетику процесса старения и скорость закалки: чем быстрее она проходит – тем большее число вакансий участвует в миграции атомов легирующих элементов. В то же время, увеличение как температуры закалки, так и продолжительности нагрева способствуют росту зерна [84]. В этом случае которого вклад зернограничного механизма упрочнения будет незначительным.

Старение после закалки приводит к распаду пересыщенного твердого раствора и образованию дисперсных упрочняющих частиц (в действительности, распад пересыщенного твердого раствора может начаться еще при закалке, в результате возникновения закалочных напряжений), который начинается с образования атомных скоплений - зон Гинье – Престона (ЗГП). Устойчивость ЗГП определяет стабильность свойств сплава, на которую прежде всего, оказывают влияние: соотношение размеров атомов матрицы и легирующих компонентов (чем ближе размеры атомов, тем более устойчивы свойства), степень искажения кристаллической решетки при образовании зон, соотношение коэффициентов диффузии компонентов сплава и т.д. Повышение температуры и длительности старения приводят к продолжению распада твердого раствора и образования метастабильных и стабильных фаз.

Алюминиевые сплавы обладают высокой энергией дефектов упаковки: в этом случае дислокации способны к множественному скольжению уже на начальных этапах деформации, что приводит к резкому росту плотности

дефектов и фрагментированию зерен путем образования субзеренной структуры, которые при последующем старении становятся центрами зарождения вторичных фаз, и облегчают скорость роста упрочняющих частиц, выделившихся из твердого раствора. Деформационная обработка после закалки дает возможность сократить продолжительность последующего старения и способствует равномерному распределению выделившихся при старении упрочняющих частиц. Наиболее эффективное измельчение зерен происходит при достижении больших пластических деформаций путем динамической рекристаллизацией зерен [85], описанных в работе Рыбина В.В.[2].

К одной из наиболее современных технологий упрочнения алюминиевых сплавов относится технология интенсивной пластической деформации (ИПД) в криогенных средах, развивающая Гиндиным [86, 87], при которой сопротивление деформации алюминиевых сплавов значительно выше, а значит, деформация проходит значительно более интенсивно. Такая технология обработки позволяет сформировать ультрамелкозернистую структуру сплава без применения мощного прокатного оборудования [137-139]. Однако, применение ИПД приводит к снижению пластических свойств и вязкости разрушения, что ограничивает потенциал применения технологии (в настоящее время этот способ обработки применяется для более пластичных среднепрочных сплавов системы Al-Cu-Mg [54]) и заставляет особое внимание уделять развитию повышения баланса между прочностными, пластическими свойствами и вязкостью разрушения.

1.3. Вязкость разрушения как важнейший критерий надежности и долговечности высокопрочных материалов

Проблема высокопрочных сплавов заключается в том, что зачастую их катастрофическое разрушение происходит при средних рабочих напряжениях ниже предела текучести [89].

Это обусловлено тем, что большинство высокопрочных конструкций работают при наличии развивающихся трещин, образование которых в материале обусловлено повышенным запасом его внутренней энергии и ее локализацией в окрестностях внутренних дефектов. Разрушение таких конструкций зависит от того, какую нагрузку может выдержать материал, содержащий в себе трещину. Показателем нагрузки, выдерживаемой материалом при наличии трещины является вязкость разрушения, которая характеризует сопротивление распространению трещины (трещиностойкость материала). В связи с этим исследования по разработке новых технологий формирования в материалах высокопрочного состояния должны включать обязательную оценку их трещиностойкости.

До появления механики разрушения в 1957 г. (теория Ирвина [90]) вязкость материалов определяли по испытаниям на ударный изгиб при различных температурах. Этот метод [91] позволял определить температурный порог, при достижении которого наблюдался переход от вязкого к хрупкому разрушению материала и нагрузка, соответствующая этому порогу. Хотя этот метод позволяет выбрать материалы, которые ведут себя вязко при разрушении, по своей сути этот метод является технологической пробой, которая не позволяет использовать информацию в расчетах на прочность.

Доминирующее положение в оценке вязкости разрушения (трещиностойкости) занимают методы механики разрушения в концепциях линейного (упругого), упруго - пластического разрушения [92,93].

Основным критерием трещиностойкости в механике разрушения является коэффициент интенсивности напряжения K_i (КИН), где индекс « i » принимает значения I, II, III для обозначения разных мод разрушения: нормальный отрыв, продольный и поперечный сдвиги. Моды разрушения характеризуют взаимную ориентацию линии приложения нагрузки, плоскостей трещин и их фронтов (рис. 4)[92].

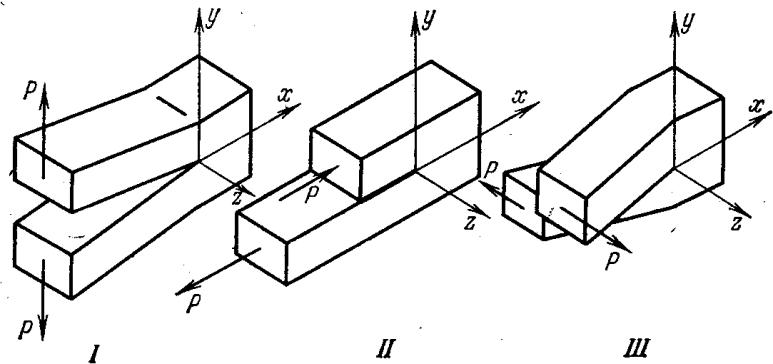


Рисунок 4 – Моды разрушения: I-нормальный отрыв (при $K_{II}=K_{III}=0$, $K_I \neq 0$); II – поперечный сдвиг (при $K_I=K_{III}=0$, $K_{II} \neq 0$); III – продольных сдвиг (при $K_I=K_{II}=0$, $K_{III} \neq 0$).

- При нормальном отрыве трещина локально представляет собой разрыв нормального смещения v , симметричный относительно плоскостей xz и xy , остальные смещения (u и w) равны 0.
- При поперечном сдвиге толщина вблизи края представляет собой разрыв касательного смещения u , симметричный относительно плоскости xy и кососимметричный относительно плоскости xz ; смещения v и w равны 0.
- При продольном сдвиге трещина вблизи края представляет собой разрыв касательного смещения w ; смещения v и u на разрезе равны 0.

Коэффициент интенсивности напряжения позволяет выразить компоненты тензора напряжения вблизи края трещины. В общем виде эти уравнения можно записать так:

$$\sigma_{ij} = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta), \text{ где } K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \quad (17)$$

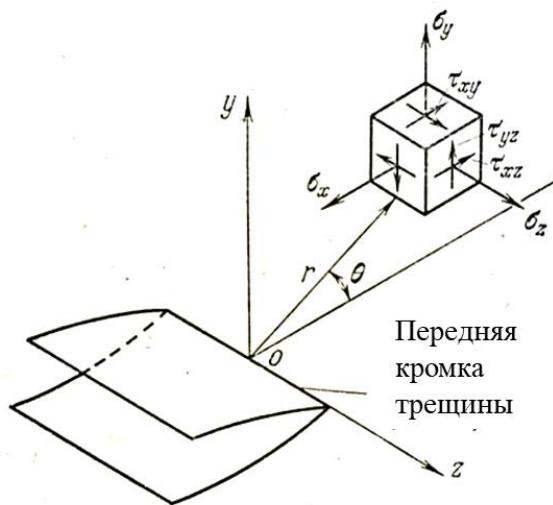
Данное выражение для коэффициента интенсивности напряжений справедливо лишь для бесконечной пластины. Для пластины конечных размеров эта формула принимает вид [94]:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi l} * f\left(\frac{l}{W}\right) \quad (18)$$

где W — ширина пластины. Для определения K_{1c} необходимо знать функцию $f(l/W)$. Безусловно, $f(l/W)$ для малых значений l/W стремится к единице.

Для определения моды разрушения материала, необходимо понимать в каких условиях происходит разрушение образца: в условиях плоской деформации (ПДС) или в условиях плоско - напряженного состояния (ПНС).

Наиболее жестким видом нагружения является разрушение в условиях ПДС по нормальному отрыву. Для оценки трещиностойкости таких материалов наиболее значимым критерием оценки будет КИН K_{1c} , для которого компоненты тензора напряженного состояния рассчитываются по формулам, указанным в рис. 5 [93].



$$\begin{aligned}\sigma_x &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi}r} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3}{2} \theta\right) \\ \sigma_y &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi}r} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3}{2} \theta\right) \\ \tau_{xy} &= \frac{K_I}{\sqrt{2\pi}r} \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3}{2} \theta \\ \sigma_z &= v (\sigma_x + \sigma_y), \quad \tau_{xz} = \tau_{yz} = 0, \\ u &= \frac{K_1}{\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cos \frac{\theta}{2} \left(1 - 2v + \sin^2 \frac{\theta}{2}\right), \\ v &= \frac{K_1}{\mu} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \sin \frac{\theta}{2} \left(2 - 2v - \cos^2 \frac{\theta}{2}\right) \\ \omega &= 0\end{aligned}$$

при $y=0, x>0, \sigma_x = \sigma_y = \frac{K_1}{\sqrt{2\pi}r}, \tau_{xy} = 0$; при $y=0, x<0, u = \frac{2-2v}{\mu} K_1 \sqrt{\frac{r}{2\pi}}, \tau_{xy} = 0$;

Размерность КИН = кг/мм^{3/2}

Рисунок 5 – Тензор напряженного состояния вблизи края трещины для I моды разрушения (нормальный отрыв)

В зависимости от геометрии образца, в частности от толщины реализуется тот или иной вид разрушения: все зависит от того, можно ли пренебречь деформацией в направлении толщины или нет [94]. Тонколистовые материалы разрушаются в условиях плоского напряженного состояния. Для того, чтобы создать при испытании образцов наиболее жесткие

условия разрушения и определить самый низкий порог трещиностойкости, необходимо сконструировать образец из тонколистового материала таким образом, чтобы толщина образца была достаточной для разрушения по условию плоской деформации.

1.4 Ограничение возможностей механики разрушения при оценке трещиностойкости конструкционных материалов

Реальные конструкции не допускаются к эксплуатации при наличии трещин с размерами, которые приняты в образцах, предназначенных для определения критических значений коэффициентов интенсивности напряжений. Известно, что стадии зарождения микротрещин и их развитие до размеров, при которых становятся справедливым подходы механики разрушения, занимают по продолжительности от 60 до 95% всего времени жизни конструкции. Однако в механике разрушения эта стадия вообще не рассматривается. Механика находит предельные условия равновесия тела с трещиной. Она не дает ответа на вопросы о том, как возникают трещины, и как они растут до размеров, которые можно оценивать с помощью методов механики.

Особенности микрорельефа поверхности разрушения, пилообразный характер траекторий трещин не находят разумных объяснений в механике сплошного деформируемого тела. Линейная и упруго - пластическая механика материалов рассматривает материал как однородную бесструктурную среду с изотропными свойствами, в которой игнорируются кристаллографические особенности развития деформации и роль дефектов кристаллической решетки в процессе деформации [7]. В процессе деформирования в материале происходит постоянная эволюция дефектной структуры, возникают новые элементы структуры, которых ранее в материале не наблюдалось: микротрещины в пределах пластических зон магистральных трещин, которые значительно изменяют значения коэффициентов интенсивности напряжений [95].

Фрактографический анализ изломов в условиях экспериментов «in-situ» указывает на то, что процесс разрушения в металлических материалах происходит в условиях комбинации трех мод разрушения [7], которые рассматриваются в механике разрушения отдельно.

1.5 Постановка задач исследования

Анализ исследуемой литературы показал, что несмотря на большой объем исследований, посвященный развитию технологий упрочнения высокопрочных алюминиевых сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu, крайне актуальным остается вопрос повышения вязкости разрушения сплавов с сохранением существующего уровня прочностных свойств.

При этом, при оценке трещиностойкости методами ЛМР отсутствует возможность учесть влияние реальной структуры материала на характеристики разрушения в расчетах на прочность.

Достижение высокопрочного состояния сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu связывают с формированием структурного состояния материала, для которого характерно: 1. мелкая фрагментация структуры и ее однородное распределение; 2. наличие и равномерное распределение дисперсных упрочняющих частиц в матрице основного материала.

Разработка технологии обработки высокопрочного сплава В95 была направлена на интенсификацию процессов деформационного упрочнения и последующего старения. Основная цель обработки заключалась в получении мелкофрагментированной структуры с высокой степенью дислокаций путем деформации при криогенных температурах и создания условий для выделения и равномерного распределения дисперсных упрочняющих фаз на дислокациях при последующем низкотемпературном старении.

Эффективность криомеханической обработки для повышения прочностных свойств алюминиевых сплавов подтверждена многими авторами [104-108]. Авторским коллективом ГВЭМ ИМЕТ РАН была разработана эффективная технология упрочнения с применением криомеханической

обработки для сплавов: Zr-1%N, BT-5, BT-14 и сталей 20 и 7ГСА [109] и методом *in situ* в колонне высоковольтного электронного микроскопа ЛЕМ-1000 изучено деформационное поведение упрочненных сплавов. В их варианте КМО представляло собой трехступенчатый процесс, включавший в себя закалку с температуры выше температуры растворения второй фазы продолжительностью 0,5 часа, деформации при температуре кипения жидкого азота на 0,3-0,4% и старения при температурах, исключающих возврат в течение 30-40 минут. В 2006 году были проведены эксперименты по КМО упрочнению стали 08 кп, при этом удалось поднять предел прочности с 420 МПА (для нормализованного состояния) до 1362 МПА (для упрочненного состояния) [110].

В связи с изложенным, представлялось целесообразным опробовать упрочнение сплава В95 с помощью КМО, оценив при этом влияние структуры на трещиностойкость, используя фотометрический анализ структурных изображений ФАСИ.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ, МЕТОДЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследования

В качестве материала исследования использовался промышленный горячекатаный лист из высокопрочного конструкционного сплава системы Al-Zn-Cu-Mg (B95) с толщиной 6 мм производства ЗАО «СМЗ». Элементный состав сплава соответствует ГОСТ 4784-97 и представлен в таблице 3.

Таблица 3 – Химический состав сплава B95 согласно ГОСТ 4784 - 97

Fe	Si	Mn	Ni	Cr	Ti	Al	Cu	Mg	Zn	Примесей
0.3	0.3	0.4	0.07	0.18	0.03	88.3	1.8	2.3	6.2	всего 0.1

2.2. Технология упрочнения сплава B95

Проведенные ранее исследования явились основанием для разработки упрочняющей криомеханической обработки в отношении исследуемого сплава B95, которая включала следующие режимы обработки:

Криомеханическая упрочняющая обработка включала в себя следующие этапы:

1. Закалка - 450°C, 30 мин, охлаждение в воде проводилась в вакууме с использованием вакуумированных кварцевых ампул.

2. Низкотемпературная деформация (НТД) – сжатие на 0,3% ($P=7$ тонн) и 0,41% ($P=9,5$ тонн), в среде жидкого азота - 196°C. Сжатие производилось на специально изготовленной оснастке с пуансоном $\varnothing = 12$ мм на гидравлическом прессе Knuth.

3. Низкотемпературное старение при 450°C, время выдержки 30 мин.

4. Нанесением PVD покрытий из титана и меди толщиной 15 - 20 мкм на образцы B95 (для получения в составе покрытия соединения TiAl3) на вакуумном универсальном посту ВУП – 5). Параметры нанесения: $I=30A$,

время выдержки - 30 мин (для меди), I=60A, время выдержки - 20 мин (для титана).

Таблица 4 – Описание параметров обработки сплава В95

№	Вариант обработки	Последовательность операций	Параметры обработки			
			D, мм	Δh, мкм	T _з / t, °C/мин	T _с / t, °C/мин
1	Исходное	Горячая прокатка + Ст I + Ст II	-	-	460/600	I-123/1450 II-165/1080
2	Закаленное	Закалка	-	-	450/30	
3	KMO + Ст	Закалка + низко-НТД + Ст	-	-	-	45/30
4	KMO + Cu-покрытие	Закалка + низко-НТД + Ст + Cu-покрытие	12	0,18	450/30	45/30
5	KMO + Ti-покрытие	Закалка + низко-НТД + Ст + Ti-покрытие	12	0,18	450/30	45/30

В таблице 4 используются обозначения: Ст - старение, D - диаметр упрочняемой зоны, Δh - осадка в зоне упрочнения, T_з - температура закалки, T_с - температура старения, t - время операции, НТД - низкотемпературная деформация при -196°C. В отсутствие мощного прессового оборудования зону упрочнения пришлось ограничить диаметром 11 мм. Термообработка образцов (закалка + старение) проводилась в вакууме (вакуумированные кварцевые ампулы). Покрытия из титана и меди были нанесены только с одной рабочей поверхности образцов распылением материалов покрытия в вакуумном универсальном посту (ВУП). Электроискровой надрез наносился на обработанные образцы после завершения полного цикла упрочнения.

Часть образцов сплава В95 была подвержена отжигу для снятия упрочняющего эффекта, полученного после производственной технологии обработки. Отжиг проводился при 450°C в течение 40 мин, образцы закладывались в нагретую печь.

После каждого этапа обработки образцы испытывались на комплекс механических свойств и трещиностойкость. Все испытания проходили при комнатной температуре.

2.3 Исследования структуры и фазового состава сплава В95

Исследования структуры и фазового состава образцов в исходном состоянии, после закалки и после криомеханической обработки проводили на электронном микроскопе JEOL JCM-6000 при ускоряющих напряжениях 15 кВ, рабочее увеличение в колонне микроскопа составляло 100 – 1000 крат, и на электронном микроскопе Tescan Mira LMU с ЭДС анализатором Oxford instr. X-MAX50 при ускоряющих напряжениях 10-20 кВ, рабочее увеличение в колонне микроскопа составляло 100 – 10000 крат.

Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе AxioImager CarlZeiss, рабочее разрешение микроскопа составляло 50 - 1000 крат.

Для изучения состояния твердого раствора на основе алюминия использовали методы рентгеноструктурного анализа (прибор ДРОН-7).

После каждого этапа обработки образцы испытывались на комплекс механических свойств и трещиностойкость. Все испытания проходили при комнатной температуре.

2.4 Методы исследования механических свойств сплава В95

Механические свойства сплава определяли в условиях сжатия по ГОСТ 25.503-97 [111] на миниатюрных образцах (рис. 6а) с размерами $5 \times 5 \times 6$ мм³ на механической машине «Инстрон-3382».

После определения условного напряжения σ_U и деформации ε_U при сжатии, эти величины были переведены в истинные σ_i и ε_i . Эта необходимость была обусловлена невозможностью определить предел прочности материала, а также ограничениями, связанными с применением упрочняющей технологии КМО.

