Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

На правах рукописи

Жемчужникова Дарья Александровна

ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА Al-Mg-Sc-Zr СПЛАВА

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель — доктор физико-математических наук
Кайбышев Рустам Оскарович

Белгород – 2016

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ ... 4
ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ ... 9
1 Сплавы системы Al-Mg, легированные скандием ... 9
1.1 Применение, особенности структуры ... 9
1.1.2 Механические свойства сплавов системы Al-Mg-Sc при комнатной температуре ... 12
1.1.3 Особенности механического поведения сплавов при отрицательных температурах ... 16
1.2 Эффект Портевена - Ле Шателье ... 20
1.2.1 Общие сведения ... 20
1.2.2 Исследования эффекта Портевена - Ле Шателье в сплавах системы Al-Mg ... 26
1.3 Механические свойства сварных соединений сплавов системы Al-Mg-Sc, полученных сваркой трением с перемешиванием ... 29
1.4 Постановка задач исследований ... 33
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ ... 34
2.1 Материал исследований ... 34
2.2 Экспериментальные методики ... 34
2.2.1 Методики термомеханической обработки ... 34
2.2.2 Получение сварных соединений сплава ... 35
2.2.3 Исследование структуры ... 35
2.2.4 Механические испытания ... 37
2.2.5 Регистрация эффекта Портевена – Ле Шателье ... 40
2.2.6 Определение стойкости к расслаивающей коррозии ... 42
ГЛАВА 3 ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА МИКРОСТРУКТУРУ Al-Mg -Sc-Zr СПЛАВА ... 43
3.1 Микроструктура сплава в исходном состоянии ... 43
3.2 Микроструктура сплава после горячей прокатки ... 47
3.3 Влияние холодной деформации на микроструктуру сплава ... 49
3.4 Микроструктура сплава после РКУП ... 51
3.5 Выводы по главе ... 52
ГЛАВА 4 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ Al-Mg –Sc-Zr СПЛАВА ПРИ КОМНАТНОЙ И КРИОГЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ ... 54
4.1 Влияние деформации на механические свойства сплава при 20°C и -196°C ... 54
4.2 Влияние микроструктуры на свойства сплава в интервале температур -196…20°C ... 57
4.2.1 Статические механические свойства ... 57
4.2.2 Исследование ударной вязкости ... 65

4.3 Оценка многоцикловой усталости различных состояний сплава 66
4.4 Исследование эффекта Портевена-Ле Шателье 67
4.5 Исследование механизмов разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава 75
4.5.1 Оценка изломов образцов сплава после растяжения при различных температурах 75
4.5.2 Оценка изломов образцов сплава после испытаний на ударную вязкость при различных температурах 77
4.6 Коррозионная стойкость Al-Mg-Sc-Zr сплава 83
4.7 Выводы по главе 84
ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СОЕДИНЕНИЙ Al-Mg-Sc-Zr СПЛАВА, ПОЛУЧЕННЫХ СВАРКОЙ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ 86
5.1 Особенности микроструктуры сварных соединений 86
5.2 Оценка микротвердости сварных швов 90
5.3 Исследование механических свойств соединений 92
5.3.1 Механические свойства соединений в области низких температур 92
5.3.2 Механические свойства материала центральной части шва 94
5.3.3 Фрактографические исследования сварных соединений после растяжения 96
5.3.4 Оценка значений ударной вязкости и фрактография поверхностей разрушения различных зон соединений в интервале температур -196…20°С 97
5.4 Оценка многоцикловой усталости соединений 101
5.5 Выводы по главе 108
ОБЩИЕ ВЫВОДЫ 110
ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ 112
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ 114

ВВЕДЕНИЕ

Способность Al-Mg сплавов (серия 5XXX в зарубежной классификации) сохранять высокие значения как прочности, так и пластичности при низких температурах послужила основой их широкого использования при изготовлении криогенных конструкций. Одновременное повышение прочности и пластичности этих сплавов с понижением температуры обусловлено тремя ключевыми факторами. Во-первых, в области низких температур подавляется динамическое деформационное старение, которое выражается в появлении осцилляций нагрузки на кривых растяжения. Это явление, известное как эффект Портевена-Ле Шателье (ПЛШ), наблюдаемое в Al-Mg сплавах с содержанием Mg более 2%, соответствует переходу к нестабильному пластическому течению и локализации пластической деформации, что приводит к преждевременному разрушению материала. Во-вторых, при отрицательных температурах затрудняются процессы возврата, происходящие в сплавах с высоким значением энергии дефекта упаковки и способствующие уменьшению деформационного упрочнения. В результате, при низких температурах коэффициент деформационного упрочнения увеличивается, что повышает стабильность пластического течения и, соответственно, пластичность Al-Mg сплавов. В-третьих, вплоть до температуры -270°C в алюминиевых сплавах 5XXX серии при статическом нагружении сохраняется вязкий межзеренный механизм разрушения, требующий большую пластическую деформацию для формирования поверхности излома.

Существенным недостатком, ограничивающим применение указанных сплавов, являются относительно невысокие прочностные характеристики в отожженном состоянии, например, в зависимости от содержания магния значение предела текучести этих материалов при комнатной температуре не превышает 160 МПа. Решение этой проблемы позволило бы повысить комплекс эксплуатационных свойств изготавливаемых конструкций, а также снизить их вес. Возможными способами повышения прочности Al-Mg сплавов являются дополнительное легирование и термомеханическая обработка. Так, каждое повышение содержания Mg на 1 вес.% обеспечивает увеличение предела текучести на 20 МПа, при этом в сплаве с концентрацией Mg до 5 вес.% пластичность не изменяется. Дополнительное легирование такими элементами как Sc и Zr, образующими когерентные $Al_3(Sc,Zr)$ частицы размером до10 нм, повышает величину передела текучести почти на 100 МПа. Кроме этого, измельчение размера зерен до 1 мкм может обеспечить прирост предела текучести по закону Холла-Петча. Дополнительно, эффективным способом повышения прочностных свойств Al-Mg сплавов при сохранении удовлетворительных характеристик пластичности, стойкости к коррозии под напряжением и расслаивающей коррозии является нагартовка с суммарной

степенью деформации 50% и последующим стабилизационным отжигом. Однако такая обработка применяется только для листов толщиной менее 10 мм. В листах большей толщины аналогичная структура может быть получена горячей прокаткой.

Сочетание всех этих подходов к увеличению прочностных свойств Al-Mg сплавов может дать синергетический эффект. Однако до настоящего времени комплексные работы, в которых было бы рассмотрено влияние нескольких упрочняющих факторов на низкотемпературные свойства материала, не проводились. Отсутствие подобных исследований затрудняет разработку новых способов обработки для повышения комплекса эксплуатационных свойств используемых сплавов, а также ограничивает представление о взаимосвязи между условиями обработки, развитием микроструктуры и механическими свойствами материала.

Не менее важным аспектом получения высокопрочных криогенных конструкций является и процесс их соединения. Одним из самых перспективных методов создания неразъемных соединений листов из термически неупрочняемых листов алюминиевых сплавов является сварка трением с перемешиванием. Данный вид сварки позволяет получать сварные соединения, прочность которых не уступает прочности основного материала. Однако в абсолютном большинстве исследования свойств соединений, полученных данным методом, выполнено либо при комнатной, либо при повышенных температурах. В этой связи систематические экспериментальные исследования поведения сварного соединения в целом и его отдельных зон в условиях криогенных деформации, а также установление связи между их структурой и механическими свойствами является важной научной и практической задачей.

Цель работы – установить влияние термомеханической обработки, в том числе методами интенсивной пластической деформации, на структуру и механические свойства Al-Mg-Sc-Zr сплава, при комнатной и криогенных температурах.

Научная новизна:

1 Установлено, что одновременное увеличение прочности и пластичности во всех деформированных состояниях Al-Mg-Sc-Zr сплава при понижение температуры от 20°C к -196°C связано с подавлением динамического деформационного старения и увеличением коэффициента деформационного упрочнения, что повышает устойчивость пластического течения, а также сохранением вязкого внутризеренного разрушения в качестве основного механизма. В литом Al-Mg-Sc-Zr сплаве уменьшение пластичности с понижением температуры связано со сменой механизма разрушения на хрупкий межзеренный.

2 Показано, что литой Al-Mg-Sc-Zr сплав с понижением температуры демонстрирует резкое падение ударной вязкости, связанное с переходом от вязкого внутризеренного разрушения при комнатной к хрупкому межзеренному разрушению при температуре -196°С. Ударная вязкость горячекатаного состояния Al-Mg-Sc-Zr сплава слабо зависит от температуры, поскольку разрушению происходит, в основном, по вязкому внутризеренному механизму. Понижение ударной вязкости Al-Mg-Sc-Zr сплава с мелкозернистой структурой при криогенных температурах связано с облегчением зарождения трещин на границах зерен, что инициирует появление стадии нестабильного распространения трещины.

3 Показано, что сварка трением с перемешиванием позволяет получать сварные соединения горячекатаных листов Al-Mg-Sc-Zr сплава, коэффициент прочности которых при статических испытаниях составляет 90-100% во всем исследуемом интервале температур, что связано с формированием мелкозернистой структуры в зоне перемешивания и небольшой протяженностью зоны термомеханического влияния. Близкие значения пределов многоцикловой усталости сварных соединений и соответствующих основных материалов также связаны с образованием мелкозернистой структуры центральной части шва, препятствующей зарождению усталостных трещин.

4 Установлено, что при комнатной температуре на кривых растяжения Al-Mg-Sc-Zr сплава проявляется эффект ПЛШ. Повышение скорости деформации приводит к переходу от типа С осцилляций напряжения к типу А+В и затем к типу А, при этом устойчивое распространение деформационных полос сохраняется даже при низких скоростях нагружения.

5 Структура и механическое поведение мелкозернистого Al-Mg-Sc-Zr сплава, полученного интенсивной пластической деформацией методом РКУП, и зоны перемешивания сварных соединений, полученных сваркой трением с перемешиванием, близки.

Практическая значимость:

Показано, что горячекатаные листы и массивные заготовки с ультрамелкозернистой структурой, полученной равноканальным угловым прессованием, из Al-Mg-Sc-Zr сплава могут применяться для криогенных конструкций без ограничений, поскольку упрочнение за счет термомеханической обработки, в том числе с использованием интенсивной пластической деформации, не приводит охрупчиванию материала даже при -196оС. Установлено, что измельчение зерен в материале до субмикрокристаллического уровня более чем в два раза повышает ударную вязкость при комнатной температуре.

Продемонстрирована возможность использования сварки трением с перемешиванием для получения сварных соединений горячекатаных листов Al-Mg-Sc-Zr сплава с

коэффициентом прочности 90-100%. По результатам работы подана заявка на патент для получения сварных конструкций сплава с высокой вязкостью разрушения.

Положения, выносимые на защиту:

1 Влияние температуры в интервале -196°С…20°С на механические свойства литого, горячекатаного и мелкозернистого Al-Mg-Sc-Zr сплава.

2 Закономерности и механизмы разрушения литого, горячекатаного и мелкозернистого состояний, а также сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава при комнатной и криогенных температурах.

3 Оценка влияния мелкозернистой структуры, полученной методом сварки трением с перемешиванием, на усталостную прочность Al-Mg-Sc-Zr сплава.

Результаты диссертационной работы были получены в рамках выполнения государственного контракта № 16.740.11.0395 «Разработка высокопрочного сплава системы Al-Mg-Sc для работы при температуре сжиженного природного газа», реализуемого в рамках Федеральной целевой программы «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России на 2009-2013», а также при выполнении государственного задания № 11.1533.2014/К по теме «Разработка научных основ получения высокопрочных сварных конструкций из листов алюминиевых сплавов методом сварки трением с перемешиванием», выполняемого в 2014-2016 годах, при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации.

Вклад автора. Соискатель лично выполнял весь комплекс экспериментальных исследований, состоящий из подготовки образцов, проведения механических испытаний во всем исследуемом диапазоне температур деформации и структурных исследований объектов испытаний, обработки экспериментальных данных, а также принимал непосредственное участие в разработках режимов обработок и параметров проведения экспериментов, обсуждении результатов исследований, подготовке научных публикаций и представлении результатов работы на конференциях.

Апробация работы. Материалы работы докладывались и обсуждались на следующих российских и международных научно-технических конференциях: Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и материаловедении (г. Белгород, 2011 г.); Фазовые превращения и прочность кристаллов (г. Черноголовка, 2012 г.); Современные проблемы металловедения (г. Пицунда, Р. Абхазия, 2013 г.); Актуальные проблемы прочности (г.

Екатеринбург, 2013 г.); 11th International Conference on Superplasticity In Advanced Materials (Франция,2012 г.); 13th International Conference on Aluminum Alloys (США, 2012 г.); 8th International Conference on Processing and Manufacturing of Advanced Materials (США, 2013 г.); 14th International Conference on Aluminum Alloys (Норвегия, 2014 г); 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (Франция, 2014), Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых (г. Екатеринбург, 2015).

Публикации. По материалам диссертации опубликовано 7 публикаций в изданиях, входящих в перечень ВАК, подана одна заявка на патент РФ (№2015139340 от 16.09.2015).

Структура и объем работы. Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и списка литературы из 152 наименования, изложена на 128 страницах и содержит 61 рисунок и 19 таблиц.

ГЛАВА 1 ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1 Сплавы системы Al-Mg, легированные скандием

1.1 Применение, особенности структуры

Деформируемые термически неупрочняемые Al-Mg сплавы (сплавы 5XXX серии в международной классификации [1]) представляют интерес как конструкционный материал для самолетостроения, космической техники, судостроения и других отраслей промышленности благодаря сочетанию целого ряда ценных свойств. Основными их преимуществами являются высокие показатели коррозионной стойкости, хорошая свариваемость и отсутствие необходимости в упрочняющей термической обработке – закалке и старении. Известно, что значения прочности, ударной вязкости, удлинения до разрушения этих сплавов растут с понижением температуры, что дает возможность применять их в качестве конструкционных материалов в области низких температур [2,3]. Например, баки танкеров-метановозов для транспортировки сжиженного природного газа, рабочая температура которых составляет -162°C, изготавливают из сплавов AA5083 или AA5182, которые содержат до 4,5% (в вес.) Mg. Чаще всего эти сплавы используют в виде горячекатаных плит, толщина которых равна 25-50 мм, либо в виде литых заготовок большого размера [3-4]. Кроме того, Al-Mg сплавы демонстрируют высокую коррозионную стойкость в морской воде. Повышение механических свойств с понижением температуры в этих сплавах обусловлено тремя основными факторами – подавления неустойчивости пластического течения с понижением температуры, снижением скорости термоактивируемых процессов, например, возврата, и увеличение деформационного упрочнения, что повышает стабильность пластического течения при низких температурах. Тем не менее, исследуемые сплавы обладают невысокими показателями прочности, следовательно, разработка способов повышения их эксплуатационных свойств является важным аспектом получения высокопрочных криогенных конструкций. Одним из вариантов повышения свойств Al-Mg сплавов может быть дополнительное легирование.

По результатам многочисленных предыдущих исследований [5] установлено, что одним из перспективных легирующих элементов Al-Mg сплавов является Sc. Первоначально, идея использования скандия для упрочнения этих сплавов была разработана и запатентована в США в 1971 г. [6]. В нашей стране разработкой первых промышленных Al-Mg-Sc сплавов занимались в 70-х гг. под руководством М.Е. Дрица в ИМЕТе и под руководством В.И. Елагина, а также в ЦНИИ КМ «Прометей» [5,7].

Основные принципы легирования и механизмы упрочнения при добавке Sc в Al-Mg сплавы достаточно подробно освещены в литературе [8-10]. Согласно этим данным, упрочняющий эффект от добавок скандия достигается, во-первых за счет того, что этот элемент является эффективным модификатором литой структуры, позволяющий получать слитки с недентритной мелкозернистой структурой. Такая структура значительно повышает технологическую пластичность материала при дальнейшей обработке, уменьшает склонность к трещинообразованию при литье. Во-вторых, при добавке скандия температура рекристаллизации холоднодеформированных полуфабрикатов алюминиевых сплавов резко повышается (рисунок 1.1) [11], что способствует достижению высоких механических свойств. Причиной такого сильного подавления рекристаллизации заключается в образовании большого количества дисперсных Al_3Sc частиц в объеме материала.

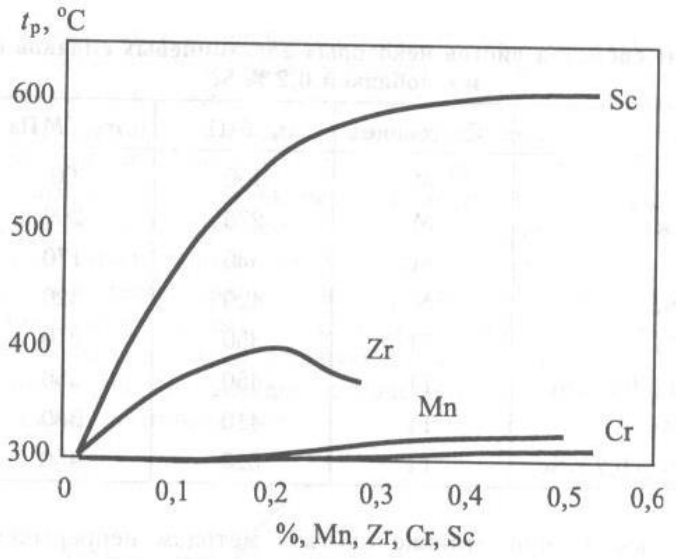


Рисунок 1.1 – Зависимость температуры рекристаллизации листов из сплавов Al - указанный переходный металл [11]

В работах [12,13] указано, что скандий, аналогично другим переходным металлам, входит в твердый раствор, сохраняющийся до комнатной температуры. Однако при кристаллизации возможно выделение незначительной части первичных Al_3Sc частиц. При последующих технологических нагревах, например, при гомогенизации, происходит распад пересыщенного твердого раствора скандия в алюминии с образованием вторичной частиц этой же фазы Al_3Sc. Фаза Al_3Sc имеет большое структурное соответствие с матрицей, что обусловливает образование на начальных стадиях распада дисперсных (2-10 нм), полностью когерентных выделений. Вторичные частицы этой фазы играют решающую роль в определении структуры и свойствах деформированных полуфабрикатов, а первичные формируют структуру

слитков. Согласно [5], максимальное упрочнение сплавов системы Al-Sc достигается при нагреве в интервале температур 250-350°С, более высокие температуры приводят к коагуляции фазы Al_3Sc и разупрочнению. Также в этой работе отмечено, что наиболее перспективны добавки скандия в алюминиевые сплавы, где основным легирующим элементом является Mg, т.к. эти два элемента не образуют химических соединений, что дает возможность добиться сразу двух видов упрочнения - твердорастворного и дисперсного. Al-Mg не требуют высокотемпературной упрочняющей термообработки и весь процесс изготовления деформированного полуфабриката можно осуществить при температурах не выше 400°С, т.е. избегая коагуляции дисперсных частиц.

Для замедления процесса распада твердого раствора скандия в алюминии и замедлению коагуляции продуктов распада, в сплавы также вводят цирконий [14,15]. Входя в состав упрочняющей фазы [14], он приводит к замедлению процесса распада твердого раствора скандия в алюминии и замедлению коагуляции продуктов распада. В присутствии циркония допустимы более высокотемпературные нагревы при переработке слитка в деформированный полуфабрикат. Содержание циркония в промышленных сплавах со скандием обычно составляет 0,07-0,12 %.