Исходя из условия сохранения объема деформируемого материала в процессе испытания, соблюдается равенство:

$$F_0 l_0 = F_t l_t \quad (19)$$

где F_0 – площадь сечения образца в начальный момент времени;

l_0 – длина образца в начальный момент времени;

F_t – площадь сечения образца в момент времени t ;

l_t – длина образца в момент времени t ;

$$F_t = \frac{F_0 l_0}{l_t} = F_0 \frac{l_0}{l_0 - \Delta l} = F_0 \frac{1}{1 - \varepsilon_{сж}} \quad (20)$$

где $\varepsilon_{сж}$ – деформация сжатия

Согласно классической теории упругости напряжение можно выразить как нагрузку, отнесенную на площадь [112]:

$$\sigma_i = \frac{P}{F_0 \left(\frac{1}{1 - \varepsilon_{сж}} \right)} = \frac{P (1 - \varepsilon_{сж})}{F_0} \quad (21)$$

где σ_i – напряжение;

P – прилагаемая нагрузка;

$\varepsilon_{сж}$ – осевая деформация сжатия;

Из уравнения 19 приравняем $\frac{F_t}{F_0} = \frac{l_0}{l_t}; \frac{a_t^2}{a_0^2} = \frac{1}{(1 - \varepsilon_{сж})}$

$a_t = \frac{a_0}{\sqrt{1 - \varepsilon_{сж}}}$, выражая a_t через $\frac{a_0 + \Delta a}{a_0} = \frac{1}{\sqrt{1 - \varepsilon_{сж}}}$ получим формулу для расчета

условной деформации растяжения:

$$\varepsilon_p = \frac{1}{\sqrt{1 - \varepsilon_{сж}}} - 1 \quad (22)$$

Согласно работе [113] истинная деформация рассчитывается по формуле:

$$\varepsilon_i = \ln (1 + \varepsilon_p) \quad (23)$$

Тогда выражаем истинную деформацию растяжение через условную деформацию сжатия:

$$\varepsilon_i = \ln \left(\frac{1}{\sqrt{1-\varepsilon_{cж}}} \right) \quad (24)$$

Поскольку стандартные механические свойства авиационных материалов приводятся в условия растяжения [114], возникла необходимость сравнить данные о материале, которые мы использовали со справочными данными для этого материала. Для этого были проведены испытания на стандартные механические свойства в условиях растяжения на плоских образцах лопаточного типа (рис. 6б) с размерами: $L_1 = 120$ мм, $L_2 = 70$ мм, $B=20$ мм, $b=6$ мм, $R=5$ мм.

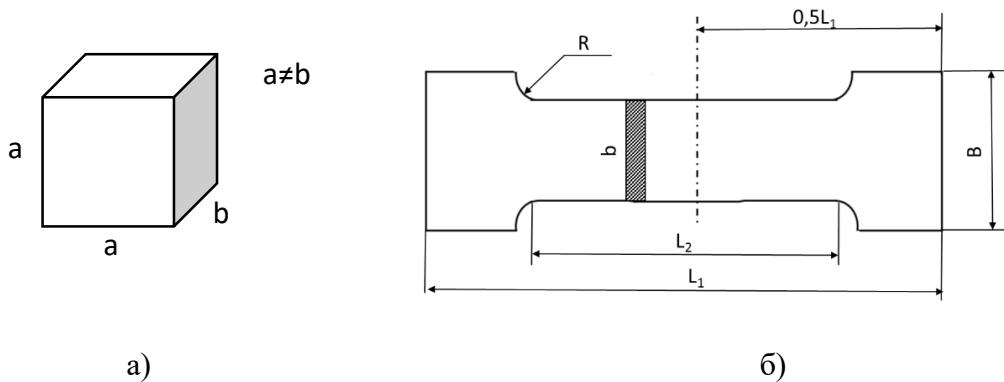


Рисунок 6 – Образец для испытаний на сжатие (а) плоский образец для испытаний на растяжение (б)

2.5 Методы исследования трещиностойкости сплава В95

2.5.1 Метод механики разрушения

Определение вязкости разрушения исследуемого сплава производилось на образцах двух типов:

- Стандартный прямоугольный образец с краевой трещиной на внецентрное растяжение. Форма и геометрия образца представлены на рис. 6. Размеры, обозначенные соответствующими литерами, составили: $W = 52$ мм; $a = 34$ мм; $t = 5,9$ мм; $\delta = 0,32$ мм. Для создания концентратора напряжений в виде краевой трещины по вертикальной оси симметрии с помощью электроискровой (ЭИЛ) резки был нанесен надрез шириной 0,4 мм и длиной 4 мм.

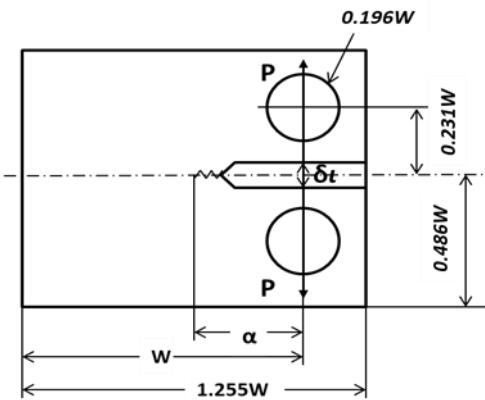


Рисунок 7 – Прямоугольный компактный образец с краевой трещиной на внецентренное растяжение.

Нагрузка образцов осуществлялась на испытательной машине типа «Инстрон-3382» со скоростью 1 мм/мин.

Расчет КИН производился по стандартной для указанной форме образца формуле методом конечных элементов [116]:

$$K_I = \frac{P}{Wt^{1/2}} \cdot f(\alpha) \quad (25)$$

где Р- приложенная нагрузка при страгивании трещины, t-толщина образца, W-расстояние от края образца для оси приложения нагрузки, $\alpha = a/W$, $f(\alpha)$ - функция, значения которой определяются по формуле:

$$f(\alpha) = (2 + \alpha)(0,886 + 4,64\alpha - 13,32\alpha^2 + 14,72\alpha^3 - 5,6\alpha^4)(1 - \alpha)^{-3/2}$$

Размеры образцов и вид надреза были рассчитаны исходя из основных требований линейной механики разрушения. Согласно этим требованиям размеры пластической зоны впереди трещины должны быть малы по сравнению с ее длиной, для того, чтобы коэффициент интенсивности напряжения описывал поле упругих напряжений и деформаций вблизи трещины [15]. Для определения размеров пластической зоны используется равенство:

$$\delta_{0,2} = \frac{K_{Ic}}{\sqrt{2\pi r}} \quad (26)$$

После нахождения r , проверяется выполнение равенства $r \leq 0,02a$

Выполнение условий плоской деформации проверялись по соотношению:

$$B \geq 2,5 \left(\frac{K_{1c}}{\sigma_t} \right)^2 \quad (27)$$

где B – толщина образца; K_{1c} – параметр вязкости разрушения; σ_t – предел текучести.

В современной практике после нанесения надреза электроискровым способом принято зарождать в вершине надреза микротрещину в условиях усталостного нагружения, цель которого – зарождение предельно острого концентратора в вершине надреза. Однако, зарождение трещины при усталостном нагружении происходит по дислокационным механизмам, и микротрещина возникает в плоскости скольжения дислокации с наибольшими касательными напряжениями, и такие трещины развиваются под углом к направлению надреза [117,118,2]. По этой причине, зарождение усталостной трещины не обеспечивает преимуществ перед развитием трещины от надреза и потому не является обязательным при определении K_{1c} .

Для оценки K_{1c} были выбраны самые жесткие условия разрушения: условия плоской деформации при нормальном отрыве (мода I). Попытки провести испытания на стандартных компактных образцах вида, удовлетворяющих требованиям механики разрушения завершились неудовлетворительным результатом по причине ограниченности технических возможностей оборудования – размеры захватов не совпадали с размерами образцов. Для исправления этого ограничения была разработана другая форма образов и способа нагружения.

2. Образцы новой геометрии были изготовлены в виде квадратов 20×20 мм и с толщиной 6 мм, по оси симметрии которых был нанесен ЭИЛ надрез шириной 0,4 мм. и длиной 4 мм. У начала надреза снимались фаски с катетом 0,2 мм. Образцы нагружались внедрением клина в надрез со скоростью 1 мм/мин на испытательной машине типа «Инстрон - 3382 по схеме, предложенным Гилманом на основании баланса схемы расщепления

криスタла и образования двух новых поверхностей И. В. Обреимова [118,119].

Схема нагружения образца представлена на рис. 8.

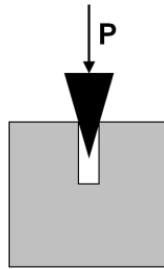


Рисунок 8 – Схема нагружения образца при внедрении клина

Не трудно показать, что схему нагружения Гилмана можно свести к схеме нагружения, которая характерна для образцов со схемой нагружения на внецентренное растяжение. При внедрении клина возникает такой же изгиб образца, как и при внецентренном растяжении.

Из приложенной схемы (рис. 9) видно, что изгиб вызывается горизонтальной компонентой сил BC.



Рисунок 9 – Малогабаритные образцы для испытаний на трещиностойкость: схема нагружения Гилмана (а) внешний вид изготовленного образца (б)

Через тригонометрические равенства рассчитаем BC:

$$AB = \frac{P}{2 \sin \frac{\alpha}{2}}; BC = AB \cos \frac{\alpha}{2}; \quad (28)$$

$$\text{отсюда } BC = \frac{P \cos \frac{\alpha}{2}}{2 \sin \frac{\alpha}{2}}, \text{ тогда } BC = \frac{P}{2} \operatorname{ctg} \frac{\alpha}{2} \quad (29)$$

Коэффициенты интенсивности напряжений вычисляли по методу механики разрушения и с помощью метода фотометрического анализа структурных изображений (ФАСИ) по формуле [120]:

$$K_I = \sigma_x \cdot \sqrt{2\pi r} \quad (30)$$

где σ_x – напряжение деформации; r – расстояние от фронта трещины до точки, в которой меряется напряжение.

2.5.2 Оценка достоверности значений K_{Ic} сплава В95 методом секущей

Для обоих типов образцов корректность измерения K_{Ic} проводилась по методу секущей [15] (рис. 10). Для этого на кривой деформирования строится секущая с коэффициентом наклона на 5% меньше наклона линейного участка диаграммы. Точка пересечения секущей и кривой дает значение нагрузки P_Q , соответствующей моменту перехода к развитию трещины через пластическую зону. При нагрузке P_Q находится смещение, соответствующее упругому нагружению (V) и приращению упруго-пластического смещения (V'). Аналогично при нагрузке, составляющей $0,8P_Q$ находится упругое смещение ($V_{0,8}$) и приращение упруго-пластического смещения (V'')

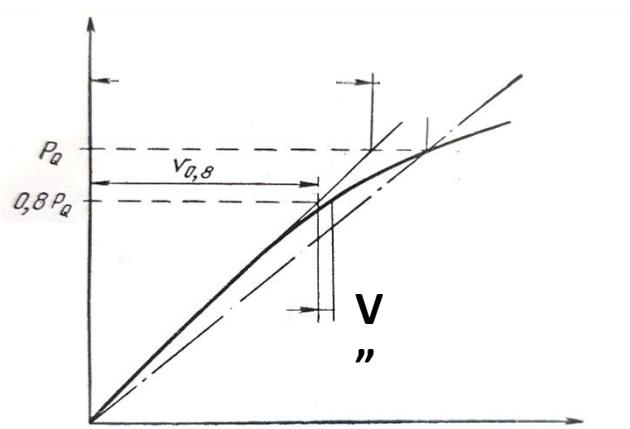


Рисунок 10 – Оценка достоверности значения K_{Ic} . При расчете K_Q $V'' \leq 0,25V'$

После измеряется разность между смещениями по диаграмме и по линии упругого нагружения при нагрузке P_Q , обозначаемая V' . Затем измеряется подобная величина V'' при нагрузке $0,8P_Q$. Если $V'' > 0,25 V'$, то полагают, что на отклонение от линейности оказали влияние либо развитая пластичность образца, либо инструментальные погрешности, и значения K_{Ic} недостоверны.

Для проверки результатов по определению трещиностойкости в условиях отрыва в АО «НПО «ЦНИИТМАШ» были проведены независимые испытания на идентичных образцах, испытанных и проанализированных по ГОСТ 25.506-85 [115]. Результаты проведенных испытаний полностью подтвердили полученные в настоящей работе результаты. Протокол испытаний АО «НПО «ЦНИИТМАШ» представлен в Приложении.

2.5.3 Определение трещиностойкости сплава В95 по данным ФАСИ

Второй способ оценки трещиностойкости высокопрочного сплава В95 производился с помощью метода фотометрического анализа структурных изображений, разработанный ГВЭМ ИМЕТ РАН в 2010г. [121]. Принципиальное отличие метода ФАСИ заключается в том, что этот метод дает возможность оценить характеристики трещиностойкости с учетом структурного состояния материала.

Физической предпосылкой для разработки данного программного комплекса для оценки механических свойств материалов стал известный факт изменения поверхностного рельефа материала, подвергнутого пластической деформации. Эти изменения вызываются дислокационными процессами, имеющими двойственную направленность. С одной стороны, эти процессы приводят к деформационному упрочнению материала, сопровождающегося увеличением плотности дислокаций на 4-5 порядков и образованием внутренних барьеров типа границ дислокационных ячеек [7, 36, 122]. С другой – они стимулируют разупрочнение материала в результате образования микронесплошностей типа поверхностных и объемных микротрещин [123, 124]. Оба процесса реализуются на микроуровне через генерацию и взаимодействие дислокаций, а их внешнее проявление можно обнаружить на поверхности деформируемых тел.

Развитие каждого из процессов вызывает изменения шероховатости поверхности материала с образованием поверхностного рельефа в результате

выхода дислокаций на поверхность. А изменение всего рельефа с течением времени напрямую связано со стадийностью процесса деформирования материала и несет в себе информацию о том, какой из дислокационных процессов доминирует на исследуемой стадии.

В основу метода ФАСИ положен сравнительный анализ по дифференциальной схеме видеоизображений и спектров яркости отражения от них видимого света, отснятых до начала нагружения и в заданные моменты времени в процессе нагружения с помощью фотометрического анализатора структурных изображений (ФАСИ). Для получения видеоизображений для анализа в процессе нагружения образцов синхронно с ним проводилась съемка рабочей поверхности образцов на видеокамеру Sony HDR-CX405 с последующим анализом видеокадров с заданной периодичностью (10с., 5с., 2с.). Съемка проводилась в условиях искусственного освещения на расстоянии 60 см от испытуемого образца, разрешение видеозаписи камеры составляло 1920 x 1080/50р.

То есть определение вязкости разрушения проводилось в условиях эксперимента *in-situ*, когда регистрировалось структурное изображение и данные кривой деформирования.

Аналоговые оптические методы оценки механических свойств с применением регистрации отражения света от поверхности материала, такие как [125] и метод спекл–интерферометрии [126,127] способны экспериментально определить поле деформаций в окрестности трещины за счет исследования линейных и угловых перемещений. По этим данным с помощью метода конечных элементов определяется поле напряжений и значения КИН. Предложенные методы позволяют получить высокую точность данных для численного анализа напряженно деформированного состояния, однако, влияние реальной структуры материала на характеристики прочности и трещиностойкости остается за пределами исследований. ФАСИ принимает в расчет неоднородность исходного структурного состояния и его эволюцию

при нагружении, способен оценить изменение энергии в результате деформирования, и по этим данным получить характеристики КИН.

ФАСИ представляет собой программно-аналитический комплекс, который позволяет окрашивать выбранные интервалы спектра соответствующим цветом, перенести эти цвета на изображения фрагментов анализируемых изображений и определить их спектральные плотности (рис. 11) [135,136].

В ФАСИ сравнение спектров яркости отражения проводится в координатах «спектральная плотность яркости отражения $p(I)$ - интенсивность яркости отражения I ». Под спектральной плотностью понимается отношение числа пикселей с интенсивностью I_i - $n(I_i)$ к общему числу пикселей, на которое разбито изображение – N :

$$p(I) = \frac{n(I_i)}{N} \quad (31)$$

Интенсивность яркости отражения измеряется в условных единицах линейной шкалы, в которой за нуль принято состояние поверхности фрагмента, при котором происходит полное поглощение падающего на него видимого света, а за единицу - ее состояние с полным отражением света от него.

Предварительно на спектрах яркости отражения света до и после деформирования образцов с помощью цветового окрашивания выделяются характеристические интервалы яркости, соответствующие областям особенностей спектра. ФАСИ позволяет дать количественную оценку тех структурных изменений, которые были вызваны воздействием механических напряжений. После окрашивания выделенных интервалов в спектре яркости отражения эти цвета переносятся на изображение фрагмента, с которого был получен соответствующий спектр. Тем самым удается обнаружить и визуализировать те структурные элементы, которые появились в результате внешнего воздействия и которые исчезли при этом, их распределение по размерам и по размещению на плоскости наблюдения. В качестве

количественной меры структурных изменений в исследуемом объекте используется структурная поврежденность (D_s) исследуемого материала, вызванная внешним воздействием

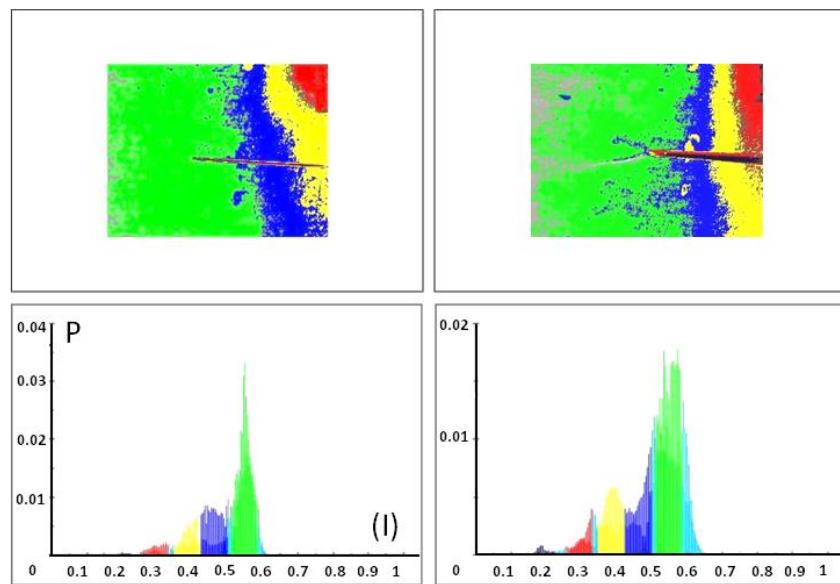


Рисунок 11 – Результат сравнения методом ФАСИ фрагментов видеозаписи и спектров яркости отражения от них для моментов времени $t = 0$ (до нагружения) с $t = 10$ с.

Ее можно ввести разными способами, используя данные количественных измерений фотометрических характеристик спектров яркости отражения, но при этом должны выполняться начальные и конечные условия, налагаемые на функцию повреждаемости $\varphi(t)$, ранее введенную Мейнером и Качановым [128,129]:

$$\varphi(t) = \begin{cases} t = 0 & \varphi(0) = 0 \\ t = t_r & \varphi(t_r) = 1 \end{cases} \quad (32)$$

где t_r – время разрушения;

В частности, можно выразить структурную повреждаемость материалов D_s независимо от причин ее возникновения с помощью формулы:

$$D_s = \frac{D_t - D_o}{D_{max} - D_o} \quad (33)$$

где D_t - площадь под спектральной кривой в некоторый промежуточный момент времени испытаний t , численно равная энергии излучения поверхности, D_0 площадь под спектральной кривой отражения света от исследуемой поверхности до начала испытаний, D_{max} - площадь под спектральной кривой отражения от образца после испытания. С учетом того, что распространение трещины от надреза сопровождается её раскрытием, в качестве меры развития трещины принято текущее значение площади суммарного раскрытия трещины и надреза. С помощью ФАСИ структурные составляющие материала были окрашены в соответствии с участками фрагментов, которые они занимают, после чего были найдены площади этих фрагментов. По этим данным была изучена кинетика структурной эволюции на поверхности разрушающегося фрагмента. По данным анализа энергии отражения видимого света была разработана методика оценки средних напряжений в области развития трещины. После чего была построена зависимость поврежденности образцов в результате развития трещин в зоне предразрушения от уровня действующих напряжений.