Введением небольших добавок (до 0,05 %) таких переходных металлов как Ti, Mo, Nb, Ta, Hf могут способствовать замене в Al_3Sc фазе до 5 % скандия. Однако по сравнению со стабилизирующим действием циркония, который может замещать до 35 % Sc в этой фазе и образуя $Al_3(Sc,Zr)$ фазу, эффект от этих микродобавок незначителен [14].

В настоящий момент разработана и успешно эксплуатируется большая группа Al-Mg-Sc сплавов. Например, в космической отрасли применяется сплав 01570, предел текучести которого на 60% выше используемого ранее АМг6 [9,16]. Сплав 05145К, отличающийся от 01570 пониженным содержанием магния, был разработан специально для работы в области криогенных температур, в частности для -253°С [15]. Он предназначен для изготовления баков для хранения и транспортировки жидкого водорода и замены сплава АА2019 (1201 в русской классификации), отличается хорошей коррозионной стойкостью и имеет лучшую свариваемость по сравнению со сплавом 1201. Самым низколегированным в этой группе сплавов является сплав 01515, содержащий 1% Mg [16] и обладающий высокой теплопроводностью.

Сплав 1575 разработан для замены АМг61 в судостроении и обладает более высокими прочностными показателями. Так, при комнатной температуре его пределы текучести и прочности на 20% и 75%, соответственно, превышают показатели АМг61 [15].

В зарубежной промышленности аналогами этих сплавов являются сплавы 5XXX серии, такие как АА5083 и АА5182, используемые для изготовления обшивки криогенных емкостей

танкеров для перевозки сжиженного природного газа, рабочая температура которых составляет -162°С [16].

1.1.2 Механические свойства сплавов системы Al-Mg-Sc при комнатной температуре

Сравнительный анализ влияния различных концентраций легирующих элементов алюминиевых сплавов на механические свойства приведен в работе [11]. Показано, что Sc является самым сильным упрочняющим элементом алюминиевых сплавов и его незначительная добавка в 0,2% способствует повышению предела прочности на 80 МПа, а предела текучести более, чем в 2 раза (рисунок 1.2). Результаты оценки механических свойств некоторых отечественных Al-Mg сплавов с добавками Sc, полученные авторами работы [11], приведены в таблице 1.1.

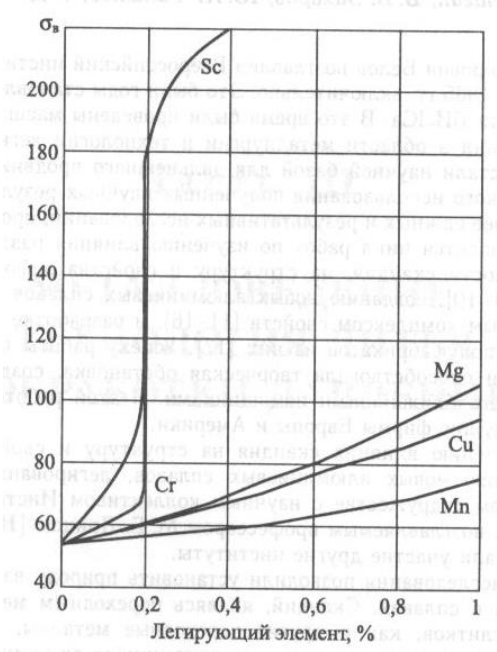


Рисунок 1.2 – Влияние содержания элементов на свойства сплава на основе алюминия

Аналогичные результаты были представлены в работе [17], где было изучено влияние добавок Sc и Zr на свойства Al-Mg-сплавов, химический состав которых представлен в таблице 1.2. Исследования проводили на горячекатаных заготовках сплавов, исходные слитки были получены литьем и гомогенизацией при 430°С в течение 13 ч. Авторы отмечают, что размеры зерен в слитках из сплавов Al-5Mg, Al-5Mg-0,1Zr и Al-5Mg-0,6Sc сплавов составляли 370 мкм, 196 мкм и 72 мкм соответственно. В результате добавки 0,2 %Sc и 0,1 %Zr размер зерен в слитке уменьшился до 42 мкм. Полученные из слитков горячекатаные листы имели

нерекристаллизованную волокнистую структуру. По результатам оценки механических свойств (таблица 1.1) установлено, что одновременное легирование малыми добавками Sc и Zr Al-5%Mg сплава позволило повысить предел текучести листов более чем в 2 раза при сохранении высокой пластичности по сравнению с материалами, где присутствовал только один вышеуказанный элемент.

Таблица 1.1 – Механические свойства промышленных алюминиевых сплавов на основе системы Al-Mg с добавками Sc: σ_B- предел прочности, $\sigma_{0,2}$ – предел текучести, δ – относительное удлинение [11]

Марка сплава	Химический состав	Механические свойства		
		σ_B, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %
01515	Al−1% Mg−0,22%Sc −0,1% Zr	250	160	16
01523	Al−2% Mg−0,22%Sc −0,1% Zr	275	200	16
01535	Al−4% Mg−0,22%Sc −0,1% Zr	360	280	20
01545	Al−5% Mg−0,22%Sc −0,1% Zr	380	290	16
01570	Al−1% Mg−0,4% Mn−0,22%Sc −0,1% Zr	400	300	15

Таблица 1.2– Механические свойства горячекатаных листов из сплавов Al-5Mg и Al-5Mg-Sc-Zr: σ_B- предел прочности, $\sigma_{0,2}$ – предел текучести, δ – относительное удлинение [17]

Химический состав сплава, в вес.%	σ_B, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %
Al-5Mg	260	115	31
Al-5Mg-0,1Zr	272	129	26
Al-5Mg-0,2Sc	296	182	18
Al-5Mg-0,6Sc	360	228	19
Al-5Mg-0,2Sc-0,1Zr	398	266	18

Влияние различного содержания Mg на свойства заготовок Al-Mg-Sc-сплавов изучали в работе [18]. Механические свойства в этой работе исследовали на листовых заготовках, полученных прокаткой при 288°C с 13 до 8 мм толщины (здесь обозначено как состояние 1), половину из которых затем прокатывали при комнатной температуре до конечной толщины 2,5 мм (здесь обозначено как состояние 2). Затем, для повышения предела текучести, оба состояния отжигали 4 ч при 288°C. Результаты сравнения свойств полученных листовых заготовок сплава

представлены в таблице 1.3. Видно, что увеличение содержания Mg приводит к росту механических свойств сплава, при этом максимальными статическими свойствами обладает сплав с 6% Mg. Однако известно, что повышение содержания магния ухудшает коррозионные свойства алюминиевых сплавов из-за выделений Al_3Mg_2 фазы при низкотемпературных длительных выдержках [19].

Таблица 1.3 − Механические свойства горячекатаных и холоднокатаных листов из сплавов Al-Sc и Al-Mg-Sc [18]

Сплав	Состояние	σ_B, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %
Al-0,54Sc	1	297	286	14,5
	2	319	298	10,5
Al-2Mg-0,54Sc	1	370	341	13,5
	2	401	376	8,5
Al-4Mg-0,56Sc	1	443	381	14,5
	2	460	414	9,5
Al-6Mg-0,56Sc	1	467	381	10,5
	2	503	433	10,5

Таким образом, показано, что значительное повышение прочности деформированных полуфабрикатов из Al-Mg сплавов при легировании их скандием обусловлено выделением дисперсной фазы Al_3Sc. Неизбежные технологические нагревы слитка в процессе его переработки в деформированный полуфабрикат приводят к распаду твердого раствора скандия в алюминии. Добавка в сплав циркония усиливает упрочняющее действие добавки скандия.

Как показали многочисленные исследования [20-26], формирование мелкозернистой структуры сложнолегированных алюминиевых сплавов методами интенсивной пластической деформации (ИПД), например, экструзия, равноканальное угловое прессование, кручение под давлением, способствует значительному повышению прочностных характеристик. Установлено, что увеличение прочности сплавов с уменьшением размера зерен происходит в соответствии с соотношением Холла-Петча [23-25]. Стоит также отметить, что применительно к Al-Mg сплавам с добавками Sc и Zr, благодаря наличию Al_3Sc и/или $Al_3(Sc, Zr)$ частиц, предотвращающих аннигиляцию и переползание дислокаций, сформированная в процессе ИПД структура демонстрирует высокую термическую стабильность до температуры 400-450°C.

Работа [25] содержит обзорные сведения о методах и механизмах упрочнения различных материалов при интенсивной пластической деформации, влияния полученных структур на

механические свойства и разрушение сплавов. Данные по оценке свойств мелкозернистой структуры исследуемой группы сплавов при комнатной температуре приведены в таблице 1.4. Видно, что интенсивное измельчение зеренной структуры значительно увеличивает пределы текучести и усталостной прочности материала. Рост значений предела усталостной выносливости авторы связывают с повышением сопротивления зарождения трещин с уменьшением размера зерен. Однако свойства сплавов после ИПД сильно зависят от параметров и метода деформации (таблица 1.4). Так, в работе [24] проведен комплексный анализ условий РКУП для Al-Mg-Sc сплава типа 1570 и показано, что формирование однородной мелкозернистой структуры обеспечивает прессование при температурах ≥ 200°С до суммарных степеней деформации ≥ 9.

Таблица 1.4 – Механические свойства сплавов после ИПД при комнатной температуре [25]

Сплав	Обработка/ состояние	Механические свойства			
		σ_B, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, %	σ_{f0}*,МПа
AA5052	РКУП, 8, 150°С	394	421	9	-
	РКУП +отжиг 200°С, 6ч	350	370	10,5	
AA5056	Отожжённое	122	290	43	116
	Н18	407	434	10	152
	РКУП, 4С, 150°С	280	340	25	116
	РКУП, 8Вс, 110°С	392	442	7	116
Al–5.2Mg–0.32Mn–0.25Sc	Горячая прокатка	240	375	29	150
Al–1.5Mg–0.2Sc–Zr	Закалка+ РКУП, 8Вс, 150°С	340	360	13	135
Al–3.0Mg–0.2Sc–Zr	Закалка+ РКУП, 6Вс, 150°С	370	400	15	140
Al–4.5Mg–0.2Sc–Zr	Закалка+ РКУП, 6Вс, 160°С	230	410	29	150
Al–6.0Mg–0.2Sc–Zr	Закалка+ РКУП, 4Вс, 320°С	240	260	8	100
Al–5.7Mg–0.32Sc–0.4Mn	Закалка+ РКУП, 8С, 325°С	280	300	8	190

* - предел усталостной выносливости на базе 10^7 циклов испытаний

На основании проведенных исследований установлено, что в общем случае формирование мелкозернистой структуры благоприятно влияет на свойства сплавов системы Al-Mg-Sc, значительно повышая такие важнейшие характеристики как прочность и усталость. Однако большинство существующих исследований по оценке влияния измельчения структуры на свойства сплавов указанной группы выполнены при комнатной и повышенных температурах. Следовательно, анализ механического поведения материалов после ИПД в условиях низкотемпературной деформации является важной практической и научной задачей.

1.1.3 Особенности механического поведения сплавов при отрицательных температурах

Основными требованиями, предъявляемыми к материалам криогенных конструкций, являются сохранение высоких значений прочности, пластичности и ударной вязкости при понижении температуры [27,28]. Способность алюминия и его сплавов сохранять пластичность вплоть до криогенных температур послужили основой для их широкого использования при изготовлении низкотемпературного оборудования – более 30% из применяемых при температурах ниже -150°С материалов являются алюминиевые сплавы [28]. Одновременное повышение прочности и пластичности алюминиевых сплавов с понижением температуры обусловлено подавлением скачкообразной деформации с понижением температуры, затруднение процессов возврата и аннигиляции дислокаций и сохранением вязкого межзеренного механизма разрушения в области низких температур.

Так, в работе [30] сравнивается механическое поведение при сжатии сплава АА5083 (Al-4,4Mg-0,7Mn-0,15Cr, в вес.%) при температурах 20°С (293 К) и -196°С (77 К) в разных структурных состояниях – крупнозернистом, с размером зерен 40 мкм и мелкозернистом, после 8 проходов РКУП по маршруту Вс при 200°С, с размером зерен 0,5 мкм (рисунок 1.3). Установлено, что скорость деформационного упрочнения сплава в обоих состояниях при криогенной температуре выше, чем при комнатной. Кроме того, при отрицательной температуре с повышением степени деформации скорость упрочнения уменьшается, что расширяет стадию упрочнения и обеспечивает повышение удлинения до разрушения. Исследования тонкой структуры показали, что при отрицательной температуре в рабочей области образцов формируется ячеистая структура с сильно «размытыми» границами ячеек. Авторы объясняют это подавлением термоактивируемых процессов, таких как взаимодействие точечных дефектов и дислокаций, а также снижение подвижности дислокаций, при температуре -196°С. Обычно, образование ячеистой структуры начинается на ранних стадиях деформации и дальнейшее увеличение напряжения способствует уменьшению размера и повышению угла разориентировки границ ячеек, и, следовательно, снижению скорости деформационного

упрочнения. Таким образом в материале происходит своего рода релаксация накопленных в процессе деформации внутренних напряжений. Наоборот, снижение температуры способствует уменьшению подвижности дислокаций, что, в свою очередь, приводит к росту скорости деформационного упрочнения и расширению стадии II деформации.

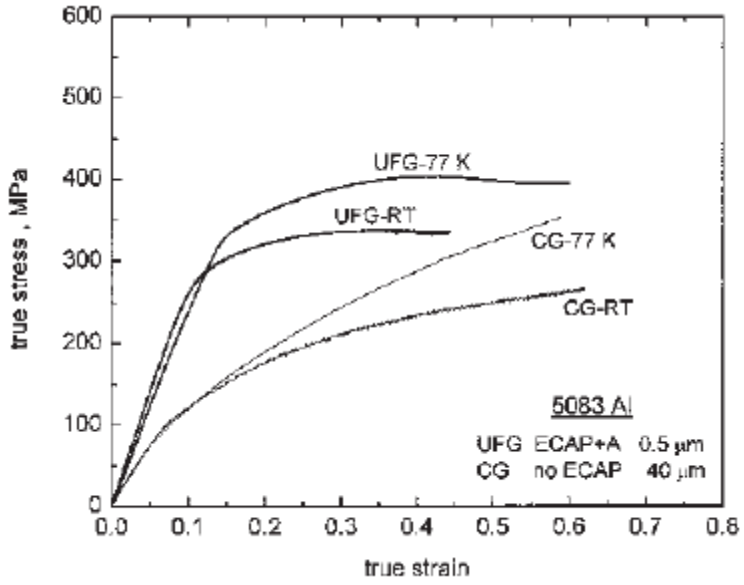


Рисунок 1.3 – Зависимость напряжения от деформации в истинных координатах сплава AA5083 при 20°C (RT) и -196°C (77 K) в крупнозернистом (CG) и мелкозернистом (UFG) состояниях [29]

Увеличение скорости деформационного упрочнения при растяжении чистого Al, а также Al-Mg сплавов с содержанием Mg от 0,5% до 4,11% в области низких температур наблюдали и в работах [30,31]. Более того, в этих работах сообщается, что разрушение материалов происходит при достижении определённого расстояния между соседними дислокациями во всех исследуемых материалах, которое для 78 K (-195°C) составляет 12 нм, для 4,2 K (-268,8°C) – 8 нм. В Al-Mg сплавах отмечаются следующие особенности деформационного поведения при растяжении в интервале температур 4,2-298 K [31]:

1) предел текучести в каждом материале увеличивается с понижением температуры;

2) в сплавах с содержанием магния выше 0,5%, при переходе к пластической деформации на кривых растяжения наблюдается площадка текучести;

3) значения пределов пластичности сплавов, определенные как истинные значения деформации, при которой начинается шейкообразование, при 4 K в 2 раза выше, чем при 298 K.

4) с понижением температуры напряжение течения и скорость деформационного упрочения во всех материалах повышается. Разница этих показателей в сплавах с меньшим

содержанием магния может составлять 2 порядка, в то время как в более легированных сплавах не так ощутима.

5) При комнатной температуре на деформационных кривых сплавов наблюдался эффект Портевена-Ле Шателье и скачки напряжения типа В для высоколегированных сплавов, и типа А для сплава с низким содержанием магния.

Аналогично [29], в исследованиях [30,31] в Al–4,11%Mg сплаве при комнатной температуре наблюдали формирование ячеистой структуры со средним размером ячеек 0,5-1 мкм. При 77 К исследования тонкой структуры сплава показали наличие полос сдвига шириной около 0,5 мкм и длиной до нескольких микрон. В случае растяжения при 4 К ширина полос сдвига составляла 0,2-0,3 мкм. В работах[30,32] исследовались также поверхности разрушения образцов Al после растяжения при комнатной и криогенных температурах и отмечается сохранение вязкого механизма разрушения в криогенной области.

Значения механических свойств криогенных сплавов 1201и 01545К, последний относится к системе Al-Mg-Sc, приведены в работе [16] (таблица 1.5).Установлено, что показатели сплава 01545К при отрицательной температуре превосходят прочностные параметры сплава1201.

Таблица 1.5 – Механические свойства листов сплавов 1201и 01545К [16]

Показатель	20°С		-253°С	
	1201	01545К	1201	01545К
$\sigma_В$, МПа	410	390	630	630
$\sigma_{0,2}$, МПа	330	300	420	420
$\sigma_{0,2}$, МПа	10	15	16	28
$\sigma_В^{СВ}$, МПа	260	390	450	480

Характеристики свойств листовых заготовок сплава 1545К при различных температурах представлены в таблице 1.6 [33], направление вырезки образцов – вдоль оси деформации.

Интересные результаты получены для чистого алюминия в работе [34], где исследовали растяжение материала с разным размером зерен при криогенной и комнатной температурах. Результаты для образцов, деформированных при 77 К, представлены на рисунке 1.4. Механическое поведение сплава в зависимости от размера зерен авторы делят на 3 типа:

1) при размере зерен 0,35 мкм пластическая деформация материала начинается с образования зуба текучести и последующим течением при одном значении напряжения до удлинения в 11%, выше которого наблюдается образование шейки и разрушение. По сравнению

с комнатной температурой, при данных условиях испытаний наблюдается повышение равномерной деформации в 3,5 раза и удлинения до разрушения в 2 раза;

2) при размере зерен 0,4-1 мкм, после зуба текучести наблюдается площадка текучести, а на поверхности разрушенных образцов отмечали формирование множества полос скольжения;

3) для материала с размером зерен более 1 мкм наблюдали обычное поведение при растяжении, при этом удлинение до разрушения этих образцов при 77 К составило 60-70%.