Известно, что энергия излучения твердых тел U связана с их внутренней энергией E соотношением [130]:

$$U = A \cdot E \quad (34)$$

где A - коэффициент, характеризующий вероятность спонтанного излучения лучистой энергии твердым телом. Согласно первому закону термодинамики, запас внутренней энергии E тела определяется его тепловой энергией Q и работой P , совершаемой телом ($Q = \Delta E + P$). При этом, запас внутренней тепловой энергии телом Q , находящимся при температуре T можно выразить формулой:

$$Q = C_p \cdot \rho \cdot \Delta T \quad (35)$$

где C_p - удельная теплоемкость исследуемого материала, ρ - его плотность, ΔT разность температур, отсчитанная от заданного уровня (комнатная температура принята за базовый уровень).

Площадь под спектральной кривой яркости отражения видимого света от исследуемой поверхности, измеряемая методом ФАСИ по своему физическому смыслу равна энергия излучения твердых тел U , в нашем случае она выражена в условных единицах. Для того, чтобы перевести условные единицы в размерные, необходимо найти переводной коэффициент A .

Для вычисления коэффициента A возьмем область упругого нагружения (случай однородного напряженного состояния). Тогда при постоянной температуре (комнатной) изменение внутренней энергии может изменяться только в результате приложения нагрузки (упругой энергии). Удельная работа в условных единицах этом случае будет равна разнице величин излучений двух состояний – в нагруженном и загруженном ($P = E_{\text{упр}}$) и равна площади треугольника OBC (рис. 12).

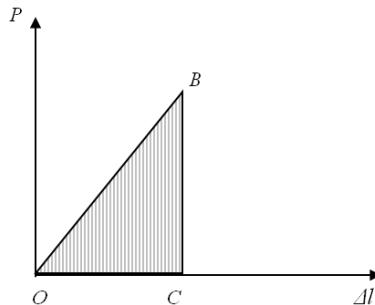


Рисунок 12 – Кривая нагружения на упругом участке одноосного образца

P -нагрузка; Δl – абсолютное изменение длины образца;

$$E_{\text{упр}} = \frac{1}{2} P \cdot \Delta l \quad (36)$$

Умножим и разделим правую часть на 1 и выразим нагрузку P как напряжение σ , умноженное на площадь сечения F . Тогда:

$$E_{\text{упр}} = \frac{1}{2} \sigma \cdot F \cdot l \cdot \frac{\Delta l}{l} \quad (37)$$

$\frac{\Delta l}{l}$ – относительная деформация ϵ . Тогда:

$$E_{\text{упр}} = \frac{1}{2} \sigma \cdot V \cdot \epsilon \quad (38)$$

где V - объем однородного образца ($F \times l$)

Выразим ε через закон Гука, $\varepsilon = \frac{6}{E}$ (E – нормальный модуль Юнга на растяжение), тогда:

$$E_{\text{упр}} = \frac{6^2}{2E} \quad (39)$$

Полагая, что внутренняя энергия деформированного тела в нагруженном и разгруженном состоянии отличается на величину упругой энергии, получаем соотношение:

$$U_\sigma - U_0 = \frac{\sigma^2}{2E} \quad (40)$$

где U_0 – внутренняя энергия тела в разгруженном состоянии;
 U_σ – внутренняя энергия тела в нагруженном состоянии;
 σ - действующее напряжение; E - нормальный модуль исследуемого материала.

Откуда среднее значение напряжений, действующих в исследуемом фрагменте, можно определить из формулы:

$$\sigma = \sqrt{2E\Delta U} \quad (41)$$

Коэффициенты интенсивности напряжений по данным фотометрического анализа вычисляли по формуле [92]:

$$K_I = \sigma_x \cdot \sqrt{2\pi r} \quad (42)$$

ГЛАВА 3 МЕХАНИЧЕСКИЙ АСПЕКТ ПРОБЛЕМЫ УПРОЧНЕНИЯ СПЛАВА В95

3.1 Стандартные механические свойства сплава В95 после отжига, закалки и КМО

Стандартные механические свойства определялись путем нахождения условного напряжения σ_U и деформации ε_U при сжатии, эти величины были переведены в истинные σ_i и ε_i .

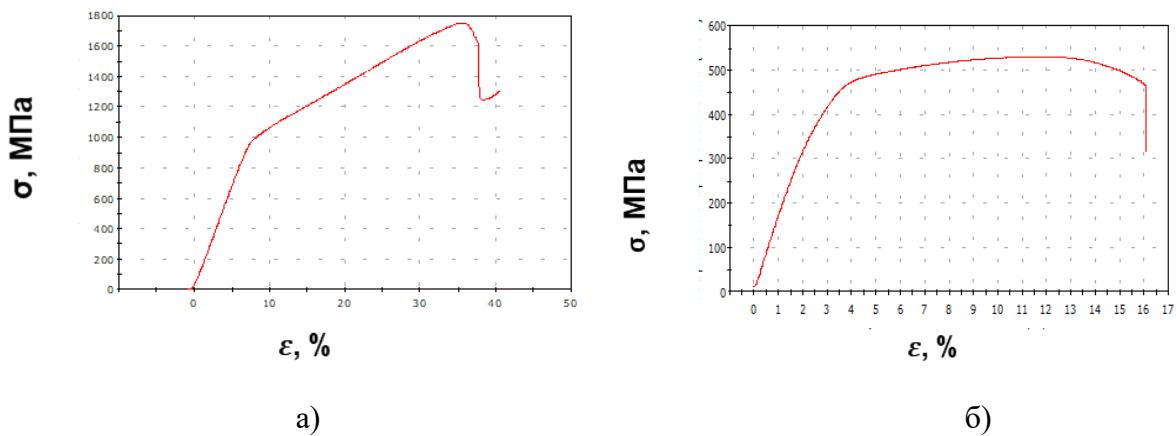


Рисунок 13 – Машинная кривая образца В95 в исходном состоянии при сжатии (а) и при растяжении (б)

Соответствующая машинной кривой на сжатие пересчитанная кривая в истинных координатах σ_i от ε_i показана на рис. 14.

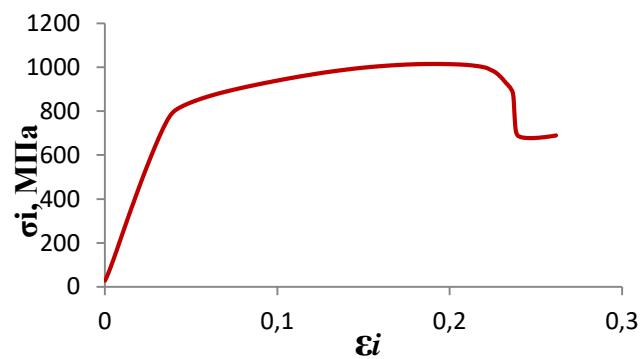


Рисунок 14 – Кривая истинного растяжения и деформации для образца В95 в исходном состоянии после пересчета

Характерный вид кривых деформирования для сплава после отжига, закалки и КМО представлены на рис 15 - 18.

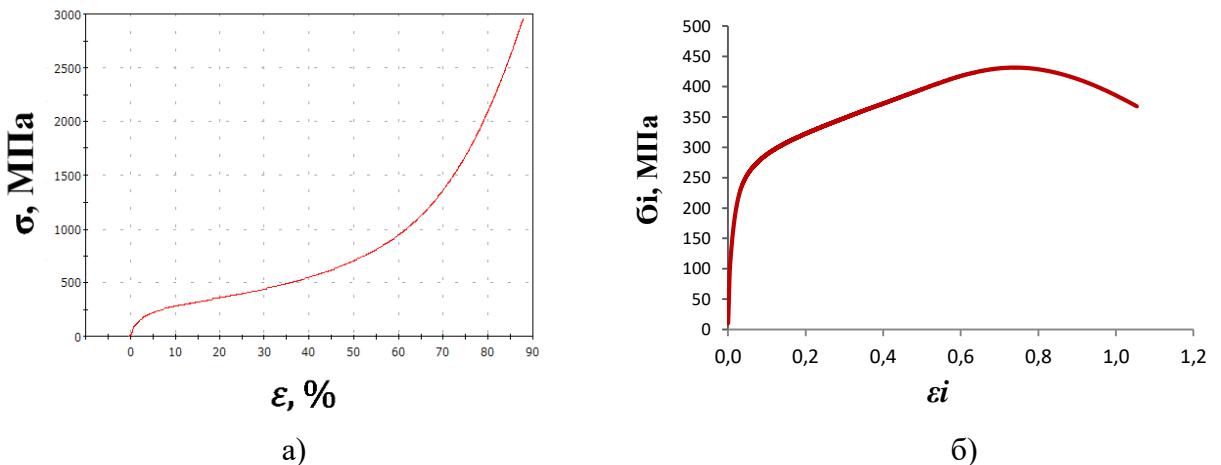


Рисунок 15 – Кривые образца В95 после отжига: машинная кривая в условных координатах (а), расчетная кривая в истинных координатах (б)

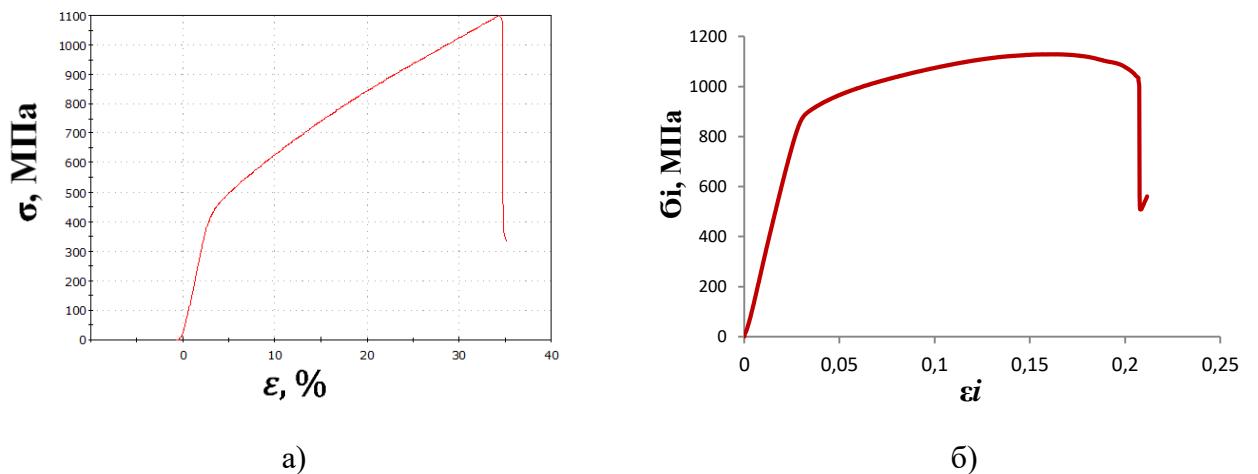


Рисунок 16 – Кривые образца В95 после закалки: машинная кривая в условных координатах (а), расчетная кривая в истинных координатах (б)

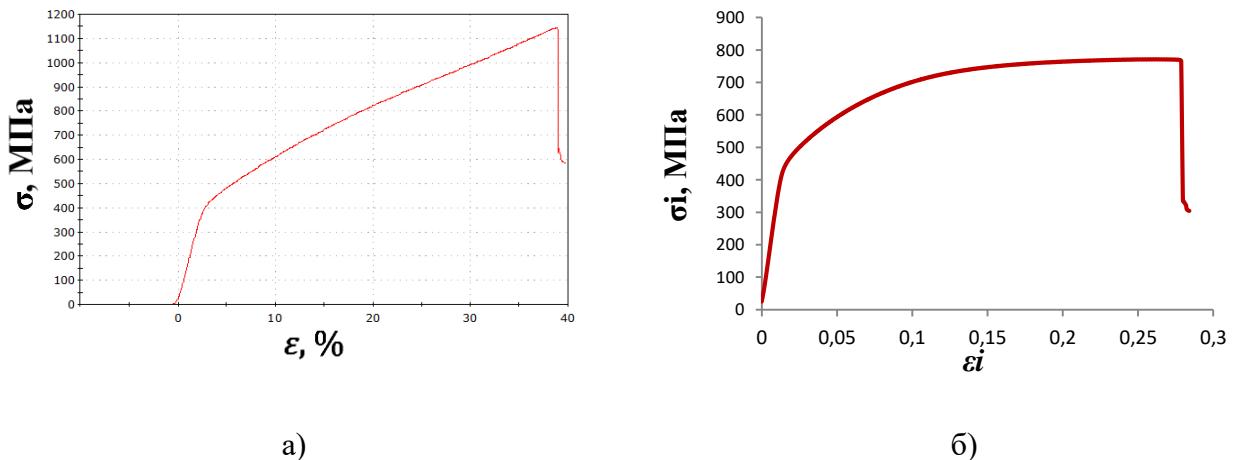


Рисунок 17 – Кривые образца В95 после КМО 0,3% машинная кривая в условных координатах(а) и расчетная кривая в истинных координатах (б)

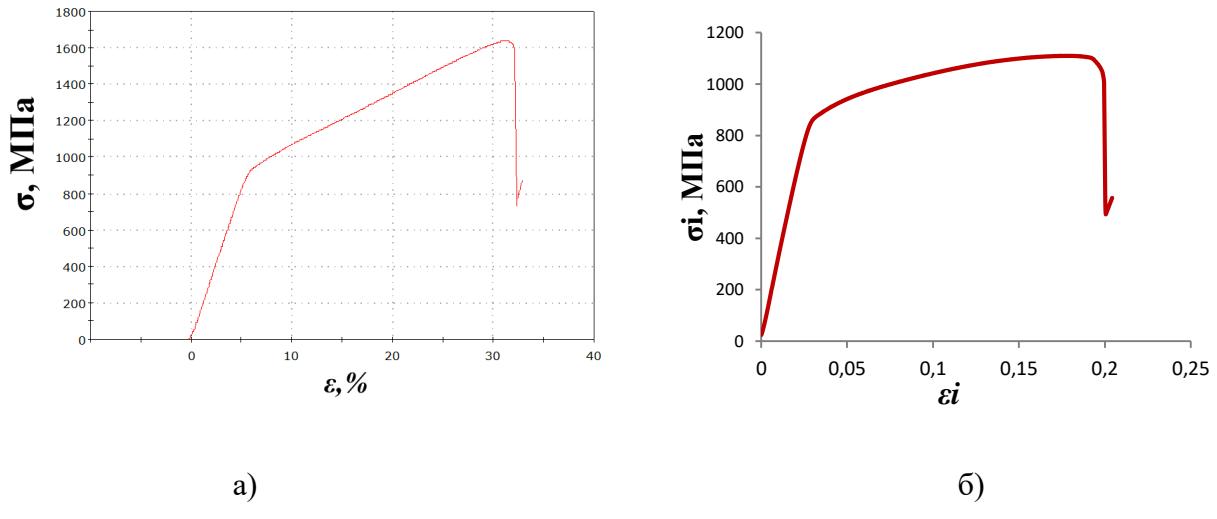


Рисунок 18 – Кривые образца В95 после КМО 0,4%: машинная кривая в условных координатах (а) и расчетная кривая в истинных координатах (б)

Исходное высокопрочное состояние сплава В95 характеризуется высокими прочностными характеристиками, $\sigma_{\text{в (ист)}} = 1070$ МПа. Необходимо при этом отметить, что производственная технология подразумевает сложную многоступенчатую обработку: горячую прокатку и последующее длительное двухступенчатое старение (описание технологии представлено в Главе 2). Сплав в исходном состоянии характеризуется неоднородностью: один из образцов (исх. №4) без видимых причин показал заниженные механические свойства: $\sigma_{0,2} = 332$ МПа, $\sigma_{\text{в}} = 606$ МПа.

Применение отжига и закалки проводилось для получения более однородного химического состава сплава В95 (для растворения дисперсных частиц и перехода интерметаллидов в состав твердого раствора). Применение отжига и закалки способствовали снижению прочностных свойств и повышению пластичных свойств: для отожжённого состояния $\sigma_{\text{в}}$ снизился на 60 % до 427 Мпа, для закаленного состояния предел прочности сократился на 36,5% до $\sigma_{\text{в}} = 699$ МПа. Снижение прочностных свойств связано со снятием деформационного и дисперсионного упрочняющих эффектов, полученных после производственной технологии горячей прокатки и двухступенчатого старения. Этот факт подтвержден структурными исследованиями (Глава 4).

Таблица 5 – Механические свойства сплава В95 после различных режимов обработки при комнатной температуре

№	Обработка образца	Номер образца	Описание режима обработки	$\sigma_{0,2}$ МПа	σ_v , МПа	δ , %
1	Производственная (исходное состояние)	1	Горячая прокатка после закалки ($T=460$ °C, $t=10$ ч) + 2-х ступенчатое старение (I- $T=123$ °C, $t=24$ ч, II - $T=165$ °C, $t=18$ ч)	556	1011	23
2		2		569	1120	33
3		3		417	1078	33
4		4		136	606	5
5	Исходное (растяжение)	1		331	531	13
6		2		327	529	14
7	Отжиг	1	$T = 460$ °C с выдержкой в течение 40 минут	200	432	91
8		2		199	418	71
9		3		200	431	68
10		4		200	428	67
11	Закалка	1	Закалка в воду после нагрева до $T = 450$ °C с выдержкой в течение 30 минут	443	623	20
12		2		429	690	23
13		3		413	677	22
14		4		485	727	22
15	КМО (0,3%)	1	Закалка + сжатие на 0,3% ($P=7$ тонн) при $T = -196$ °C + старение ($T = 45$ °C, $t=30$ мин.)	475	769	23
16		2		476	711	28
17		3		474	771	27
18		4		470	762	27
19	КМО (0,41%)	1	Закалка + сжатие на 0,4% ($P=9,5$ тонн) при $T = -196$ °C + старение ($T = 45$ °C, $t=30$ мин.)	602	1130	17
20		2		630	1110	16
21		3		645	1170	16
22		4		640	1120	13

Оценка стандартных механических свойств за исключением образов №5 и 6 проводилась по испытаниям на сжатие с дальнейшим пересчетом в истинные значения $\sigma_{0,2}$ и σ_v при растяжении.

Применение последующей криомеханической обработки ($P = 7$ тыс. кг) позволило увеличить прочностные свойства сплава: $\sigma_{0,2} = 473,9$ МПа, $\sigma_v = 753,1$

Мпа. Однако, первоначальных значений прочности достичь не удалось. Предел текучести криомеханически упрочненного состояния на 8% ниже, чем у исходного, предел прочности на 29,5% ниже, чем у исходного. Эффект криомеханического упрочнения очень сильно зависит от величины сжимающей нагрузки [131,132], и с целью проверки этого предположения были проведены дополнительные испытания с увеличенной нагрузкой прессования ($P = 9,5$ тыс. кг).

Применение повышенной степени деформации при КМО позволило повысить прочностные свойства до уровня, выше, чем для исходного состояния: $\sigma_{0,2} = 645$ МПа, $\sigma_b = 1170$ МПа. При этом наблюдалось снижение пластических свойств сплава $\delta = 15\%$, однако данный уровень пластичности считается допустимым для высокопрочных сплавов системы Al-Zn-Cu-Mg (Таблица 1).

3.2 Трешиностойкость сплава В95 для исходного состояния. Нахождение условий соответствия для макро и микро-подходов в оценке трещиностойкости.

На рис. 19 представлен график деформирования образца на внецентренное растяжение в зависимости от стрелы прогиба трещины-надреза.

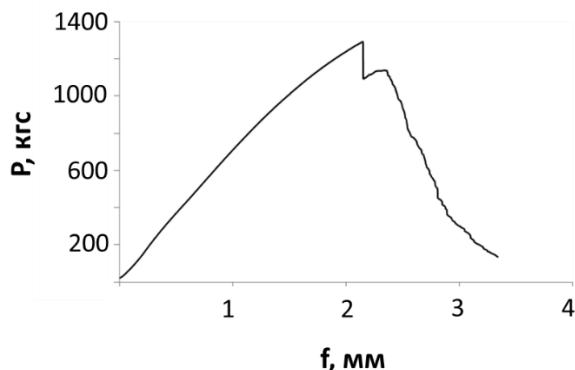


Рисунок 19 – Кривая деформирования образца для внецентренного растяжения сплава В95 в исходном состоянии в зависимости от стрелы прогиба трещины

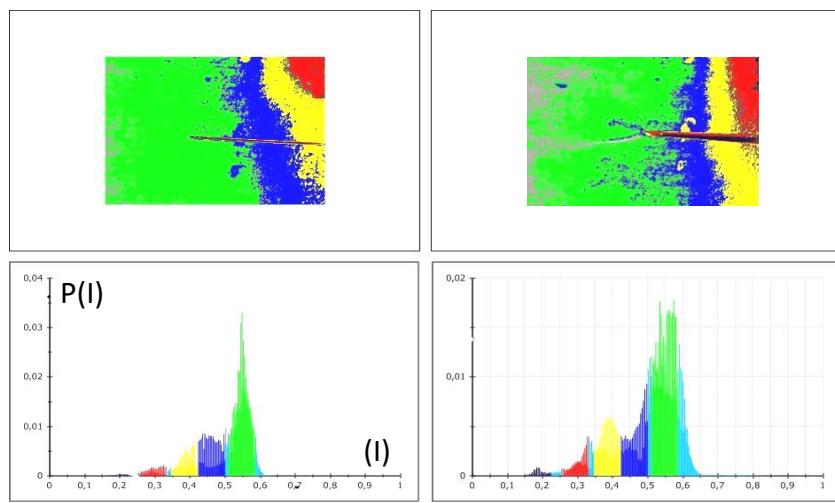


Рисунок 20 – Результат сравнения фрагментов изображения и спектров яркости отражения света от них для сплава B95 слева - до деформирования, справа - после него ($\times 0,5$)

С учетом того, что распространение трещины от надреза сопровождается их раскрытием, в качестве меры развития трещины принято текущее значение площади суммарного раскрытия трещины и надреза. На рис. 21 (а) представлена кинетическая кривая развития трещины из надреза и определена стадийность процесса разрушения.

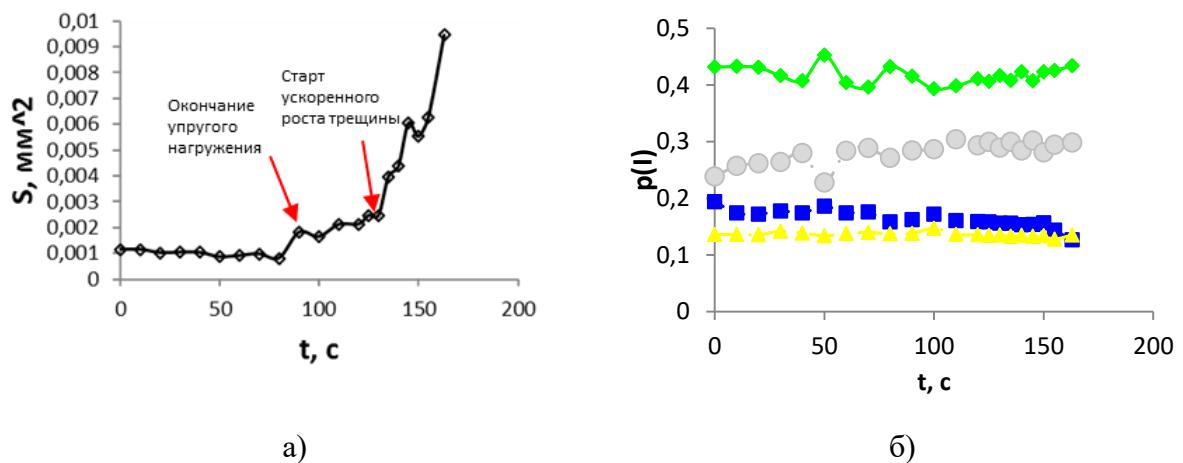


Рисунок 21 –Кинетическая кривая развития трещины из надреза образца сплава B95 с учетом раскрытия (а), кинетические кривые эволюции площадей, занятых структурными составляющими сплава B95 в исходном состоянии (б)

ФАСИ позволяет получить величины площадей, в которые были окрашены структурные составляющие материала в исследуемых фрагментах

(рис. 20). По этим данным была изучена кинетика структурной эволюции на поверхности разрушаемого фрагмента (рис. 21 (б)).

Для определения поврежденности образцов в результате развития трещин в зоне предразрушения и уровня действующих напряжений у вершины трещины на поверхности изображений фрагментов вдоль трех выделенных направлений под углами к горизонтальной оси симметрии образца ($\alpha = 0^\circ$, $\alpha = 17^\circ$ и $\alpha = 45^\circ$) выделялись микро-фрагменты с площадью $\sim 1,44 \text{ mm}^2$ (рис. 22).



Рисунок 22 – Микрофрагменты поверхности по оси симметрии образца (для $\alpha = 0^\circ$)

Первое направление соответствует оси симметрии образца, по которой ориентирован надрез, второе - направлению фактического последующего роста микротрещины от вершины надреза, третье является направлением, в котором касательные напряжения достигают максимальных значений. С помощью ФАСИ были определены энергии излучаемые поверхностями всех выделенных микро фрагментов. По этим данным были построены зависимости: $\sigma = f(t)$, $\sigma = f(r)$ и $\sigma = f(\alpha)$ для пластической зоны надреза (рис. 23 (а-в)).

Из рис. 23 (б) видно, что максимальное значение напряжений достигается на некотором расстоянии $r=5,82 \text{ mm}$ от фронта надреза. Наличие максимума напряжений с удалением от края трещины подтверждает, что для исследуемой толщины образцов, выполняются условия нагружения, близкие к условиям плоской деформации [15]. В этом случае полученные значения КИН будут минимальными, а значит, способны обеспечить корректную оценку K_{Ic} . Кроме того, проверка соотношения $B \geq 2,5 \left(\frac{K_{Ic}}{\delta_T} \right)^2$ подтвердила корректность выполнения условий нагружения плоской деформации.

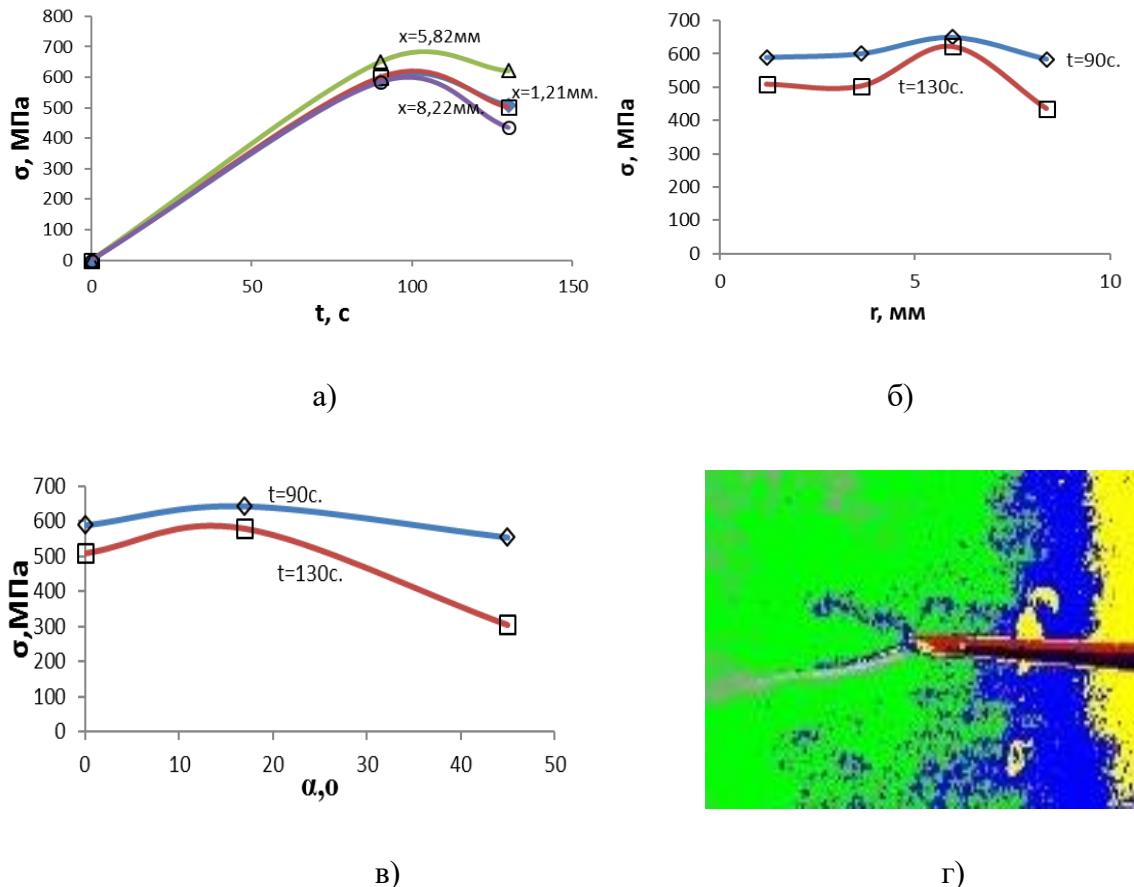


Рисунок 23 – Временные зависимости действующих напряжений перед фронтом надреза в направлении с $\alpha=0^\circ$ (а), зависимости $\sigma = f(r)$ в горизонтальном направлении $\alpha = 0^\circ$ в образце сплава B95 (б), азимутальная зависимость действующих напряжений в пластической зоне надреза в образце сплава B95 (в), изображение трещины из вершины надреза в образце сплава B95 в исходном состоянии ($\times 25$) (г)

Из рис. 23 (в) видно, что максимум напряжения наблюдается в диапазоне углов $15 - 20^\circ$, что подтверждается фактом развития трещины в пластической зоне надреза в направлении под углом $\alpha = 17^\circ$ к линии горизонта (рис. 23 (г)). Результаты расчетов КИН, полученные с помощью стандартного метода механики разрушения и с помощью метода ФАСИ представлены в таблице 6.

Для нахождения условий соответствия для КИН, рассчитанным методом ФАСИ (микро-подход) и методом механики разрушения (макро-подход) был применен принцип соответствия Бора, согласно которому любая новая теория, являющаяся развитием классической, не отвергает её полностью, а включает в себя классическую теорию, указывая границы её применения [123].

Таблица 6 – Расчетные значения КИН с помощью ФАСИ и метода механики разрушения

№	Метод оценки	r, мм.	K _I , МПам ^{1,2}
1	ФАСИ По формуле $K_I = \sigma_x \cdot \sqrt{2\pi r}$	1,165	51,32
2		3,495	92,65
3		5,625	125,65
4		8,155	183,91
5	Стандартный По формуле $K_I = \frac{P}{tW^{1/2}} \cdot f(\alpha)$		49,12*
6			114,52*

*Разница в полученных значениях КИН при равных r объясняется тем, что в данном случае применялись нагрузки Р = 601,78 и 656,71 кгс, соответствующие нагрузке окончания упругой стадии нагружения и нагрузке перехода к стабильному росту трещины.

Применительно к процессу разрушения материалов, за эту границу можно принять расстояние, на котором значение трещиностойкости, полученное из кристаллографических и механических представлений, дают совпадающие результаты.

Из таблицы 6 видно, что при сравнимых значениях радиуса вектора, КИН, полученные по данным ФАСИ, близки к результатам, полученным по стандартному методу определения КИН на соответствующих стадиях развития разрушения.

3.3 Определение энергии зарождения трещины и поверхностной энергии для сплава В95 в исходном состоянии

Процесс развития разрушения рассматривается как двухстадийный: на первой стадии в нагруженном материале образуется микротрещина, а на второй происходит ее рост. Энергетические условия развития разрушения материала на первой стадии характеризуются удельной энергией зарождения трещины, на второй – энергией распространения трещин. Энергетические условия зарождения трещин в материале реализуются на упругом участке нагружения, когда пластические деформации в материале отсутствуют. Для

стандартных методов механики разрушения оценка энергии зарождения трещин недоступна.

В рамках механики разрушения получить оценку удельной энергии зарождения трещины можно экстраполировав зависимость энергии распространения трещины от ее длины (r) к ее нулевому значению.

Ограничив упругий участок нагружения была построена зависимость КИН от расстояния до фронта надреза r (рис. 24). Экстраполяция r к 0, дает минимальное значение КИН, характеризующие поля напряжения в момент возникновения трещины.

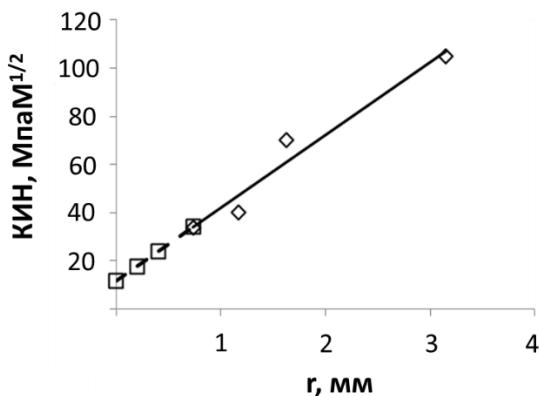


Рисунок 24 – Величина КИН в функции удаленности точки измерения напряжений от фронта трещины

Найденное минимальное значение КИН дает возможность рассчитать энергию зарождения трещины в случае плоской деформации по формуле [74]:

$$G_{pd} = \frac{K^2}{E} (1 - \nu^2) \quad (43)$$

где K – КИН, E - модуль упругости;

Формула (43) приведена для случая плоской деформации в виду того, что испытанные образцы показали практически отсутствие поперечных деформаций. В случае применения образцов с надрезом, очевидно, что наличие концентратора создает условия зарождения трещины еще на начальном участке нагружения кривой образца.

Оценка поверхностной энергии G_{pd} для схемы нагружения внедрением клина [41] рассчитывалась по формуле:

$$G_{pd} = 2\gamma s \quad (44)$$

где γ -поверхностная энергия материала образца, s -площадь зародившейся трещины.

Кривая нагружения образца в упругой области нагружения представлена на рис. 25 (а).

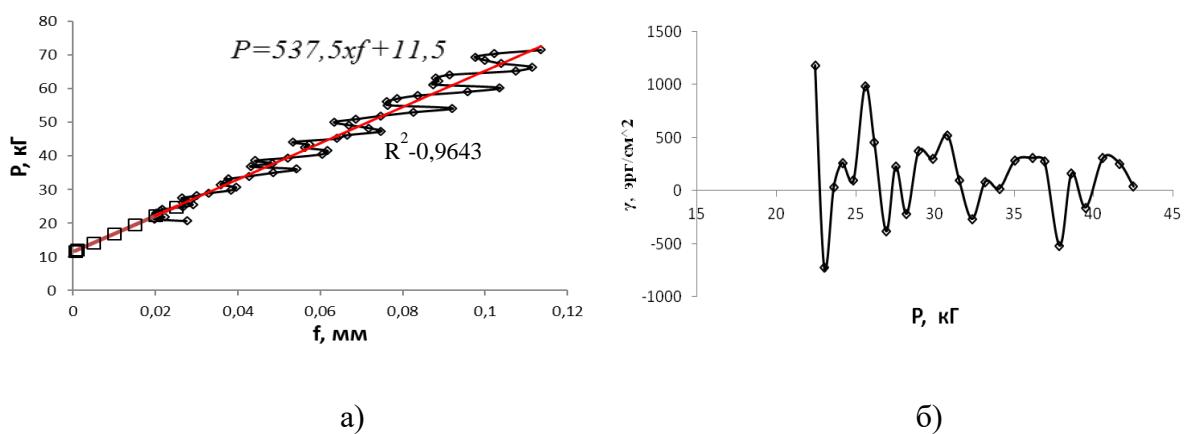


Рисунок 25 – Кривая нагружения образца в зависимости от стрелы прогиба f , мм (а), зависимость величины поверхностной энергии от уровня нагрузки (б)

Обращает на себя внимание колебание значений поверхностной энергии в зависимости от величины нагрузки, при которой она вычислялась. Фотометрический анализ поверхности образцов в процессе деформирования показал, что трещины растут в шаговом режиме путем чередования фаз развития пластических зон у их фронтов, сопровождаемое раскрытием надреза и распространением трещин через эти зоны. Изображение кривой нагружения при больших увеличениях подтвердило колебательный характер развития процесса разрушения. Это можно видеть из рис. 25 (а)

Поверхностная энергия определялась как отношение работы для образования зародыша трещины к удвоенной величине ее площади по формуле:

$$\gamma = \frac{P_{i+1}f_{i+1} - P_i f_i}{2b(l_{i+1} - l_i)} \quad (45)$$

где P_i , f_i , l_i –соответственно нагрузка, глубина внедрения клина в надрез, длина трещины на i -том шаге нагружения, b - толщина образца. Значения длины трещины вычислялись в предположении ее развития в области упругого поведения образца при малых нагрузках по формуле:

$$l = \left(\frac{3EJ_x}{kP} \right)^{1/3} \quad (46)$$

где J_x - момент инерции сечения балки, которая образовалась в образце после нанесения надреза на образец, k -тарировочный коэффициент, определенный с учетом исходной длины надреза.

Значения зависимости поверхностной энергии от приложенной нагрузки на упругом участке нагружения представлены на рис. 25 (б). В случае малых нагрузок значение поверхностной энергии считается наиболее достоверным.

В таблице 7 приведены данные для сплава В95, полученные расчетным методом, с помощью метода ФАСИ и литературные данные по меди.

Таблица 7 – Значения поверхностной энергии для меди и сплава В95.

Металл	Г-поверхностная энергия, эрг/см ²		Источник
	Теория по Гилману, плоскость скольжения 110	Эксперимент	
Cu	820	1100 - 1370	[34]
Al	811,2*	727- 1180	Наст. работа

*- рассчитан по формуле поверхностной энергии Гилмана

Для получения однозначной оценки поверхностной энергии нужно на начальном участке кривой нагружения (рис. 25 (а)) провести линию тренда и для вычисления нагрузок воспользоваться ее уравнением $P=537,5 xf + 11,5$.

При этом коэффициент детерминации равен $R^2=0,9643$, а полученное значение γ находится в диапазоне от 727 до 1180 эрг. см².

Следует отметить, что в литературе существуют большие противоречия между теоретическими оценками поверхностной энергии и результатами их экспериментальных измерений для ГЦК металлов. Это обусловлено тем, что ГЦК металлы обладают высокой энергией дефекта упаковки, при которой дислокации имеют большую возможность к поперечному скольжению, что затрудняет разрушение сколом.

3.4 Определение трещиностойкости сплава В95 после закалки

Кривая нагружения сплава после закалки представлена на рис. 26.