Таблица 1.6 – Механические свойства листов из сплава 1545К [33]

Полуфабрикат, мм	Состояние	Температура, °С	σ_B, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ, МПа
Лист, 4,5	Мягкое (отожженное)	20	368-378	260-284	12-20
		-196	496-511	342-349	20-24
		-253	579-603	436-446	26-31
Лист, 4,0	Нагартованное	20	450-457	385-390	10-11
		-196	559-562	449-456	12-22
		-253	599-623	491-551	20,5-32,5
Лист, 10,0	Нагартованное	20	419-454	332-341	11-11,2
		-196	520-559	394-402	19-31

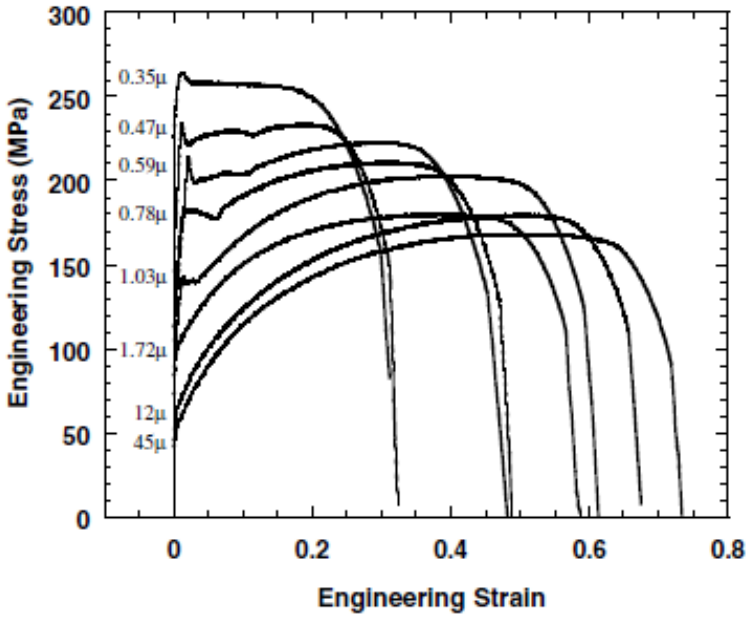


Рисунок 1.4 – Деформационные кривые алюминия с различным размером при 77 К [34]

Авторы полагают, что такое поведение алюминия связано с измельчением зеренной структуры и уменьшением длины пробега дислокации. Когда размер зерен достигает критического значения, равному размеру формирующихся в крупнозернистом материале ячеек при данных условиях деформации, перемещение свободных дислокаций ограничивается границами зерен. Наличие зуба текучести в мелкозернистом алюминии объясняется отсутствием подвижных дислокаций за счет увеличения протяженности границ, являющимися местами стоков для дислокаций. Вследствие этого, в материале с мелким зерном скорость возврата увеличивается, а упрочнения падает, что в итоге приводит к раннему шейкообразованию.

Таким образом, сочетание уникальных прочностных характеристик сплавов на основе алюминия при низких температурах и упрочняющего эффекта от измельчения зеренной структуры может способствовать развитию новых способов обработки для повышения комплекса эксплуатационных свойств используемых сплавов.

1.2 Эффект Портевена - Ле Шателье

1.2.1 Общие сведения

Феноменология. Впервые эффект ПЛШ наблюдали в начале 20 [35-38] века при исследовании мягкой углеродистой стали, дальнейшие исследования показали, что он присутствует во многих сплавах внедрения и замещения и таких конструкционных материалах как стали [39], алюминиевые сплавы и сплавы на основе меди [40] и железа. Внешне, он проявляет себя в виде полос локализации деформации или полос сдвига на поверхности изделий [1,41,42], что значительно снижает их шероховатость. Однако наиболее важным следствием эффекта ПЛШ является его влияние на механические свойства материалов. Он способствует увеличению пределов текучести и прочности, скорости деформационного упрочнения при одновременном снижении пластичности, коэффициента скоростной чувствительности и трещиностойкости сплава, ухудшению коррозионной стойкости [1,38]. Суммарное действие этих факторов делает эффект ПЛШ отрицательным и даже опасным явлением, особенно для ответственных конструкций, и исследование его феноменологии является важной практической и научной задачей.

Эффект ПЛШ проявляется на кривых нагружения материала в виде неустойчивого пластического деформирования или скачкообразной деформации - ступенек или зубцов различного типа, имеющих общие закономерности для разных материалов. Каждый сплав

имеет свои температурно-скоростные области существования ПЛШ, вне которых прерывистая текучесть не наблюдается и деформационные кривые гладкие [43] – например, на рисунке 1.5 показана такая область (отмечена черными окружностями) для нержавеющей стали 18Cr-8Ni по данным [44].

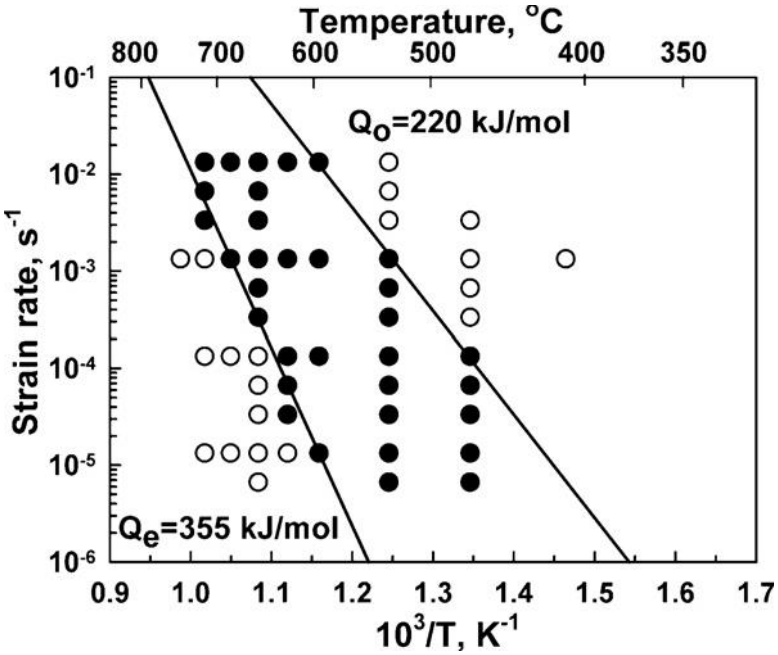


Рисунок 1.5 – Область существования эффекта Портевена – Ле Шателье в нержавеющей стали 18Cr-8Ni [44]

Наиболее отличительной чертой эффекта ПЛШ является возникновение деформационных полос (полос локализации деформации) и их движение с увеличением напряжения. Каждый скачок нагрузки на деформационной кривой, наблюдаемый при деформации с постоянной скоростью, соответствует возникновению одной из таких полос (рисунок 1.6).

Типы ПЛШ. Экспериментально [45] установлено, что основными типами деформационных полос являются A, B, C, D и E (рисунок 1.7). Появление того или иного типа зависит и от и структурного состояния материала, и от конкретных условий испытаний [46]. На одной кривой деформации могут появиться сразу несколько типов осцилляций, либо один тип перейти в другой. Например, тип E появляется при высоких значениях нагрузки и проявляется после типа A (рисунок 1.3). Тип B может происходить совместно с A или Д. Наиболее изученными и основными являются типы A, B и C деформационных полос.

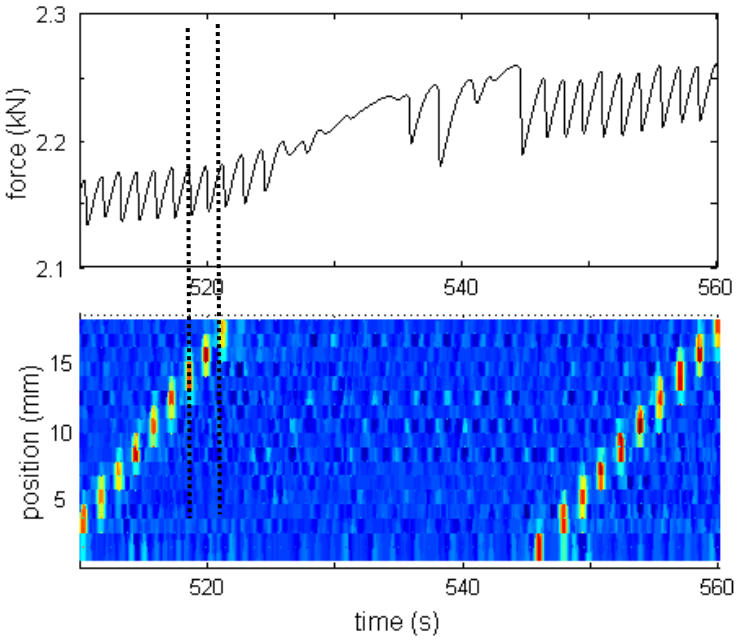


Рисунок 1.6 – Схематичное изображение (а) кривой деформации и (б) соответствующие скачкам нагрузки деформационные полосы

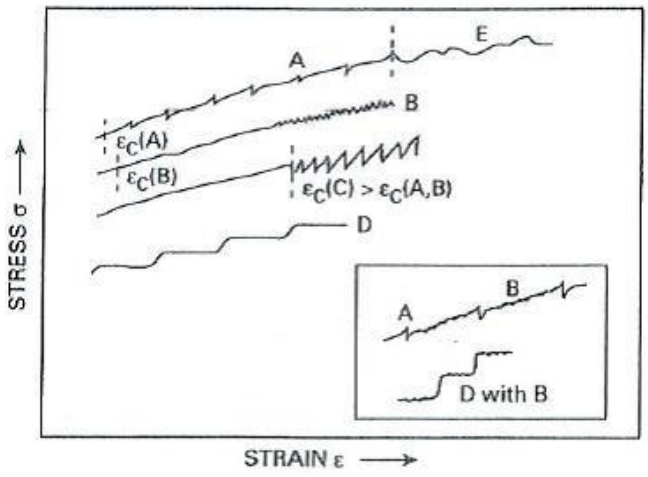


Рисунок 1.7 – Схематичное изображение различных типов деформационных полос [45]

Классификация типов эффекта ПЛС условна и зависит от пространственно-временных особенностях появления и распространения каждой группы деформационных полос. Так, тип А характеризуется осцилляциями большой амплитуды, как правило выше среднего уровня напряжения кривой (рисунок 1.8) [47]. Деформационные полосы при этом зарождаются вблизи одного из захватов образца и непрерывно распространяются во время деформации. В работе [48] показано существование различных типов А-полос. Нерегулярные осцилляции с меньшей амплитудой около среднего уровня кривой соответствуют скачкам В типа (рисунок 1.8). При

таком типе говорят об эстафетном зарождении деформационных полос, когда новая полоса появляется следом за предшествующей, но внешне это выглядит как непрерывное распространение (пример на рисунке 1.2). При типе B возникновение каждой деформационной полосы связано со скачком напряжения на деформационной диаграмме (рисунки 1.2 и 1.4).