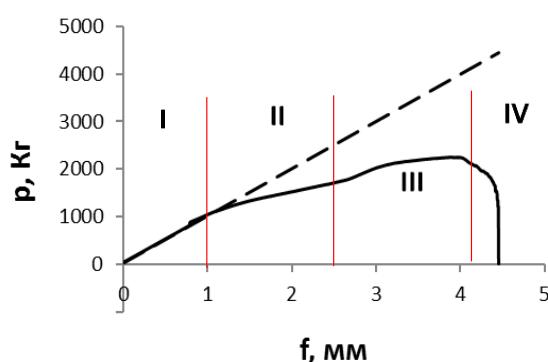


Рисунок 26 – Кривая нагружения закаленного образца: I- стадия упругого нагружения;II - стадия легкого упрочнения; III - стадия интенсивного упрочнения; IV–стадия разрушения.

На кривой можно выделить границы характерных стадий поведения сплава: упругого поведения , легкого упрочнения, интенсивного упрочнения, разрушения.

Из кинетики развития площадей трещин (рис. 27 (а)) видно, что обе зависимости могут быть разделены на 2 стадии, отличающиеся скоростями развития трещин. В случае закаленного состояния переход к стадии ускоренного роста трещины происходит заметно позже чем для исходного состояния сплава.

Из анализа рис. 27 (б) видно, что спектральная плотность яркости отражения от трещины и пластических зон изменяется в противофазе. Это объясняется чередованием формирования пластических зон с одновременным

раскрытием надреза и последующим прорывом этой пластической зоны трещиной, после чего возобновляется рост пластической зоны.

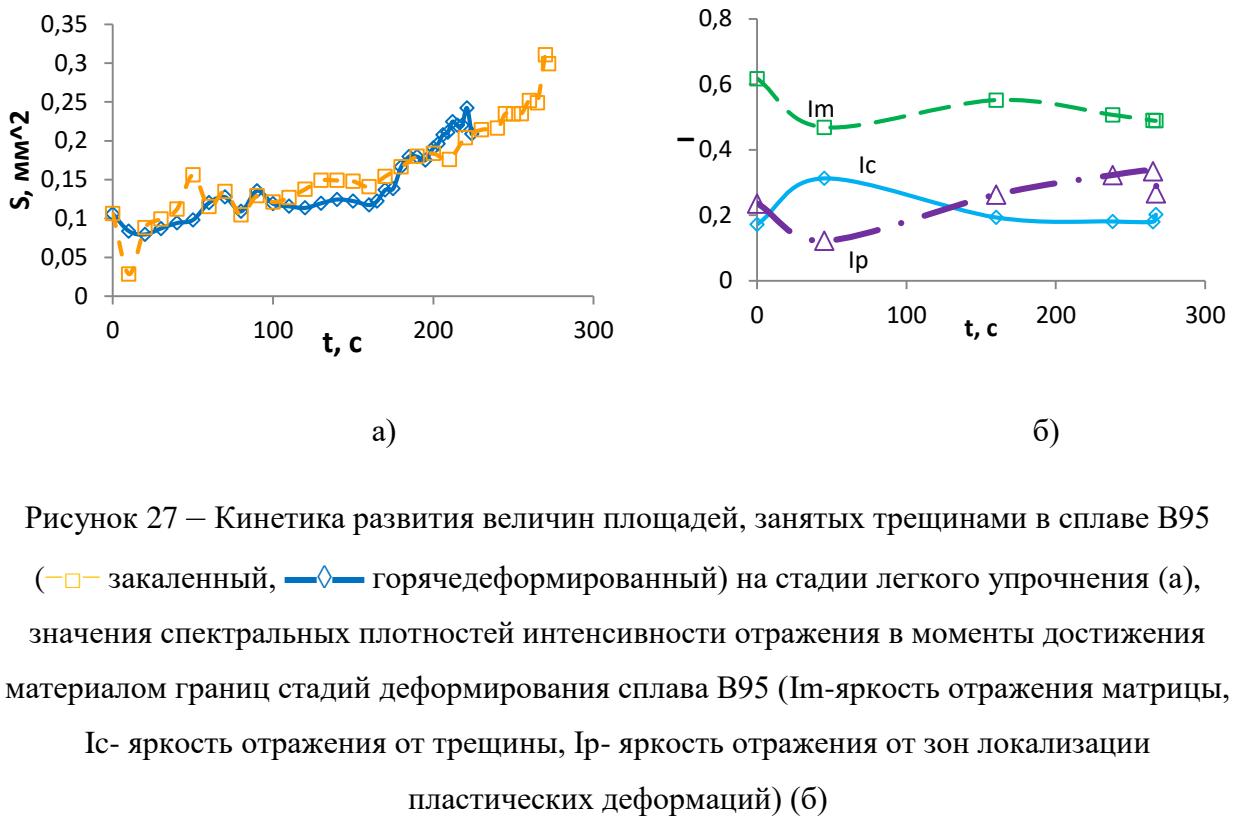


Рисунок 27 – Кинетика развития величин площадей, занятых трещинами в сплаве B95 (—□— закаленный, —◇— горячедеформированный) на стадии легкого упрочнения (а), значения спектральных плотностей интенсивности отражения в моменты достижения материалом границ стадий деформирования сплава B95 (I_m -яркость отражения матрицы, I_c - яркость отражения от трещины, I_p - яркость отражения от зон локализации пластических деформаций) (б)

В таблице 8 приведены результаты сравнения процесса развития трещин сплава B95 в исходном состоянии и после закалки.

Таблица 8 – Сравнительный анализ параметров разрушения сплава B95

Состояние сплава B95	Стадия устойчивого роста трещины			Стадия нестабильного роста трещины		
	Интервал времени, t , с.	$\frac{dS_c}{dt}$, $\text{мм}^2/\text{с}$	Нагрузка упругая, P_y , кГ	Интервал времени, t , с.	$\frac{dS_p}{dt}$, $\text{мм}^2/\text{с}$	Максимальная нагрузка, P_{\max} , кГ
Исходное	0-166	$9 \cdot 10^{-4}$	601,78	166-216	$1,6 \cdot 10^{-3}$	1290
Закаленное	0-235	$1,6 \cdot 10^{-3}$	853,90	235-359	$2 \cdot 10^{-3}$	2254,69

Из таблицы видно, что по большинству параметров, характеризующих сопротивление разрушению, закаленное состояние превосходит горячедеформированное.

3.5 Влияние криомеханической обработки и покрытий из титана и меди на трещиностойкости сплава B95

Оценка трещиностойкости криоупрочненного состояния проводилась в условиях ограничения нагрузки до 600 МПа. Это было обусловлено ограничениями оборудования, на котором проводилось испытания. Необходимо при этом отметить, что все дальнейшие значения трещиностойкости, указанные в общей таблице 9, будут пересчитаны с учетом этого ограничения.

Характер разрушения сплава оценивался через степень изменения повреждаемости (D_s), для которой были построены зависимости $D_s = f(t)$ и $D_s = f(r)$. На рис. 28 и 29 показаны эти зависимости для всех состояний сплавов.

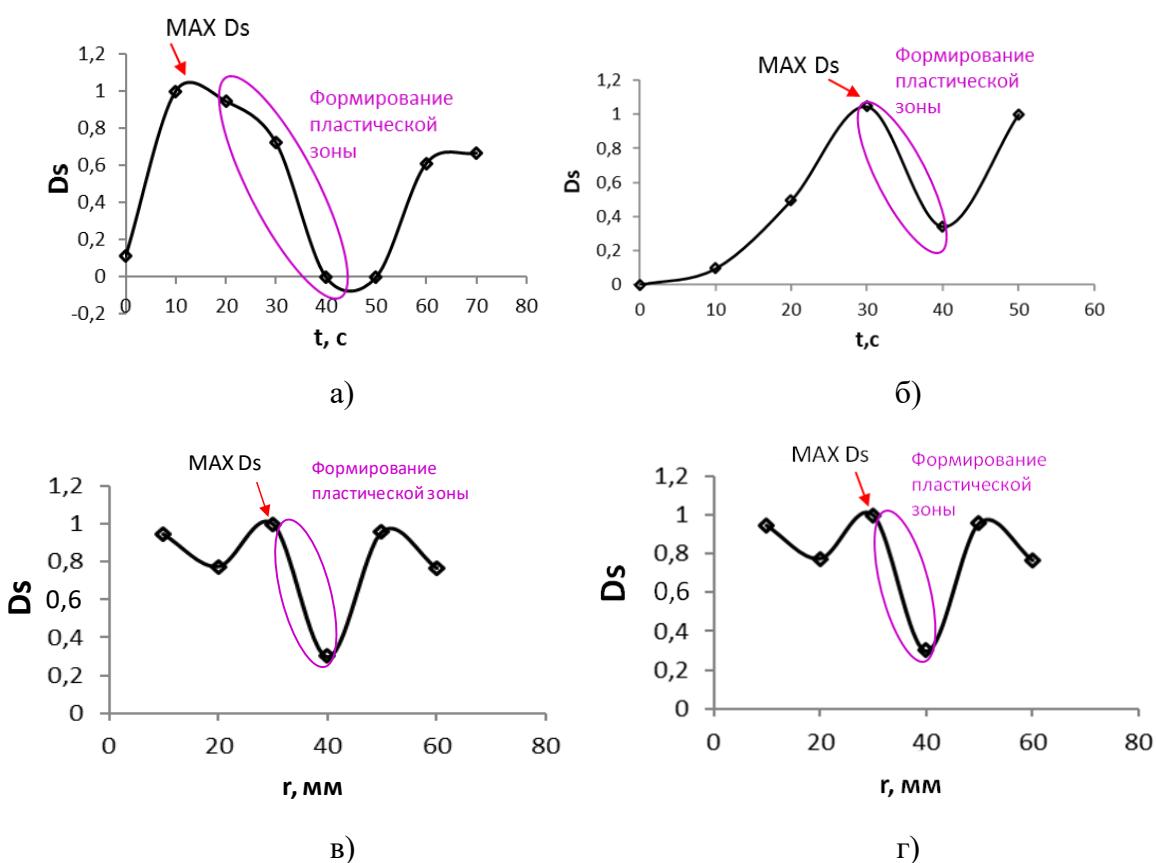


Рисунок 28 – Зависимость поврежденности образца из сплава B95 от времени $D_s = f(t)$ и расстояния у вершины трещины $D_s = f(r)$: для исходного состояния (а), после КМО (б), после КМО и нанесения покрытия Cu (в), после КМО и нанесения покрытия Ti (г)

Из рис. 28 видно, что ФАСИ позволяет достоверно определить момент времени для максимальной повреждаемости, после достижения которой происходит развитие пластической деформации у вершины надреза.

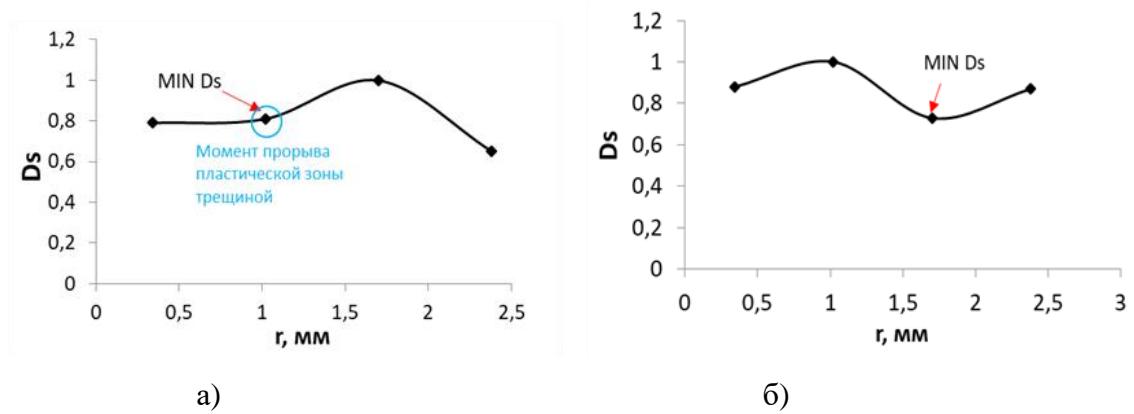


Рисунок 29 – Зависимость поврежденности образца из сплава В95 от расстояния у вершины трещины $D_s = f(r)$: после КМО и нанесения покрытия Cu (а), После КМО и нанесения покрытия Ti (б)

Интересно отметить, что этот момент невозможно зафиксировать на изображении в области, окружающей вершину надреза при его 50 - кратном увеличении. По этому моменту времени из массива данных, регистрируемых компьютером испытательной машины, определяется требуемое значение нагрузки.

Из зависимости $D_s = f(r)$ определяли величину подрастания трещины - надреза для момента, соответствующего переходу к ее нестабильному распространению. Из рис. 29 видно, что после достижения минимума поврежденность материала растет до момента подрастания трещины-надреза до достижения максимума зависимости $D_s = f(r)$, после чего впереди вершины надреза начинает формироваться пластическая зона, развитие которой тормозит распространение трещины, до момента достижения минимума на этой зависимости.

Зависимости структурной повреждаемости для образца без покрытия, и с покрытием из титана и меди представлены на рис. 30. Из рис. 30 видно, что на всех образцах повреждаемость развивается по одинаковым качественным

закономерностям, но при существенных различиях в диапазонах изменения напряжений. Установлено, что нанесение медного и титанового покрытий на поверхность сплава В95 с последующим старением существенно повышают сопротивление повреждаемости сплава В95

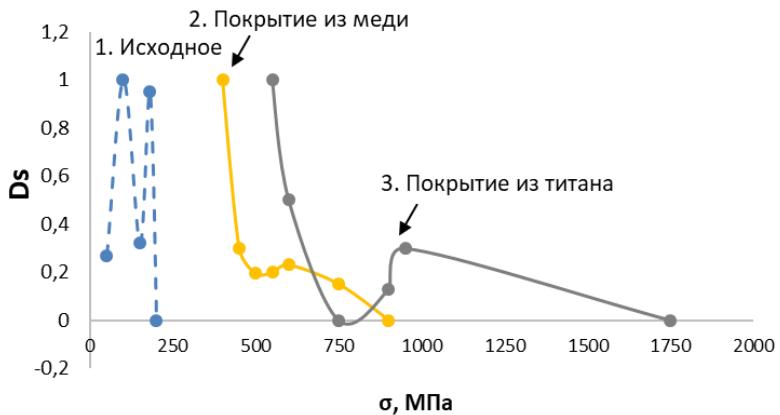


Рисунок 30 – Зависимости структурной поврежденности материала образца от действующих напряжений без покрытия (1 - - -), медным покрытием (2 —), титанового покрытия (3 —)

Итоговые результаты оценки трещиностойкости для всех состояний сплава В95 представлены в таблице 9.

Таблица 9 – Расчетные по ЛМР и ФАСИ характеристики КИН

№	Вариант обработки	t, с	P, кг	$\Delta l, \text{мм}$	r, мм	$K_I, \text{МПам}^{0,5}$		
						ЛМР	ФАСИ 1	ФАСИ 2
1	Исходное	13,3	165,6	0,67	0,34	14,71	4,06	40,37
2	Закалка	10	215,45	0,167	0,34	18,9	4,37	50,61
2	КМО	29,2	207,84	1,77	1,02	18,53	8,6	115,83
3	КМО (0,3%) + Cu покрытие + Ст	27,2	208,32	1,22	1,7	18,52	13,12	108,32
4	КМО (0,3%) + Ti покрытие + Ст	50	357,22	0,23	2,38	32,8	68,19	143,12

Δl - рассчитанное значение приращения длины трещины при первой максимальной нагрузке, соответствующей максимуму Ds; r- расстояние до

фронта трещины; ФАСИ 1 - по данным в столбцах F и Δl , ФАСИ 2 - по данным оценки напряжений, определенных методом ФАСИ и оценкам Δl из зависимости $D_s=f(r)$.

Таким образом, выявлено, что образцы, обработанные по технологии криомеханического упрочнения с последующим нанесением покрытий из титана, обладают наибольшими перспективами в части трещиностойкости.

2.5.2 Результаты оценки достоверности измерений K_{1c} сплава В95

В таблице 10 представлены результаты оценки пластической зоны (26) при применении стандартных и компактных образцов и значениях трещиностойкости K_{1c} , полученных с помощью метода линейной механики разрушения и метода ФАСИ.

Проверка выполнения уравнения $r \leq 0,02a$ в целом показала удовлетворительные результаты.

Таблица 10 – Результаты оценки проверки пластической зоны в вершине трещины сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и после КМО (0,3%).

№	Вид обработки	r (при K_{1c} по ЛМР)	0,02a	r (при K_{1c} по ФАСИ)	0,02a
1	Исходное растяжение	0,318	0,68	0,024	0,68
2	Исходное сжатие	0,13		0,012	
3	Закалка	0,29	0,08	0,06	0,08
4	КМО (0,3%)	0,244		0,122	

Результаты оценки выполнения условий плоской деформации проверялись по соотношению (27) и представлены в таблице 11.

Проверка выполнения уравнения $a \leq B$ подтвердила корректность выполнения условий плоской деформации при определении трещиностойкости сплава В95.

На рис. 31 представлена оценка достоверности значения K_{1c} по методу секущей

Таблица 11 – Результаты оценки выполнения условий плоской деформации сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и после КМО (0,3%)

№	Вид обработки	Стандартный образец		Компактный образец	
		а (K _{1c} по ЛМР)	Толщина образца В, мм	а (K _{1c} по ФАСИ)	Толщина образца В, мм
1	Исходное растяжение	5,0	6,0	0,4	6,0
2	Исходное сжатие	2,0		0,2	
3	Закалка	4,6		0,2	
4	КМО (0,3%)	3,8		0,8	

После проведения касательной 2 к кривой нагружения 1 было определено уравнение касательной $y = 7024x$, по которому с отклонением в 5% была построена секущая 3, пересекающая кривую нагружения P(f) и найдена точка, соответствующая моменту перехода к развитию трещины через пластическую зону, т.е. $P_Q = 815\text{Н}$. Соответственно $0,8 P_Q = 653,6\text{Н}$. Для данных значений P_Q и $0,8 P_Q$ значения $V' = 0,005758 \text{мм}$ и $V'' = 0,000012\text{мм}$.

Условие достоверности значения K_{1c} определяется равенством $V'' \leq 0,25V'$.

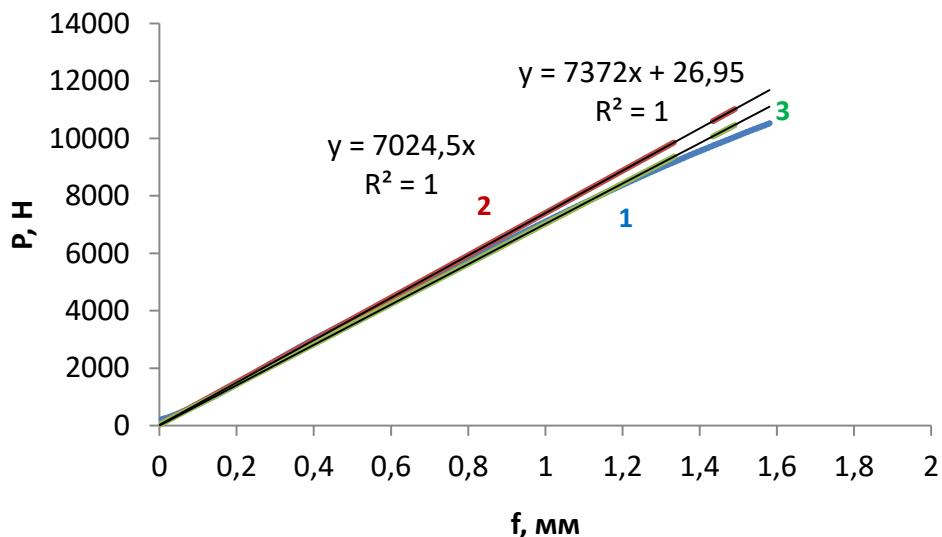


Рисунок 31 – Оценка достоверности значений K_{1c} для исходного состояния сплава В95 по методу секущей: 1 – Кривая нагружения $P(f)$; 2 – Касательная к кривой нагружения; 3 – Секущая к кривой нагружения для нахождения P_Q .

Проверка уравнения $0,000012 \leq 0,25 \times 0,005758$ подтвердила корректность измерения K_{1c} для исходного состояния сплава В95. Проверка условий достоверности значения K_{1c} для закалки и КМО также подтвердила корректность измерения КИН.

Выводы по Главе №3:

1. Разработана лабораторная комплексная технология криомеханического упрочнения сплава В95, которая позволила повысить предел прочности сплава В95 до 10% с одновременным повышением трещиностойкости на 26% и локальной трещиностойкости более чем в 2 раза.
2. На основе анализа результатов фотометрических измерений параметров структурной эволюции сплава В95 вблизи фронта трещины-надреза по видеозаписям наблюдений за развитием разрушения в условиях *in-situ* разработан неразрушающий метод определения КИН;
3. Для сплава В95 в исходном состоянии были определены условия, при которых оценки КИН по методу линейной механики разрушения и ФАСИ дают близкие результаты;
4. Экспериментально доказано, что развитие трещины в малогабаритных образцах, нагружаемых внедрением клина в трещину - надрез происходит в условиях плоской деформации;
5. По данным анализа процесса нагружения образца с трещиной-надрезом в упругой области разработан метод оценки энергии зарождения трещины, по которому получена оценка поверхностной энергии для алюминиевого сплава В95;
6. Установлено, что титановое покрытие повышает значение КИН образцов из сплава В95 на 70% по сравнению с образцами после КМО. Упрочнение за счет нанесения покрытия связано с изменением условий выхода дислокаций на поверхность материала в процессе деформации и с образованием упрочняющей фазы TiAl3 на поверхности

Глава 4. СТРУКТУРНЫЙ АСПЕКТ ПРОБЛЕМЫ УПРОЧНЕНИЯ СПЛАВА В95

4.1 РФА анализ сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и КМО

Применение традиционного метода РФА не позволило выявить фазовый состав мелкодисперсных фаз в исследуемом сплаве по причине их низкой концентраций в объеме материала (рис. 32-34).

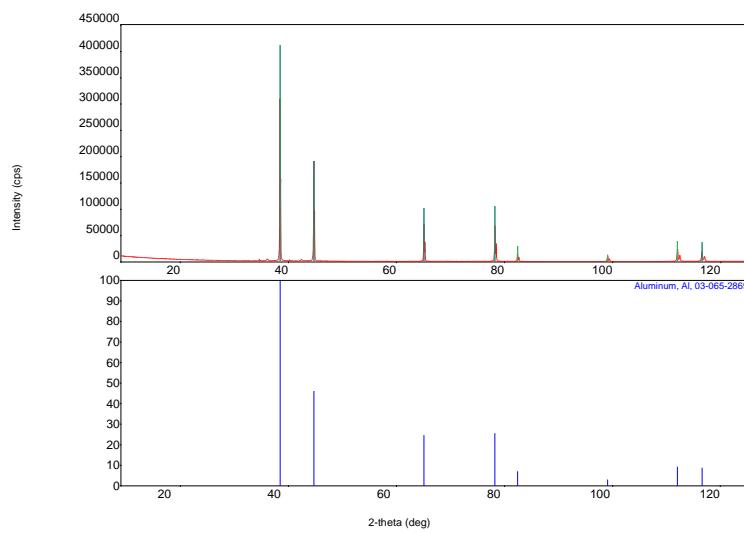


Рисунок 32 – Результаты РФА для сплава в исходном состоянии

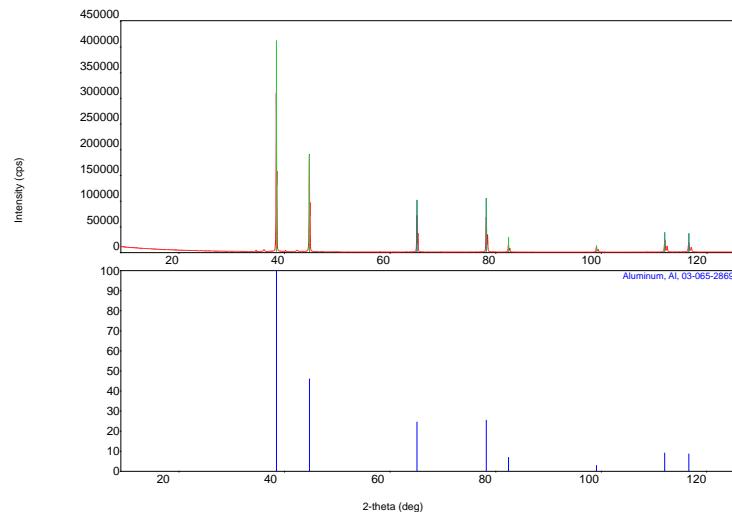


Рисунок 33 – Результаты РФА для сплава в закаленном

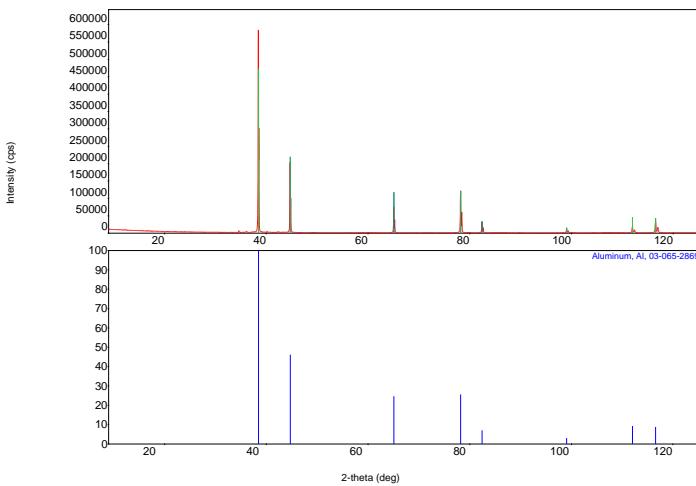


Рисунок 34 – Результаты РФА для сплава после КМО (0,3%)

Таким образом, анализ микроструктуры определялся с помощью методов сканирующей электронной микроскопии, включающий энергодисперсионную спектроскопию (ЭДС).

4.2 Результаты анализа структуры и состава сплава B95 в исходном состоянии

Микроструктура сплава B95 в исходном состоянии представлена на рис. 34. Исходное состояние сплава характеризуется мелкодисперсной структурой с выраженной ориентацией зерен в результате продольной прокатки (рис.35 (а)).

У сплава наблюдается высокая плотность упрочняющих мелкодисперсных частиц фаз: $MgZn_2$, $CuAl_2$, также в составе присутствовала и охрупчивающая фаза $FeAl_3$. По-видимому в сплаве присутствуют и более сложные фазы, такие как Т-фазы ($Al_2Mg_3Zn_3$), S-фазы (Al_2CuMg), однако для подтверждения этого факта необходимо провести локальный анализ методами электронной микроскопии. Размер упрочняющих фаз условно можно разделить на мелкодисперсные менее 1 мкм (рис. 35 (в)) и крупные конгломераты более 20 мкм (рис. 35 (б)). Элементный состав сплава в исходном состоянии представлен в таблице 12.

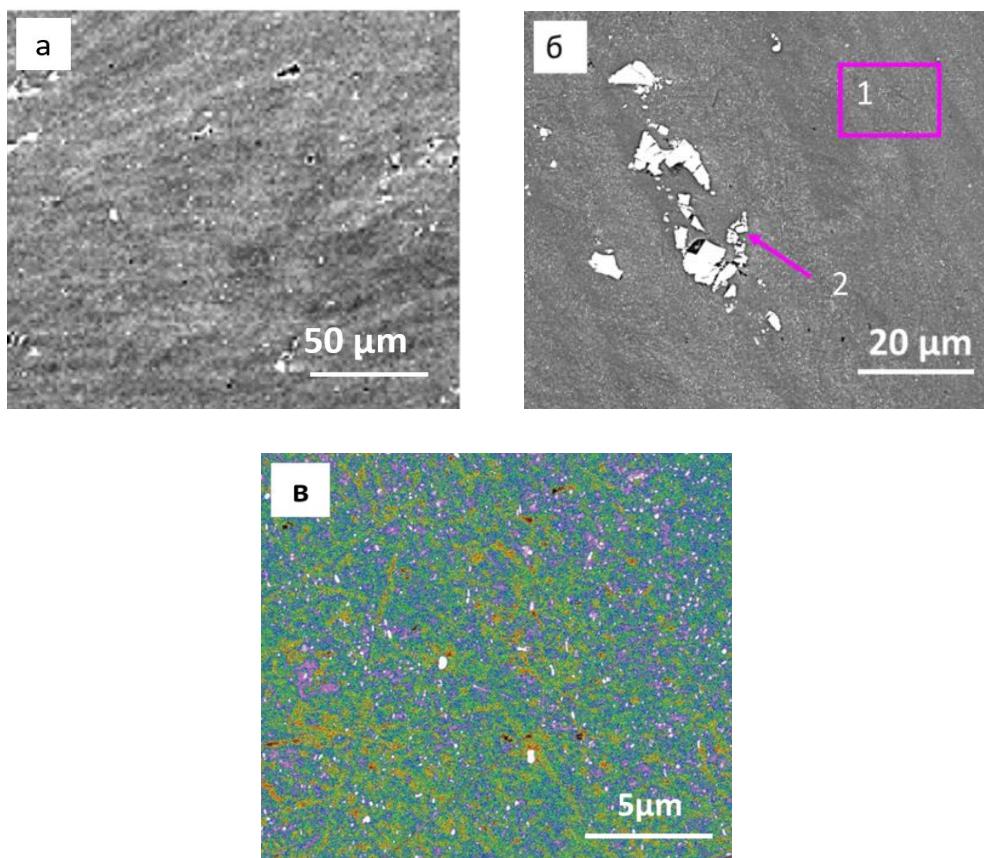


Рисунок 35 – Микроструктура сплава В95 в исходном состоянии

Таблица 12 – Результаты ЭДС сплава В95 в исходном состоянии

Элемент	Mass, %	Atom, %	Элемент	Mass, %	Atom, %
Зона 1			Зона 2		
Al	93,48	95,91	Al	78,92	88,96
Mg	1,84	2,09	Mn	2,45	1,38
Cu	1,35	0,59	Fe	12,15	6,61
Zn	3,33	1,41	Cu	3,52	1,68
			Zn	2,93	1,36

4.3 Результаты анализа структуры и состава сплава В95 после закалки

Микроструктура сплава В95 после закалки представлена на рис. 36. Из рисунка видно, что применение закалки привело к укрупнению зерна сплава: характерный размер зерен оценивается в пределах 100 - 200 мкм. Легирующие элементы Mg, Zn, Cu перешли в состав твердого раствора матрицы (таблица 13). По объему матрицы распределены мелкодисперсные частицы охрупчивающей фазы FeAl₃.

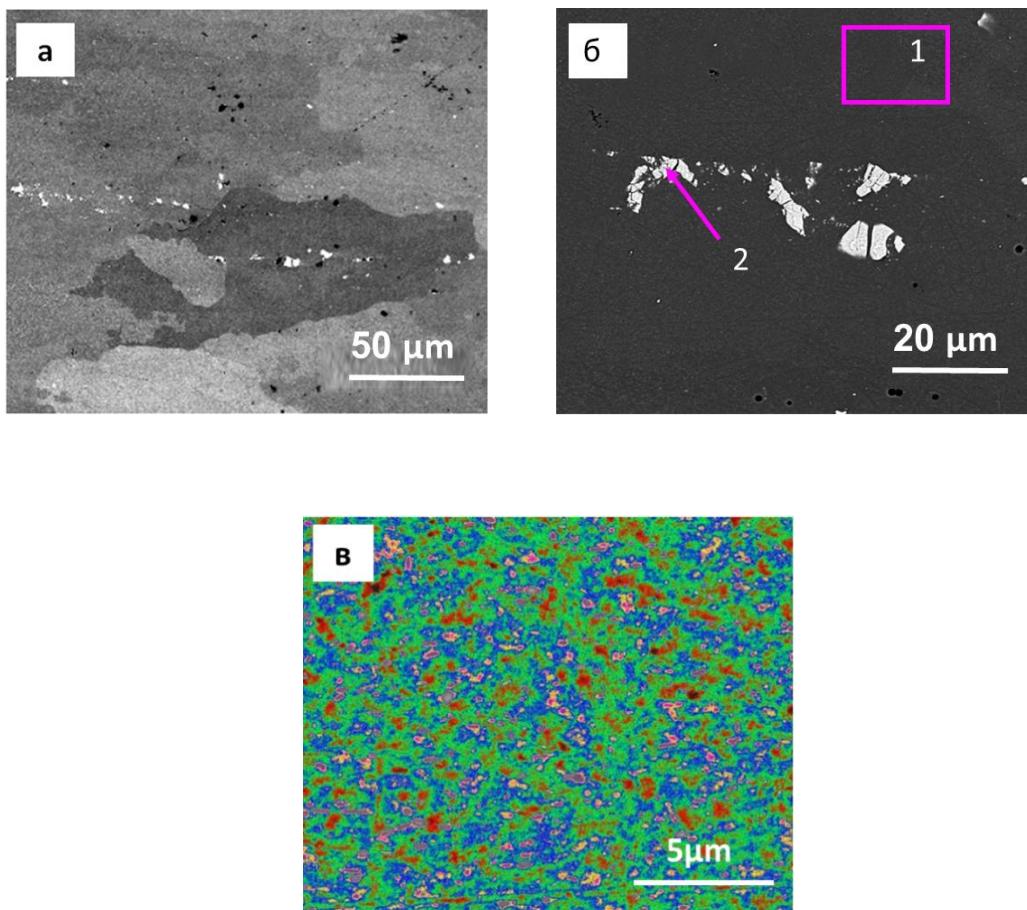


Рисунок 36 – Микроструктура сплава В95 после закалки

Таблица 13 – Результаты ЭДС сплава В95 после закалки

Элемент	Mass, %	Atom, %	Элемент	Mass, %	Atom, %
Зона 1			Зона 2		
Al	99,44	99,77	Al	75,14	86
Zn	0,56	0,23	Fe	24,55	13,57

4.4 Результаты анализа структуры и состава сплава В95 после КМО

Структура сплава после проведения КМО характеризуется как мелкофрагментированная ячеистая (рис 37 (б)). В объеме сплава присутствуют упрочняющие мелкодисперсные частицы, в составе которых наблюдаются фазы $MgZn_2$, $CuAl_2$ и $FeAl_3$. Размер упрочняющих частиц условно можно разделить на ультрамелкодисперсные, размер которых не превышает 1 мкм, и крупнодисперсные конгломераты с размерами 15 - 20 мкм. Элементный состав сплава после КМО представлен в таблице 14.

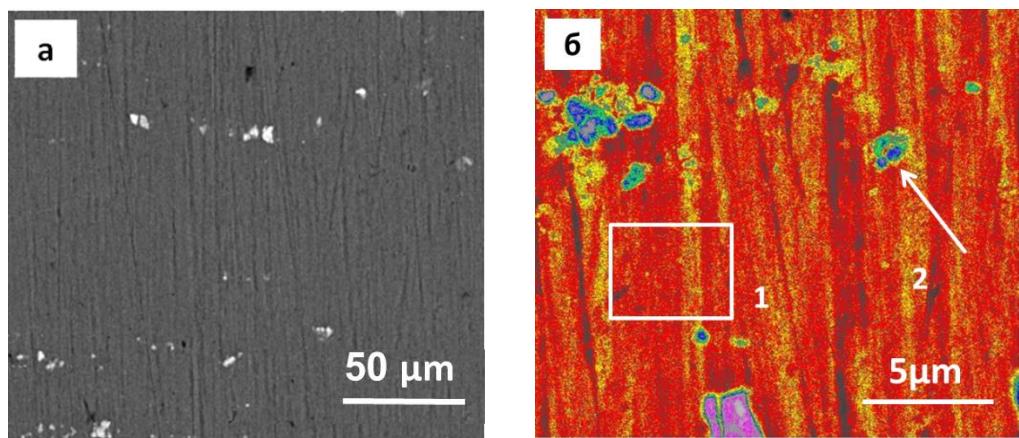


Рисунок 37 – Микроструктура сплава В95 после криомеханической обработки (0,3%)

Таблица 14 – Результаты ЭДС сплава В95 после КМО (0,3%)

Элемент	Mass, %	Atom, %	Элемент	Mass, %	Atom, %	Элемент	Mass, %	Atom, %
Зона 1			Зона 2			Зона 3		
Al	83,97	84,27	Al	65,09	74,25	Al	69,26	77,43
Mg	1,85	2,06	Mg	0,52	0,66	Mg	0,76	0,95
Mn	0,29	0,14	Mn	5,47	3,06	Mn	4,6	2,53
Fe	0,05	0,02	Fe	12,48	6,88	Fe	10,69	5,77
Cu	1,51	0,64	Cu	6,29	3,05	Cu	5,39	2,56
Zn	5,61	2,32	Zn	2,64	1,24	Zn	2,55	1,18

4.5 Анализ дополнительных морфологических признаков сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и КМО

Плотность мелких включений сплава В95 для всех состояний (исходное, закалка, КМО) определялась с помощью ФАСИ через подсчет размеров и количества окрашенных пикселей (в совокупности площади включений, характерных для структурных составляющих выделений для выбранной площади). Плотность крупных включений, входящих в состав сплава, определяли металлографическим методом по ГОСТ 1778-70 [133]. Обобщенные данные по морфологическим признакам сплава для всех режимов обработки представлены в таблице 15.

Из таблицы видно, что для исходного состояния объемная доля крупных упрочняющих фаз составляет не более 0,03% от общего количества

упрочняющих частиц. Общая объемная доля мелкодисперсной фазы в сплаве находится на уровне $2,7 \times 10^7/\text{мм}^3$.

После проведения закалки объемная плотность крупных частиц сократилась в 4 раза до $6 \times 10^2/\text{мм}^3$, объемная доля мелкодисперсных частиц с размером менее 1 мкм увеличилась до $3,7 \times 10^7/\text{мм}^3$. Доля крупных упрочняющих фаз сократилась в 4,5 раза до 0,006% от общего количества упрочняющих частиц.

Таблица 15 – Морфологические признаки структуры сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и КМО обработки.

№	Вариант обработки	Описание структуры	Функция распределения частиц структурных составляющих по размерам	$\rho_{\text{МВ}}^*$		$\rho_{\text{КВ}}$		Доля крупных частиц в общем числе выделений, %				
				Поверх.	$10^6/\text{мм}^2$	Объемн,	$10^6/\text{мм}^3$	Поверх	$10^2/\text{мм}^2$	Объемн,	$10^2/\text{мм}^3$	
1	Исходное	мелкодисперсная структура с выраженным направлением ориентации зерен	логарифмический нормальный закон	9		27,0		180		24		0,027
2	Закалка	выраженная крупнозернистая структура	логарифмический нормальный закон	11		36,5		72		6		0,006
3	КМО (0,3%) + Ст	мелкодисперсная ячеистая структура с выраженной текстурой	логарифмический нормальный закон	35		207,1		112		12		0,003

* $\rho_{\text{МВ}}$ – плотность (количество) мелких включений с размерами менее 1 мкм; $\rho_{\text{КВ}}$ – плотность крупных включений с размерами более 20 мкм.