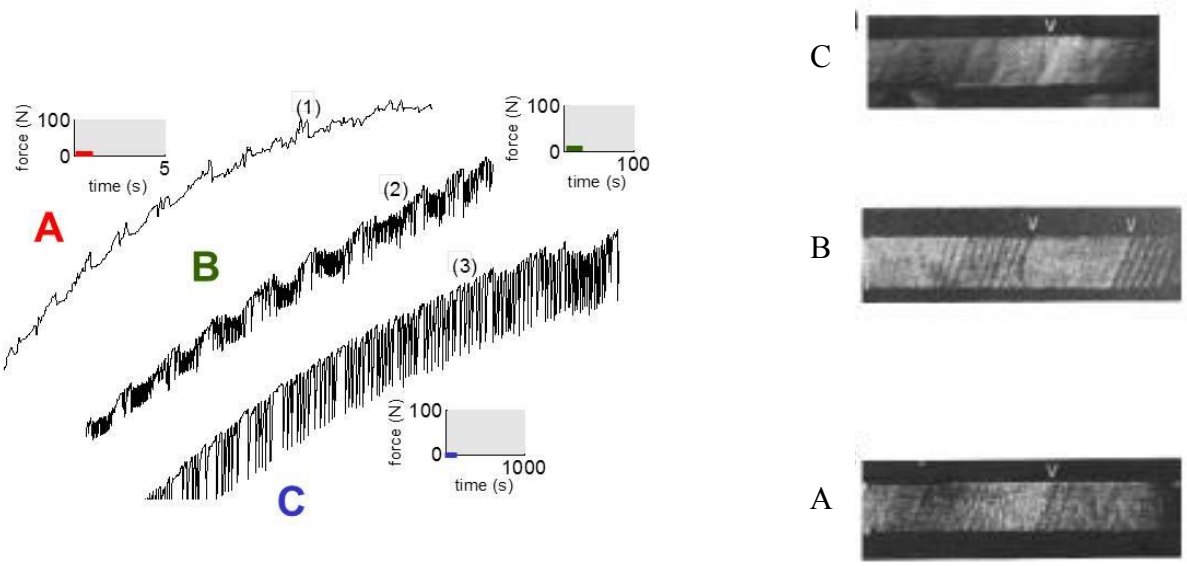


Рисунок 1.8 – Типичные участки кривых растяжения, демонстрирующие различные типы деформационных полос [47] и соответствующие им полосы на поверхности образцов [48]

Деформационные полосы типа C зарождаются в образце случайным образом и являются статичными (рисунок 1.8). При таком типе неустойчивости на кривой зависимости деформации от нагрузки осцилляции происходят с большей чем в типе B амплитудой, но ниже основного уровня нагрузки (рисунок 1.8).

Как правило, полосы типа A наблюдаются в интервале высоких скоростей деформации, тип C проявляется в области низких скоростей, а при промежуточные скорости соответствуют типу B [49]. Влияние температуре на типы полос противоположное: при более высоких температурах наблюдается тип C, а при низких – тип A. Исследования кинетики деформационных полос показали, что скорость распространения полос зависит от скорости нагружения, а также изменяется по объему образца с увеличением степени деформации [43,48].

Природа эффекта. Условия возникновения ПЛШ, такие как критическая степень и скорость деформации, температурно-временные параметры деформирования подробно изучались в литературе [43,50-52]. Установлено, что микроскопический механизм эффекта пластической неустойчивости описывается теорией динамического деформационного старения (ДДС), характеризующей взаимодействие между движущимися дислокациями и атомами

растворенного вещества [41,45,53-58]. Согласно этой теории, движение дислокаций, осуществляющих пластическую деформацию, является чередующимися процессами свободного движения и остановками на различного рода препятствиях – частицах других фаз, границах зерен и двойников, дислокаций леса и т.д. [59,60]. При таких остановках к дислокациям диффундируют примесные атомы, образуя «облака» или атмосферы и дополнительно препятствуя дальнейшему движению. Таким образом, ДДС является термоактивируемым процессом и наблюдается в определенном диапазоне температур, достаточном для диффузии атомов растворенного вещества. При отрыве от примесных атмосфер, дислокации беспрепятственно движутся до следующего препятствия, где процесс повторяется. Последовательная смена свободного движения, закрепления и отрыва дислокаций способствует появлению скачков напряжения на кривой деформации.

Схематично процесс движения дислокаций в материале с примесными атомами показан в работе [61] (рисунок 1.9). Здесь кривая 1 демонстрирует зависимость напряжения трения решетки от роста скорости движения свободных дислокаций, кривой 2 описано изменение деформационного упрочнения от закрепления атомами растворенного вещества. Обе величины растут с увеличением скорости движения дислокаций. Кривая 3 соответствует изменению концентрации примесных атомов, уменьшающейся с увеличением скорости движения дислокаций. В интервале ДДС, т.е. в области существования эффекта ПЛШ, скорость движения дислокаций показана кривой 4. При низких скоростях деформации ($< V_M$), атмосферы примесных атомов успевают двигаться вместе с дислокациями. С ростом скорости деформации ($> V_M$), происходит переход в нестабильное течение и дислокации отрываются от примесей. При дальнейшем увеличении скорости деформации до значения V_3, дислокации становятся чувствительны к более крупным препятствиям, например, границам зерен, что приводит к падению их скорости до значения V_M, где вновь повторяется процесс диффузии и закрепления примесными атомами. Последовательная смена описанных процессов приводит к возникновению таких температурно-скоростных условий деформации, где напряжение течения из-за отрыва дислокаций от примесных атмосфер снижается с ростом скорости деформации, т.е. наблюдается так называемая отрицательная скоростная чувствительность и скачкообразный режим пластического течения – режим ПЛШ (рисунок 1.10) [45,61,62]. N-образный характер скоростной чувствительности напряжения и изменение таких свойств материала как удлинение, напряжения течения и скорости деформационного упрочнения в области существования ДДС схематично представлены на рисунке 1.6 [45].

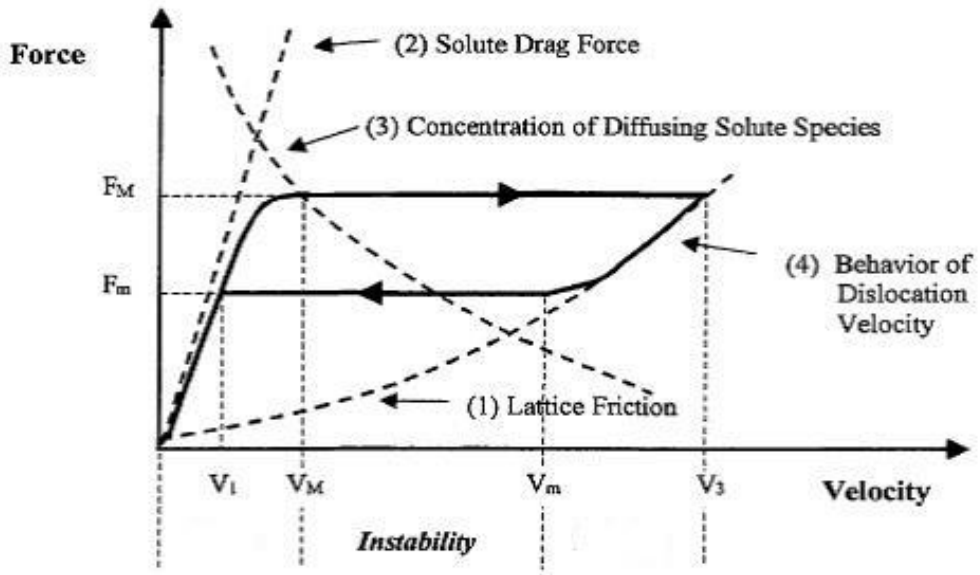


Рисунок 1.9 – Диаграмма зависимости скорости движения дислокаций от напряжения [61]

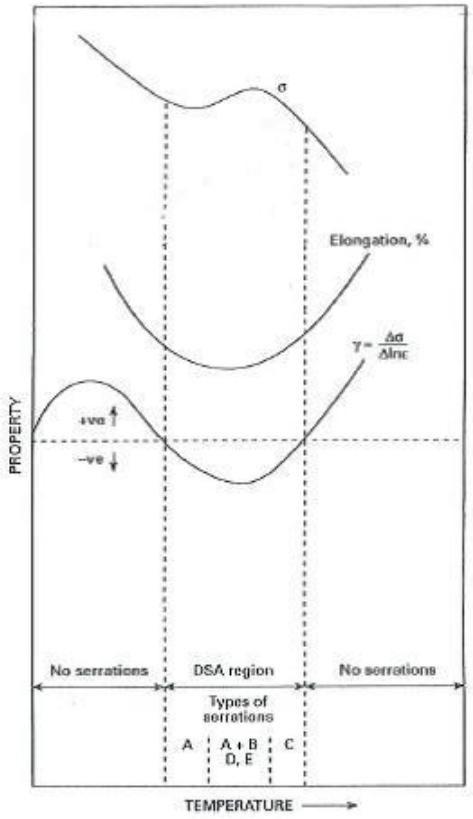


Рисунок 1.10 – Схематичная диаграмма изменения свойств материала в области ДДС [45]

1.2.2 Исследования эффекта Портевена - Ле Шателье в сплавах системы Al-Mg

Сплавы системы Al-Mg являются самым известными материалами, демонстрирующими эффект ПЛШ [1,41,45,63], и долгое время используются для моделирования и изучения нестабильности пластического течения при деформации [64,65]. Так, в работе [63] исследовали влияние содержания Mg на пластическую деформацию в коммерческих Al-Mg сплавах. По результатам оценки механических свойств сплавов с содержанием Mg от 1 до 2,5% при комнатной температуре установлено, что концентрация Mg выше 2% приводит к появлению скачков на кривых растяжения и критическая скорость деформации, необходимая для появления осцилляций, таких материалов демонстрирует отрицательную скоростную зависимость (рисунок 1.11). Аналогичные результаты были получены и в работе [66], где исследовали механическое поведение Al-Mg сплавов с 2-4,5% Mg. Помимо этого, здесь было установлено, что высота скачков увеличивается с повышением содержания Mg.