Криомеханическая обработка сплава привела к резкому увеличению объемной плотности ультрамелкодисперсных фаз по сравнению с первоначальным исходным состоянием: объемная плотность частиц увеличилась в 7,6 раз до $20,7 \times 10^7/\text{мм}^3$. Доля крупных включений уменьшилась в 9 раз по сравнению с исходным состоянием.

Выводы по главе №4:

1. Исходное состояние сплава В95 характеризуется мелкодисперсной структурой с выраженной ориентацией зерен в направлении продольной прокатки, в составе которого присутствуют крупные (с размером 20 мкм) и мелкодисперсные частицы (с размером 1 мкм) упрочняющей фазы с составом $MgZn_2$, $CuAl_2$, $FeAl_3$. Объемная доля мелкодисперсных фаз составляет 99,7% от общего числа дисперсных выделений;
2. Термообработка в виде закалки позволила растворить значительную часть крупных выделений, а также перевести легирующие элементы Mg, Zn, Cu в состав твердого раствора матрицы. Зерно сплава укрупнилось до 100-200 мкм.
3. Криомеханическая обработка привела к формированию мелкофрагментированной ячеистой структуры с высокой плотностью ультрамелколисперсных частиц, объем которых по сравнению с исходным состоянием больше в 7,6 раз.
4. Анализ структуры сплава после криомеханического упрочнения можно сделать вывод, что повышение прочностных свойств и трещиностойкости связаны прежде всего с деформационным механизмом упрочнения (образование ячеек с дислокационными границами) и дисперсионным механизмом (повышение плотности мелкодисперсных включений)

ГЛАВА 5. ИССЛЕДОВАНИЕ ИНТЕГРАЛЬНОЙ ПРОЧНОСТИ СПЛАВА В95

5.1 Количественная оценка структурных факторов, влияющих на механическую прочность сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и после КМО

Композиционный подход для оценки прочности был проверен экспериментально. За базу для сравнения был выбран предел прочности сплава во всех состояниях обработки, полученный стандартным методом при сжатии (п.3.1). На первом этапе в сечении образца с помощью ФАСИ было определено количество структурных составляющих, выделенные различными цветами, после чего были определены доли этих структурных составляющих на исследуемой поверхности. Результаты их измерения для всех трех состояний приведены в таблице 16.

Таблица 16 – Доли поверхности сечения, окрашенные в цвета выделенных интервалов спектра яркости отражения видимого света

Состояния сплава		Цвета выделенных интервалов спектра отражения (I)				
		красный	зеленый	синий	желтый	белый
Исходное	1	0,2734	0,4334	0,1761	0,0591	0,058
	2	0,3469	0,4247	0,1192	0,0766	0,0326
	3	0,195	0,4468	0,239	0,0,0388	0,08
	4	0,2276	0,4665	0,2103	0,0419	0,0537
	5	0,3324	0,3965	0,1387	0,081	0,0523
Закаленное	1	0,1632	0,2394	0,1606	0,0577	0,5202
	2	0,1174	0,0,1599	0,1508	0,0516	0,5202
	3	0,2093	0,31`9	0,1734	0,0639	0,2315
	4	0,1887	0,2739	0,1642	0,8651	0,3082
	5	0,1357	0,2149	0,1686	0,0465	0,4342
КМО	1	0,1583	0,258	0,1821	0,0505	0,3511
	2	0,1638	0,2663	0,1832	0,0521	0,3346
	3	0,1537	0,2535	0,1826	0,0485	0,3616
	4	0,4665	0,2103	0,0341	0,2276	0,0615
	5	0,1542	0,2509	0,1902	0,0491	0,3657

Данные таблицы 16 были получены на пяти достаточно крупных фрагментах. Это требуется из-за того, что каждый фрагмент должен иметь

достаточно однородное распределение всех структурных составляющих сплава, что подтверждается данными рис. 38 (а-в)

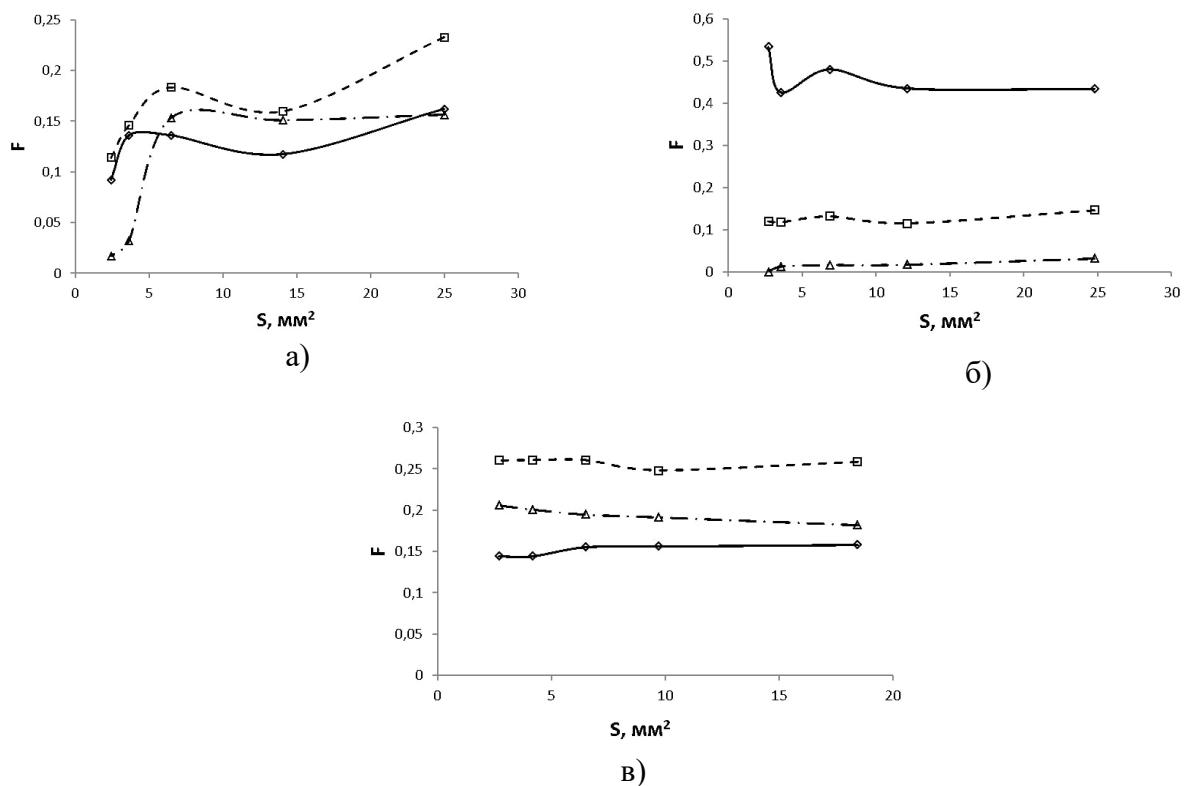


Рисунок 38 – Доли поверхностей (F), окрашенных в выбранные интервалы спектра яркости отражения (красный –, зеленый - - -, синий - · -) в зависимости от площади фрагмента ($S, \text{мм}^2$) для сплава: в исходном состоянии (а) после закалки (б) после КМО (в)

Из рисунков видно, что доли поверхности, окрашенные в цвета выбранных интервалов, сохраняют относительно стабильные значения при площадях фрагментов более 12 мм^2 . С учетом этого обстоятельства нами были выбраны размеры фрагментов для оценки долей поверхностей, окрашенных в выбранные цвета.

Для проверки гипотезы композиционного подхода о возможности представить величину предела прочности материала как сумму парциальных значений прочности окрашенных структурных составляющих, умноженных на соответствующие им доли, были составлены системы линейных уравнений с пятью неизвестными, которые в общем виде можно записать как:

$$S_{11} \times \sigma_1 + S_{12} \times \sigma_2 - S_{13} \times \sigma_3 + S_{14} \times \sigma_4 + S_{15} \times \sigma_5 = \sigma$$

$$\begin{aligned}
 S_{21} \times \sigma_1 + S_{22} \times \sigma_2 - S_{23} \times \sigma_3 + S_{24} \times \sigma_4 - S_{25} \times \sigma_5 &= \sigma \\
 S_{31} \times \sigma_1 + S_{32} \times \sigma_2 - S_{33} \times \sigma_3 + S_{34} \times \sigma_4 + S_{35} \times \sigma_5 &= \sigma \\
 S_{41} \times \sigma_1 + S_{42} \times \sigma_2 - S_{43} \times \sigma_3 + S_{44} \times \sigma_4 + S_{45} \times \sigma_5 &= \sigma \\
 S_{51} \times \sigma_1 + S_{52} \times \sigma_2 - S_{53} \times \sigma_3 + S_{54} \times \sigma_4 + S_{55} \times \sigma_5 &= \sigma
 \end{aligned} \tag{45}$$

S_{ij} - обозначены доли структурных составляющих; σ_i – значения парциальных значений прочности структурных составляющих сплава, окрашенных в соответствующие цвета, σ - значение предела прочности соответствующего образца, определенного из результатов механических испытаний.

Эта система уравнений должна удовлетворять 2 требованиям: 1. число неизвестных должно быть равно числу уравнений; 2 сумма долей структурных составляющих должна быть равна 1 ($\sum S_i = 1$).

Для решения системы уравнений была написана компьютерная программа, помошью которой были найдены значения парциальных значений прочности для всех исследованных структурных составляющих, полученных с помощью ФАСИ (таблица 17).

Таблица 17 – Парциальные значения прочности структурных составляющих для исследованных структурных составляющих.

Состояние	Парциальные значения прочности в интервалах, МПа				
	Красный	Зеленый	Синий	Желтый	Белый
Исходное	2652,3	18,916	2512,5	-28,15	-21,73
Закаленное	1155	328,41	764,08	4,857	613,68
КМО	1744,8	1009,9	-171,2	-1361	946,18

Подстановка полученных значений парциальной прочности в уравнения (45) подтвердили правомерность предложенного подхода к определению прочности отдельных структурных составляющих по данным механических испытаний и результатов ФАСИ поверхности испытанных образцов.

Результаты расчетов значений суммарной прочности представлены в таблице 18. Из данных таблицы видно, что значения прочности, полученные помошью метода ФАСИ, практически совпадают с данными, полученными с помошью испытания на сжатие. Этим доказана справедливость принципа композиционного подхода к описанию прочности алюминиевого сплава В95.

Таблица 18 – Морфологические признаки структуры сплава В95 в исходном состоянии, после закалки и КМО обработки.

Состояние	σ_b , по стандартной методе	σ_i , МПа	σ_b по ФАСИ, МПа	σ_b по ФАСИ ср. знач., МПа
Исходное	1011,25	2652,3	1172,86	950,81
		18,916	1011,27	
		2512,5	1197,19	
		-28,15	1138,52	
		-21,73	1234,22	
Закалка	622,83	1155	622,80	628,06
		328,41	622,79	
		764,08	649,13	
		4,857	622,80	
		613,63	622,80	
КМО + Ст	768,88	1744,8	768,87	768,87
		1009,9	768,87	
		-172,2	768,87	
		-1361	768,89	
		946,18	768,87	

σ_i - парциальные значения прочности структурных составляющих для исследованных структурных составляющих

Выводы по главе №5

1. Проведенные исследования показали, что прочность сплава аддитивно связана с значениями парциальных прочностей его структурных составляющих умноженных на соответствующие доли поверхности сечения образца, определенных по данным фотометрического анализа структурных изображений (ФАСИ);
2. Разработан способ определения парциальных прочностей структурных составляющих сплавов, получивший экспериментальное подтверждение.

Основные выводы

1. Разработана лабораторная комплексная технология криомеханического упрочнения сплава В95, которая позволила повысить предел прочности сплава В95 до 10% с одновременным повышением трещиностойкости на 26% и локальной трещиностойкости более чем в 2 раза.
2. Разработана методика определения характеристик трещиностойкости на малогабаритных образцах по схеме нагружения внедрением клина, позволяющая корректно оценивать трещиностойкость сплава В95 по аналогии со стандартными образцами на внецентренное растяжение;
3. Разработанный метод оценки КИН с помощью метода ФАСИ является неразрушающим, что позволяет определять характеристики разрушения на всех стадиях эксплуатации реальной конструкции;
4. Разработана методика определения энергии зарождения микротрещины сплава В95 с помощью ФАСИ;
5. Установлено, что структура играет большую роль в формировании свойств сплава В95. Сплав в исходном состоянии обладает мелкодисперсной структурной с высокой плотностью ультрамелкодисперсных упрочняющих фаз $MgZn_2$, $CuAl_2$ с размерами менее 1 мкм (объемная плотность $\rho_{mb} = 27 \times 10^6 / \text{мм}^3$). Объемная доля ультрамелкодисперсных фаз составляет 99,7% от общего объема упрочняющих фаз. Проведение КМО позволило сформировать мелкофрагментированную ячеистую структуру, объемная плотность ультрамелкодисперсных частиц $MgZn_2$, $CuAl_2$ которой в 7,6 раз больше по сравнению с исходным состоянием сплава В95. Это увеличение произошло за счет уменьшения объемной доли крупных конгломератов дисперсных частиц в результате предварительной закалки и последующего выделения при КМО уже в виде ультрамелкодисперсных фаз.

6. Установлено, что титановое покрытие повышает значение КИН образцов из сплава В95 на 70% по сравнению с образцами после КМО. Упрочнение за счет нанесения покрытия связано с изменением условий выхода дислокаций на поверхность материала в процессе деформации и с формированием упрочняющей фазы $TiAl_3$ на поверхности;
 7. Установлено, что упрочнение сплава после КМО обусловлено 2 основными механизмами упрочнения: деформационным за счет образования ячеек с дислокационными границами и дисперсионным за счет повышения плотности мелкодисперсных включений.
8. Разработан способ определения парциальных прочностей структурных составляющих сплава В95, получивших экспериментальное подтверждение со стандартными механическими свойствами для всех режимов обработки.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. В.В. Антипов. Алюминиевые деформируемые сплавы. Авиационные материалы и технологию S, 2012г. с 167-182
2. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. Москва: Металлургия, 1986. 223 с.
3. Красовский А.Я. Физические основы прочности. К.: Наук. Думка, 1977. 140с.
4. Берштейн М.Л. Займовский М.А. Структура и механические свойства металлов. М.: Металлургия, 1970. 472 с.
5. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть 1. Дефекты решетки М.: МИСИС, 1999. 384 с.
6. Коттрелл А.Х. Теоретические аспекты процесса разрушения // Атомный механизм разрушения. М.: Металлургиздат, 1963. С. 30-68
7. Гилман Дж. Скол, пластичность и вязкость кристаллов // Атомный механизм разрушения. М.: Металлургиздат, 1963. С. 220-250.
8. Новиков И.И., Ермишкин В.А. Физическая механика реальных металлов. Монография. М.: Наука, 2004. 328 с.
9. AverbachB.L. Micro and macro crack formation // International Conference on Fracture. First. Japan, 1965, Tokyo. 1966. Vol.2. P. 747-778
10. Smith E. Cleavage crack formation and the effect of the structure on the nucleating deformation process // Acta Met. 1968. Vol. 16, N. 3. P. 313-320.
11. Подрезов Ю.Н., Горная И.Д., Даниленко В.И. Анализ параметров упрочнения молибдена, испытанного при разных температурах // Электронная микроскопия и прочность материалов: Сб. научн. тр. — К.: ИПМЭ НАН Украина, 2008. С. 43-50.
12. Финкель В.М., Воронов И.Н., Савельев А.М. и др. Торможение быстрых трещин некоторыми структурными дефектами // Пробл. прочности. 1970. № 3, С. 8-16.

- 13.Трефилов В. И., Моисеев В. Ф., Печковский Э. П. и др. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических материалов / Под ред. В. И. Трефилова.К.: Наук. думка, 1987. — 248 с.
- 14.Bhanu Prakash P. Effect of pass reduction on microstructure, mechanical properties and texture of hot-rolled 7075 alloy // Materials Characterization. 2019.-Volume 147.P. 324-339.
- 15.Нотт Д.Ф. Основы механики разрушения. М.: Металлургия, 1978. 256 с.
- 16.H.M.M.A. Rashed, A.K.M. Bazlur Rashid / Reference Module in Materials Science and Materials engineering Comprehensive Materials Finishing (2017) 337–371.
- 17.Kannan, C., Ramanujam, R./ Journal of Advanced Research 8 (2017) 309-319.
- 18.M.H. Shaeri et al. / Progress in Natural Science: Materials International 25 (2015) 159–168.
- 19.X. Xuetal./Materials Science & Engineering A648 (2015) 367–370.
- 20.L. Kurmanaeva, T.D. Topping/ Journal of Alloys and Compounds (2015) 591-603.
- 21.P.N. Rao, D. Singh, R. Jayaganthan/ Material Design 56 (2014) 97-104.
- 22.Abd El-Aty, A., Xu, Y., Guo/ Journal of Advanced Research (2017) in Press.
- 23.Anderson T. L., Fracture mechanics: Fundamentals and applications. NewYork, CRC Press LLC, 1995, 688 p.
24. Иванова В.С., Ермишин В.А., Прочность и пластичность тугоплавких металлов и монокристаллов М., Металлургия, 1976, 80с
- 25.Разрушение. Ред. Г. Либович, Пер. с англ. В.Г. Глебовского. М.: Мир, 1976 г. 797 с.
- 26.Актуальные вопросы теории дислокации. М.: Мир, 1968. 310 с.
- 27.Калин Б.А. (ред.) Физическое материаловедение. Том 4. Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование. Учебник для вузов: В 6 т. Том 4. — М.: МИФИ, 2008. — 696 с.

- 28.Приходько В.М., Петрова Л.Г., Чудина О.В. Металлофизические основы разработки упрочняющих технологий Монография. — М.: Машиностроение, 2003. — 384 с.: ил. — ISBN 5-217-03219-7.
- 29.Orovan E. in Dislocations in Metals, New York,AIME, 1954.
- 30.Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. К.: Наук. думка, 1975. 315 с.
- 31.Физическое материаловедение: в 3-х т, 3-е изд. /Под ред. Кана Р. У., Хаазена П.Т. 2: Фазовые превращения в металлах и сплавах и сплавы с особыми физическими свойствами: Пер с анг.- М.: Металлургия, 1987, 624 с.
- 32.Taylor G.I. Plastic strain in metals // J. Inst. Metals. – 1938. – Vol. 62. – P. 307–324.
- 33.Kuhlmann - Wilsdorf D./ Trans. A1ME. 1962. V. 224. P. 1047-1051
- 34.Гилман Дж. Дж. Физическая природа пластического течения и разрушения// Механика. М.: Мир, 1962. С.14-27
- 35.Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. 3-е изд. – М.: МИСИС, 2005, -432с.
- 36.Иванова В. С., Гордиенко Л. К., Геминов В.Н. Роль дислокаций в упрочнении и разрушении металлов. Монография. — Москва: Наука, 1965. — 180 с.
- 37.Избранные труды В. И. Добаткина. – М.: ВИЛС, 2001 – 668с.
- 38.Елагин, В.И. Пути развития высокопрочных и жаропрочных конструкционных алюминиевых сплавов в XXI столетии [Текст]/ В.И. Елагин / Металловед. и терм. обр-ка металлов: науч.-техн. и произв. журн, - №9.-2007. С.3-11.
- 39.Том 4. Физические основы прочности. Радиационная физика твердого тела. Компьютерное моделирование/ Е.Г. Григорьев, Ю.А. Перлович, Г.И. Соловьев, А.Л. Удовский, В.Л. Якушин. – М.: МИФИ, 2008. –696 с.
- 40.Пластичность и прочность микро- и нанокристаллических материалов (Обзор). Г.А. Малыгин. Физика твердого тела, 2007, том 49, вып. 6

- 41.А. Келли. Высокопрочные материалы. Пер. С.Т. Милейко. М.: Мир, Москва 1976, 256с
- 42.Механизмы пластической деформации в нанокристаллических металлах и сплавах. Скиба Н.В., диссертация к.ф-м.н, Санкт-Петербург, 2004, 166с.
- 43.Гордиенко Л.К. Субструктурное упрочнение металлов и сплавов. Изд-во Наука, 1973, 224с.
- 44.Фридель Ж. Дислокации. Пер. с англ. М. Мир. 1967. 643 с / Гольдштейн М.И., Литвинов В.С., Бронфин Б.М. Металлофизика высокопрочных сплавов: Учебное пособие для вузов. М.: Металлургия. 1986. 312 с.
- 45.Саррак В. И., Суворова С. О., Ширяев В.И./Взаимодействие между дислокациями и атомами примесей и свойства металлов. - Тула: ТПИ, 1974. С. 20-38.
- 46.Структура и механические свойства металлов. Пер. с англ. М., Металлугия, 1967, 383с.
- 47.Халл Л. Введение в дислокации. М.: Атомиздат, 1968. — 280 с.
- 48.Физические основы упрочнения и разрушения материалов: учебное пособие / В. Р. Бараз, М. А. Филиппов. — Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2017. — 192 с.
- 49.Гольдштейн М. И., Фарбер В. М. Дисперсионное упрочнение стали. М.: Металлургия, 1979. — 208 с.
- 50.Справочник по авиационным материалам. Том 2. ч. 1 Алюминиевые сплавы. Изд. 5 Изд-во Машиностроение, 1965, с 455. Ред-ры С.И. Кишкина, И.Н. Фридляндер
- 51.Алюминиевые сплавы. Справочник. В. М. Белецкий под общей ред. И.Н. Фридляндра - К.: КОМИНТЕХ ,2005. – 365 с.
- 52.Механические свойства конструкционных материалов при низких температурах. Сборник научных трудов. Пер. Э. З. Непомнящей. М.: Металлургия, 1983
- 53.Вязкость разрушения алюминиевых сплавов. Кудряшов В.Г., Смоленцев В.И. М., "Металлургия", 1976.296с.

- 54.СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КРИОПРОКАТАННОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Д16. Диссертация. Крымский С.В.Уфа, 2015
- 55.Новые высокопрочные алюминиевые сплавы и материалы О.Г. Сенаторова. Технология легких сплавов 2007, №2
- 56.Алюминий и его сплавы: Учебное пособие / Сост. А.Р.Луц, А.А. Суслина. – Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2013. – 81 с.:
- 57.P. Das et al. / Materials Science and Engineering A 528 (2011) 7124– 7132
- 58.Mechanical Properties of Spray Cast 7XXX Series Aluminium Alloys. Elmas SALAMCI. Turkish J. Eng. Env. Sci. 26 (2002) , 345 - 352.
- 59.Елагин, В.И. Пути развития высокопрочных и жаропрочных конструкционных алюминиевых сплавов в XXI столетии [Текст]/ В.И. Елагин / Металловед. и терм. обр-ка металлов: науч.-техн. и произв. журн.,- №9.-2007. С. 3-11.
- 60.P. Dungore, A. Agnihotr/ SPECIAL HEAT TREATMENT PRACTICES FOR AEROSPACE ALUMINUM ALLOYS. HEAT TREATING PROGRESS • MAY/JUNE 2008
- 61.Mechanical Properties Data for Selected Aluminum Alloys.Mechanics and Mechanisms of Fracture: An Introduction Alan F. Liu, p397-409
- 62.Фридляндер И.Н. Высокопрочный конструкционный Al-Cu-Li-Mg сплав пониженной плотности, легированный серебром. Металловедение и термическая обработка металлов, 2007, №6
- 63.S. Mohan Kumar et al. / Procedia Engineering 97 (2014) 178 – 185
- 64.Высокопрочные трещиностойкие слоистые алюмостреклопластики класса СИАЛ. Перспективный материал для авиационных конструкций. О.Г. Сенаторова. Технология легких сплавов №2, 2009
- 65.Современные алюминиевые и магниевые сплавы и композиционные материалы на их основе. И.Н. Фридляндер. Металловедение и термическая обработка металлов. №7, 2002г.

67. В.В. Антипов. Алюминиевые деформируемые сплавы. Авиационные материалы и технологию S, 2012г. сс 167-182
68. В.В. Антипов, О.Г. Сенаторова. Алюминиевые деформируемые сплавы, с. 167-182
69. Патент РФ № 2449037. Сверхпрочный сплав на основе алюминия// Захаров В.В., Ростова Т.Д./ Зарегистрирован в государственной реестре 27.04
70. Фридляндер, И.Н. Высокопрочные сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu[Текст] / И.Н. Фридляндер, О.Г. Сенаторова, Е.А. Ткаченко – М.: Машиностроение, т.2-3, 2001. – С. 94-128.
71. Фридляндер, И.Н. Высокопрочные сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu[Текст] / И.Н. Фридляндер, О.Г. Сенаторова, Е.А. Ткаченко – М.: Машиностроение, т.2-3, 2001. – С. 94-128.
72. Фридляндер, И.Н. Перспективные алюминиевые сплавы [Текст] / И.Н. Фридляндер // «Технология легких сплавов», №4. 2002
73. Фридляндер И.Н. Проблемы металловедения и металлургии алюминиевых сплавов//История металлургии легких сплавов СССР. – М.: Наука, 1988, с.48-61
74. Елагин В.И., Захаров В.В., Дриц А.М. Структура и свойства сплавов системы Al-Zn-Mg. М.: Металлургия, 1982. 222с.
75. Елагин, В.И. Разработка перспективных алюминиевых сплавов, легированных скандием. / Елагин, В.В. Захаров, Т.Д. Ростова, Ю.А. Филатов // В кн. Перспективные технологии легких и специальных сплавов. М.: Физматлит, 2006. - 432 с
76. Захаров, В.В. Металловедческие принципы легирования алюминиевых сплавов скандием / В.В. Захаров, В.И. Елагин, Т.Д. Ростова, Ю.А. Филатов // Технология легких сплавов. - 2010. - № 1. - С. 67-76
77. Добаткин В. И. О структурном упрочнении алюминиевых сплавов // Металловедение легких сплавов. — М.: Наука, 1965. С. 116–124
78. Воронов С. М., Елагин В. И. Исследование явления пресс-эффекта в алюминиевых сплавах // Там же, 1958. Вып. 34. С. 5–157

79. Елагин В.И. Легирование деформируемых алюминиевых сплавов переходными металлами. Металлургия. 1975. 248 С
80. Richard Rajan, Paul Kah, Belinda Mvola and Jukka Martikainen. Trends in aluminium alloy development and their joining methods. Rev.Adv.Mater.Sci. 44 (2016) 383 – 397.
81. Фридляндер И.Н. Алюминиевые деформируемые конструкционные сплавы. Металлургия. 1979. 208 С
82. Фридляндер, И.Н. Высокопрочные сплавы системы Al-Zn-Mg-Cu [Текст] / И.Н. Фридляндер, О.Г. Сенаторова, Е.А. Ткаченко – М.: Машиностроение, т.2-3, 2001. – С. 94-128.
83. Романова Р.Р., Сенаторова О.Г., Укусникова А.Н. и др. Влияние ступенчатого старение на структуру и механическое и коррозионные свойства сплава В95 пч// ФММБ 1995. т. 80, вып. 4, С 110 -118
84. Структура и свойства полуфабрикатов из алюминиевых сплавов/ под. Ред. Ливанова В.А., Елагина В.И. – М.:Металлургия. 1984
85. Горелик, С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов / М. Л. Бернштейн, С. В. Добаткин, Л. М. Капуткина // М.: МИСИС, – 2005. 432с
86. И.А. Гиндин, Я.Д. Стародубов, П.А. Хаймович //Проблемы прочности. 1973, №7, с. 122–123. 10.И.А. Гиндин, С.Ф. Кравченко, Я.Д. Стародубов. Экструзия металлов при 77...4,2К //Прибор
87. Гиндин И.А., Неклюдов И.М. Физика программного упрочнения. Киев: Наук. Думка, 1979.-184С.
88. Справ. К.У Бессерер. Инженерный справочник по управляемым снарядам. М., Воениздат, 1962, 624с.
89. Прикладные вопросы вязкости разрушения. Пер. с англ. Б.А. Дроздовского 1964, с. 552
90. Irwin G.R. Analysis of stresses and strains near the end of the cracks traversing a plate. J.Appl. Mech. 24.24, 1957, pp 361-364
91. Моргунова Н.Н., Клыпин Б.А., Бояршинов В.А., Тараканов Л.А., Манегин Ю.В. Сплавы молибдена. М.: Металлургия. 1975. — 392 с.

- 92.Механика хрупкого разрушения. Г.П. Черепанов. М.: Наука, Гл. ред. физ-
мат литературы, 1974. - 640 с.
- 93.Черепанов Г. П., Ершов Л. В. Механика разрушения., «Машиностроение»,
1977 г., 224 с.
- 94.Николаева Е. А. Основы механики разрушения. Учеб пособие Пермского
государственного технического университета. 2010 г. 103 с.
- 95.Новиков И. И., Ермишкин В. А., Гребнева В. С. и др. Дислокационно-
сдвиговый механизм разрушения// Физика прочности и пластичности. Л.:
Наука, 1986. С. 56-64
- 96.Валиев, Р.З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной
пластической деформацией / Р.З. Валиев, И.В. Александров. – М.: Логос,
2000.– 272 с.
- 97.Утяшев, Ф.З. Деформационные методы получения и обработки
ультрамелкозернистых и наноструктурных материалов / Ф.З. Утяшев, Г.И.
Рааб. – Уфа.: Гилем, НИК «Башкирская энциклопедия», 2013. – 376 с.
- 98.Мулюков, Р.Р. Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов:
эксперимент, теория, технологии / Р.Р. Мулюков, Р.М. Имаев, А.А.
Назаров, В.М. Имаев, М.Ф. Имаев, В.А. Валитов, Р.М. Галлеев, С.В.
Дмитриев, А.В. Корзников, А.А. Круглов, Р.Я. Лутфуллин, М.В.
Маркушев, Р.В. Сафиуллин, О.Ш. Ситдиков, В.Г. Трифонов, Ф.З. Утяшев;
под ред. Мулюкова Р.Р., Имаева Р.М., Назарова А.А., Имаева В.М., Имаева
М.Ф. – М.: Наука, 2014. – 284 с.
- 99.Гиндин, И.А. О структуре и механических свойствах меди, прокатанной
при 4,2-300°К / И.А. Гиндин, М.Б. Лазарева, В.П. Лебедев, Я.Д.
Стародубов, В.М. Мацевитый, В.И. Хоткевич // Физика металлов и
металловедение. – 1967. – Т. 24. – № 2. – С. 347-353.
100. Гиндин, И.А. Структура и прочностные свойства металлов с предельно
искажённой кристаллической решёткой / И.А. Гиндин, Я.Д. Стародубов,
В.К. Аксёнов // Металлофизика. – 1980. – Т. 2. – № 2. – С. 49-67.

101. Стародубов, Я.Д. Квазигидроэкструдирование металлов в диапазоне температур 300-4,2° К / Я.Д. Стародубов, П.А. Хаймович // Проблемы прочности. – 1975. – № 10. – С.116-117.
102. Гиндин, И.А. Влияние температуры прокатки на структуру и свойства поликристаллической меди / И.А. Гиндин, В.М. Мацевитый, Я.Д. Стародубов // Физика металлов и металловедение. – 1970. – Т. 30. – С. 986-900.
103. Гиндин, И.А. О дефектах кристаллической решетки меди, прокатанной при низких температурах / И.А. Гиндин, М.Б. Лазарева, В.М. Мацевитый, Я.Д. Стародубов, В.П. Лебедев // Физика металлов и металловедение. – 1967. – Т. 23. – № 4. – С. 756-758.
104. S. V. Krymskiy, E. V. Avtokratova, O. Sh. Situdikov, A. V. Mikhaylovskaya, M. V. Markushev. Phys. Met. Metallogr. 226, 676 (2015).
105. E. Avtokratova, S. Krymskiy, A. Mikhaylovskaya, O. Situdikov, M. Markushev. Mater. Sci. Forum. 838, 367 (2016).
106. S. V. Krymskiy, R. R. Ilyasov, E. V. Avtokratova, O. Sh. Situdikov, M. V. Markushev. Prot. Met. Phys. Chem. Surf. 53, 1091 (2017).
107. K. Gopala Krishna, Goutam Das, K. Venkateswarlu, K. C. Hari Kumar. Trans Indian Inst Met (2017) 70(3):817–825
108. Amit Joshi, Nikhil Kumar, K.K. Yogesha, R. Jayaganthan, and S.K. Nath JMEPEG (2016) 25:3031–3045
109. Авторское свидетельство №1786132. Способ механико-термической обработки конструкционных сплавов. / Новиков И.И., Ермишкин В.А., Кулагин С.П. и др. Бюллетень изобретений. - № 1. – 1993
110. VA Yermishkin, P Tamayo Meza, N Munoz Aguirre. Key Engineering Materials Vol. 449 (2010) pp 96-103
111. ГОСТ 25.506-97. Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытания на сжатие.
112. Феодосьев В. И. Сопротивление материалов: Учебник для вузов – 9-е изд., перераб. - М.: Наука. Гл. ред. Физ. - мат. Лит 1986. 512 с.

113. Монокристаллы тугоплавких и редких металлов. М., «Наука», 1971 (Имет АН СССР). 184 с.
114. Справочник по авиационным материалам. Цветные сплавы, ч.1. под ред. С.И. Кишкина, И. Н. Фридляндер. М.: Машиностроение, Москва, 1965 г.
115. ГОСТ 25.506-85. Методы механических испытаний металлов. Определение характеристик трещиностойкости (вязкости разрушения) при статическом нагружении. Государственный комитета СССР по стандартам. Москва. 1985 г.
116. Справочник по коэффициентам интенсивности напряжений: в 2-х томах. Т.1: Пер. с англ./Под ред. Ю. Мураками. – М.: Мир, 1990. 448 с.
117. Ермишkin В. A., Пластиинин В. M. Кристаллографические особенности хрупкого разрушения монокристаллов молибдена / Проблемы прочности. 1978, № 4, с. 90-95.
118. Туманов Н.В. Устойчивый рост усталостных трещин: микромеханизм и математическое моделирование. Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2018;84(11):52-69. <https://doi.org/10.26896/1028-6861-2018-84-11-52-69>
119. Физико-химическая кристаллография. Мейер К. Перев. С нем. М., Металлургия, 1972, с. 480
120. Атомный механизм разрушения. Материалы международной конференции по вопросам разрушения. Пер. М. А. Штремеля. М.: Металлругиздат, Москва, 1963 г. 660 с.
121. Ермишkin В. A., Мурат Д. П., Подбельский В. В. Информационные технологии фотометрического анализа усталостного повреждаемости материалов. Информационные технологии» 2007. №11, с. 65–70.
122. Набарро Ф. Р., Базинский З. С., Холт Д. Б. Пластичность чистых монокристаллов. М.: Металлургия. 1967. 214 с.
123. Орлов А. Н. Введение в теорию дефектов в кристаллах. М.: Высшая школа. 1983. 144 с.
124. Новиков И. И., Ермишkin В. A. Микромеханизмы разрушения металлов.

М.: Наука. 1991.

125. Roux S., Réthoré J., Hild F. Digital image correlation and fracture: An advanced technique for estimating stress intensity factors of 2D and 3D cracks // J. Phys. D. Appl. Phys. 2009. Т. 42. № 21. С. 214004
126. Р. Н. Сергеев, О. А. Журавлёв, В. Ф. Павлов, С. В. Алембеков. Цифровой спекл-интерферометр для исследования напряжено-деформированного состояния объектов. Вестник СамГТУ № 5 (36), 2012, с 158-162.
127. A. P. Vladimirov. Dynamic speckle interferometry of microscopic and macroscopic processes in deformation. Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2015. p. 27-
128. M.A. Miener, Cumulative damage in fatigue. // Jor. Appl. Mech. 1945 v. 12. №9. P. 159-164
129. Качанов Л. М. Основы механики разрушения. М.: Наука. 1974. 311 с.
130. Астапенко В. А. Взаимодействие излучения с атомами и наночастицами. Долгопрудный: Ид Интеллект. 2010. 492 с.
131. Маркушев, М.В. Микроструктура и свойства алюминиевого сплава Д16, подвергнутого криогенной прокатке / М.В. Маркушев, Е.В. Автократова, И.Я. Казакулов, С.В. Крымский, М.Ю. Мочалова, М.Ю. Мурашкин, О.Ш. Ситдиков // Деформация и разрушение материалов. – 2010. – № 4. – С.36-41.
132. Крымский, С.В. Структура алюминиевого сплава Д16 криопрокатанного с различной степенью / С.В. Крымский, Е.В. Автократова, О.Ш. Ситдиков, А.В. Михайловская, М.В. Маркушев // Физика металлов и металловедение. 2015. – Т. 116. – № 7. – С. 714-723.
133. ГОСТ 1778-70. Сталь. Металлографические методы определения неметаллических включений
134. Старostenkov, М. Д. Исследование микроструктуры антифазных границ в двумерном упорядоченном сплаве типа Ni[3]Al [Текст] / М. Д. Старostenков, В. Г. Дудник, Е. А. Дудник // Известия РАН. Серия физическая. - 2004. - Т. 68, N 5. - С. 639-641.

135. Анализ напряженного состояния в вершине надреза при внедрении в него клина. Ермишкин В.А., Минина Н.А., Соловьева Ю.Б., Томенко А.К. VI международная конференция «Деформация и разрушения материалов и наноматериалов». Москва. 10-13 ноября 2015г./ сборник материалов.- М.: ИМЕТ РАН, 2015, с 848-849.
136. Оценка трещиностойкости конструкционных материалов по данным измерений параметров разрушения в макро и микро масштабах. Ермишкин В.А., Минина Н.А., Соловьева Ю.Б. Безопасность и живучесть технических систем: материалы и доклады V Всероссийская конференция (Красноярск, 12-16 октября 2015 года): в 3т.; научн. Ред. В.В. Москвичев. - Красноярск: Сиб. Федер. ун-т, 2015. - 1, с 184-191.
137. D. Raja Satish, F. Feyissa, D. Ravi Kumar: Cryorolling and Warm Forming of AA6061 Aluminum Alloy Sheets, Materials and Manufacturing Processes, 2017, ISSN 1042-6914; 1532-2475; DOI: 10.1080/10426914.2017.1317352.
138. N. M. Anas, W. L. Quah, H. Zuhailawati, A. S. Anasyida: Effect of immersion duration in liquid nitrogen for cryorolled A5052 aluminium sheet alloy, 5th International Conference on Recent Advances in Materials, Minerals and Environment (RAMM) & 2nd International Postgraduate Conference on Materials, Mineral and Polymer (MAMIP), 4-6 August 2015, Procedia Chemistry, 19, 2016, p. 241 – 246.
139. F. Taye, P. Das, D. Ravi Kumar, B.Ravi Sankar: Characterization of Mechanical Properties and Formability of Cryorolled Aluminium Alloy Sheets, 5th International & 26th All India Manufacturing Technology, Design and Research Conference (AIMTDR 2014) December 12th–14th, 2014, IIT Guwahati, Assam, India, p.511-1 to 511-6.