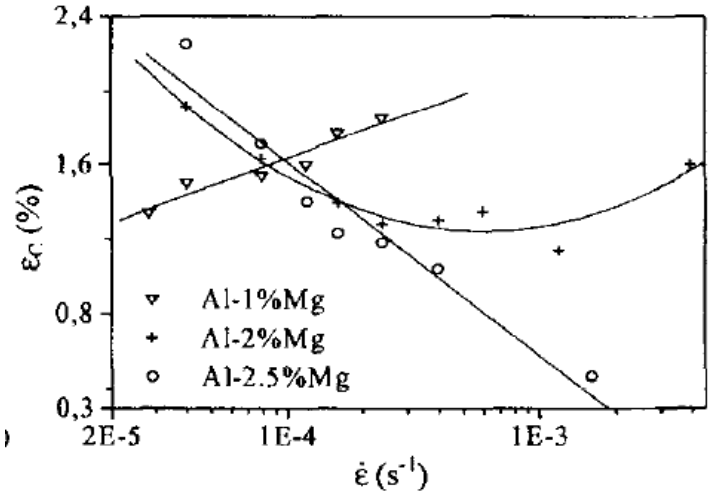


Рисунок 1.11 – Зависимость критической степени деформации от скорости для алюминиевых сплавов с различным содержанием Mg [64]

Позднее было установлено, что наличие даже 1% Mg в твердом растворе приводит к возникновению эффекта ПЛШ [67]. Напротив, выделение в результате длительного отжига из твердого Al-Mg раствора Al_3Mg_2 фазы снижает частоту скачков нагрузки на кривых растяжения сплава [68]. Недавние исследования на атомном уровне Al-4,3%Mg сплава доказали, что причиной скачкообразной деформации являются сегрегации растворенных атомов Mg на дислокациях при их остановке перед препятствием [53,69], то есть формирование атмосфер Коттрелла на дислокациях при деформировании в режиме ДДС [41,43,62]. В работе [66]

установлено, что позади движущихся дислокаций формируется обедненная Mg зона, длина которой равна 30 нм. Эта область является зоной локального разупрочнения, что содействует локализации скольжения и увеличивает отрицательную скоростную чувствительность.

Известно, что исходная микроструктура оказывает влияние на мезомасштабные топографические особенности и шероховатость поверхности, образованные в процессе пластической деформации [69,70]. Вместе с тем, есть лишь несколько экспериментальных данных о взаимосвязи исходной микроструктуры, эффекта ПЛШ и образовании на поверхности нежелательных полос и повышении ее шероховатости. В работах [72-74] было показано, что исходная микроструктура сильно влияет на эффект ПЛШ. Причем это влияние сильно зависит от дисперсных фаз, которые могут присутствовать в сплавах Al-Mg. Например, в работе [75] была высказана гипотеза, что наличие частиц вторых фаз в сплаве может способствовать переходу от прямой скоростной чувствительности напряжения к обратной, N-образной зависимости. Пересмотренная версия модели ДДС, с поправками на наличие с составе материала частиц, теоретически рассмотрена в [76], где авторами предложены 4 варианта зависимости критической степени деформации в соответствии с положением сплава на фазовой диаграмме и характером распределения частиц вторых фаз (рисунок 1.12).

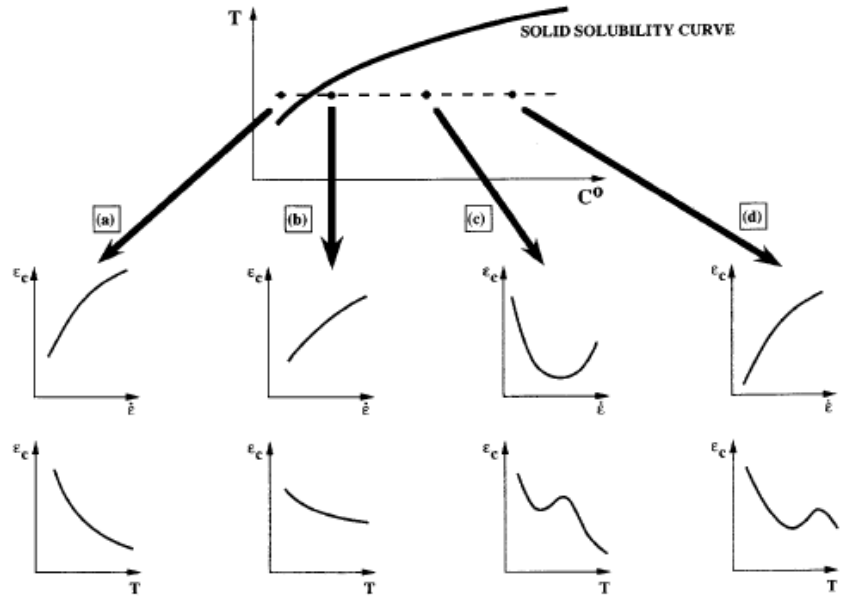


Рисунок 1.12 – Варианты зависимости критической скорости деформации от положения сплава относительно кривой растворимости на фазовой диаграмме: слева направо
(a) материал не содержит частиц вторых фаз; (b) гетерогенное распределение частиц на дислокациях; (c) однородное распределение частиц на дислокациях в объеме материала, (d) однородное распределение частиц в объеме материала [76]

Влияние исходной плотности дислокаций в материале на поведение скачков напряжения в Al-2%Mg сплаве изучали в работе [77]. Для исследований был выбран сплав после холодной прокатки и в отожженном состоянии. Установлено, что по сравнению с холоднокатаным состоянием, в сплаве после отжига наблюдаются осцилляции с более однородным распределением амплитуды и частоты. Авторы связывают это со снижением внутренних напряжений и плотности дислокаций в материале при отжиге, что приводит к смещению интервала существования ДДС в область более низких скоростей деформации и требует увеличения значений степени критической деформации для начала неустойчивого течения (рисунок 1.13). Похожие результаты сообщались в [67].

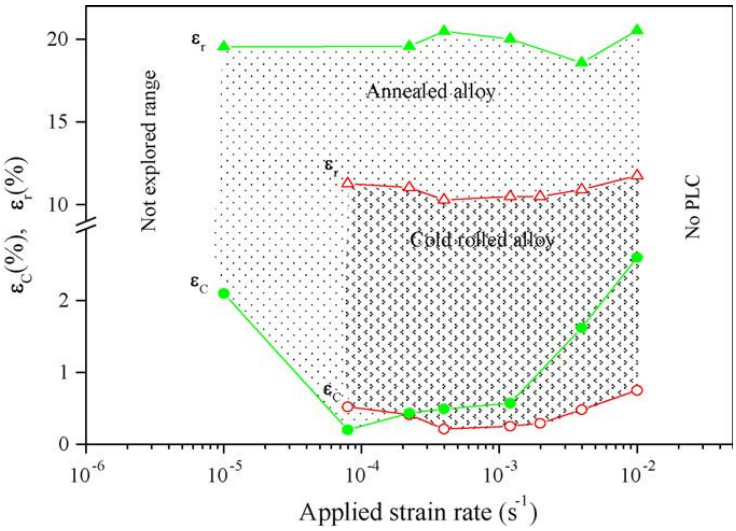


Рисунок 1.13 – Область существования эффекта ПЛШ в Al-2%Mg сплаве в отожженном состоянии (зеленая кривая) и после холодной прокатки (красная кривая). ε_c – критическая степень деформации, ε_r – значение пластической деформации при разрушении [77]

Форма скачков и основные типы эффекта ПЛШ в Al-Mg сплавах зависят от конкретных условий деформации, т.е. от скорости нагружения и температуры. Однако, на сегодняшний день единого мнения о влиянии микроструктурных параметров, таких как размер зерна и присутствие дисперсных частиц вторых фаз, на эффект ПЛШ, нет [41,53,68,78]. В частности, было установлено, что измельчение зерна в слаболегированных Al-Mg сплавах или подобных сплавах, содержащих крупные частицы вторичных фаз, приводит к увеличению критической деформации начала прерывистого течения и уменьшению частоты и амплитуды зубчатости, вплоть до полного подавления эффекта ПЛШ вместе с деформационным упрочнением [68,72-73,78]. Например, в работе [72] изучали алюминиевый сплав, содержащий 3%Mg, после ступенчатого РКУП по маршруту Вс при 300°С и 200°С. В результате такой обработки средний

размер зерен составил 500-700 нм. Было показано, что измельчение зеренной структуры сплава способствует эффективному подавлению эффекта ПЛШ. По мнению авторов, это связано с отсутствием синхронизации движения дислокаций в мелкозернистом материале. В противоположность этому, было установлено, что измельчение зерна, значительно повышает величину колебания напряжений в Al-Mg сплаве, содержащего наночастицы [24]. Эти примеры показывают, что микроструктура слаболегированных и дисперсионно упрочненных Al-Mg сплавов по-разному влияет на эффект ПЛШ.

1.3 Механические свойства сварных соединений сплавов системы Al-Mg-Sc, полученных сваркой трением с перемешиванием

На сегодняшний день одним из самых перспективных методов создания неразъемных соединений является сварка трением с перемешиванием (СТП) [78-85]. Данный вид сварки обладает множеством преимуществ по сравнению с традиционными способами получения сложных конструкций (дуговая, плазменная, лазерная и т.д. виды сварки), основными из которых являются возможность соединения разнородных материалов, простота исполнения и значительное снижение веса готового изделия. Последнее обстоятельство делает этот вид сварки наиболее привлекательным для авиастроения, так как позволяет заменить клепаные конструкции фюзеляжа и крыла, уменьшив тем самым вес летательного аппарата [85]. Как показано на рисунке 1.14, СТП можно применять ко всем системам легирования алюминиевых сплавов.

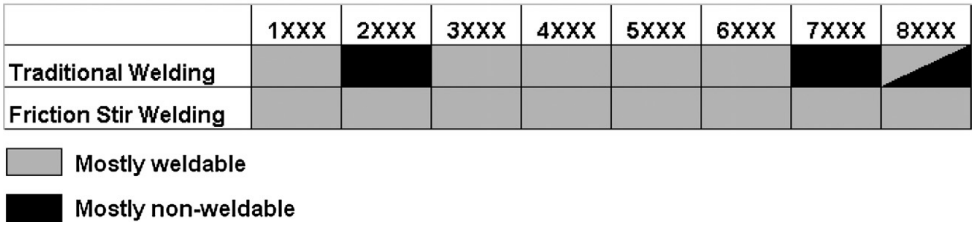


Рисунок 1.14 – Свариваемость алюминиевых сплавов [85]

В современной литературе содержится много данных об особенностях метода [79] и используемых сварных инструментах [86], описание характерных участков и зон сварных швов, полученных СТП, поэтому в рамках данного обзора будут приведены преимущественно свойства получаемых соединений.

Основными трудностями в получении сварных конструкций традиционными видами сварки являются специальная подготовка свариваемых поверхностей, образование сварных трещин из-за высокого коэффициента теплового расширения сплавов на основе Al, пористость, необходимость использования защитных атмосфер, образование широкой зоны термического влияния, как правило, сопровождающуюся локальным разупрочнением, особенно в сплавах 2XXX и 7XXX серий. Напротив, применение СТП не требует какой-либо предварительной подготовки поверхности и использования защитных атмосфер, позволяет получить соединение без пор и без образования трещин, успешно применяется для получения сварных соединений стареющих алюминиевых сплавов. Не менее важным обстоятельством является то, что процесс сварки трением является твердофазным, что исключает расплавление материала; в его основе лежит интенсивная пластическая деформация при повышенных температурах, осуществляемая за счет сварочного инструмента, при этом температуры, действующие при СТП, не превышают 450-500°C [1]. В различных работах, посвященных воздействию СТП на сплавы систем Al-Mg-Sc и Al-Mg-Sc-Zr, показано, что частицы Al_3Sc и $Al_3(Sc,Zr)$ практически не подвержены изменениям в зоне перемешивания [79-81, 87], что обеспечивает сохранение упрочняющего эффекта от этих частиц.

Наиболее значимым преимуществом СТП является возможность получать сварные конструкции, коэффициент прочности которых составляет 0,9-1 [79,87,88]. Так, в работе [88] сравнивали механические свойства соединений холоднокатаных листов Al-6,0%Mg-0,4%Sc+Zr сплава, полученные аргонодуговой сваркой вольфрамовым электродом в среде инертного газа и СТП. Установлено, что коэффициент прочности сварных швов, полученных СТП, равен 0,94, в то время как для швов, полученных аргонодуговой сваркой, он равен 0,79 (таблица 1.7). Показано, что повышенная прочность соединений, полученных СТП, связана с сохранением исходной зеренной структуры в шве из-за наличия $Al_3(Sc,Zr)$ частиц. Относительно низкая температура процесса и высокая стабильность этих частиц обеспечивают сохранение когерентности $Al_3(Sc,Zr)$ фазы в процессе сварки трением, в то время как при аргонодуговой сварке формируется дендритная структура центральной части соединения. Образование дендритной структуры и распад упрочняющих частиц $Al_3Er/A_{l3}Zr$ при аргонодуговой сварке сплава Al–Mg–Mn–Zr–Er наблюдали и в [89], при этом по границам зоны правления образовывалась мелкозернистая структура. Коэффициент прочности соединения составил 0,72, разрушение образцов при растяжении происходило в центре шва.

Для сравнения, в работе [90] исследовались свойства соединений сплава 1575-1, полученные ручной аргонодуговой сваркой неплавящимся электродом с использованием сварочной проволоки с содержанием скандия 0,25-0,35%. Установлено, что прочность стыковых соединений сплава 1575-1 не ниже 0,9 от прочности основного металла, достигается

конструктивно-технологическим оформлением сварного шва технологическими валиками. Выполнение технологических валиков по границе сплавления позволяет увеличить рабочее сечение сварного соединения в зоне термического влияния, где происходит разупрочнение свариваемого металла вследствие высокотемпературного нагрева, и обеспечивает плавность перехода шва к основному металлу, тем самым уменьшив влияние геометрического концентратора напряжений.

Таблица 1.7 – Механические свойства при растяжении образцов сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава [88]

Образец	Свойства при растяжении		Коэффициент прочности шва	Зона разрушения
	$\sigma_в$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа		
Основной материал	430	320	-	-
СТП	394	286	0,94	Сторона набегания
АДС	332	217	0,79	Зона шва

С другой стороны, автор работы [91] приводит данные по аргонодуговой сварке отожженных листов толщиной 2 мм сплавов 01570 и 1545К, где отношение предела прочности сварного соединения к прочности основного металла равны 0,93 и 1,0, соответственно.

Прочность сварного соединения отожженных листов сплава 1545К, полученного автоматической аргонодуговой сваркой неплавящимся электродом с присадочной проволокой, близкой по составу к основному материалу, при -253°С представлена в таблице 1.8 [343]. Коэффициент прочности соединения составил 0,95.

Таблица 1.8 – Механические свойства сварных соединений листов сплава 1545К при -253°С [34]

Толщина листа, мм	Состояние	Прочность соединения, МПа, мин-макс	
		Образцы с усилением	Образцы со снятым усилением
4,5	отожженное	481-517	423-457
4,0	нагартованное	516-538	460-497

Интересные результаты получены при исследованиях свойств сварных соединений Al-Mg-Sc сплавов без добавок Zr [92] и с 0,1 Zr [93]. В работе [92] сравнивали сварные соединения Al-4,5Mg-0,2Ss сплава, полученные аргонодуговой сваркой и СТП. В результате оценки механических свойств установлено, что предел текучести СТП-аргонодуговых соединений на 20% и 50%, соответственно, ниже предела текучести основного материала. Объясняется это частичной и полной потерей упрочнения от Al_3Sc частиц в случае СТП и традиционной сварки, соответственно. Отжиг при 300°С в течение 1 ч соединения, полученного обычной сваркой, способствует распаду твердого раствора в зоне перемешивания, и повышению его механических свойств.

Свойства Al-Mg-Sc сплава с добавкой 0,1% Zr приведены в таблице 1.9 [93]. Подтверждено, что Zr усиливает сохранение когерентности Al_3(Sc, Zr) частиц в центральной части шва, что заметно повышает соотношение прочности соединения и основного материала.

Таблица 1.9 – Механические свойства соединений Al-Mg-Sc- Zr сплава, полученных СТП [93]

Обработка		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B, МПа	δ,%	Коэффициент прочности, %
Холоднокатаные плиты	Основной материал	411	290	19,6	92,5
	Сварное соединение	380	239	12,5	
Горячекатаные плиты	Основной материал	423	322	20,7	92,4
	Сварное соединение	391	257	10,9	

Таким образом установлено, что СТП позволяет получать сварные соединения сплавов системы Al-Mg-Sc без внутренних дефектов с высоким соотношением прочности соединения к прочности основного материала и может быть использована в ответственных конструкциях. Тем не менее, в подавляющем большинстве существующей литературы, данные о механических свойствах полученных таким образом соединений приведены для комнатной или повышенных температурах. Однако оценка свойств сварных швов в условиях низкотемпературной деформации является важной научной и практической задачей и необходима для расширения области применения процесса СТП. Кроме этого, в литературе практически отсутствуют данные о циклических свойствах соединений, необходимые для комплексного анализа механического поведения всей конструкции в целом и отдельных ее частей.

1.4 Постановка задач исследований

Согласно анализу литературных данных, существует возможность значительно повысить служебные свойства Al-Mg-Sc-Zr сплавов, применяемых для сварных криогенных конструкций, различными методами пластической деформации. Наиболее часто реализуемой в промышленном масштабе является прокатка. Также в ряде работ продемонстрированы уникальные механические свойства сплавов, обработанных методом РКУП, такие как сочетание высоких значений прочности и пластичности. Однако до настоящего времени комплексные работы, в которых было бы рассмотрено влияние различных видов микроструктур на свойства материала при отрицательных температурах, не проводились. Это затрудняет разработку новых способов обработки используемых сплавов для улучшения эксплуатационных свойств, и ограничивает представление о взаимосвязи между видом и условиями обработки, формируемой микроструктуры и ее влияния на механические свойства и разрушение материала с понижением температуры. Дополнительно, в абсолютном большинстве современных исследований отсутствуют данные о влиянии сварки трением с перемешиванием на механические свойства получаемых соединений в области низких температур. В этой связи детальные исследования поведения сварного соединения условиях криогенных деформации, а также установление связи между его структурой, механическими свойствами и особенностями разрушения является важной научной и практической задачей.

Для достижения вышеизложенных целей были поставлены следующие задачи:

1 Установить влияние пластической деформации методами горячей и холодных прокаток, а также РКУП на микроструктуру Al-Mg-Sc-Zr сплава.

2 Определить влияние термомеханической обработки Al-Mg-Sc-Zr сплава на статические механические свойства и ударную вязкость в интервале температур деформации -196…20°С, а также усталостные свойства при комнатной температуре.

3 Установить влияние температуры и деформированной структуры на механизмы разрушения при статическом и динамическом нагружении Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях.

4 Получить сварные соединения листов Al-Mg-Sc-Zr сплава методом сварки трением с перемешиванием. Изучить микроструктуру различных зон соединений, а также же определить механические свойства и особенности разрушения полученных соединений сплава в интервале температур -196…20°С.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.1 Материал исследований

В качестве материала исследований был выбран сплав серии 15XX (Al-Mg) с добавками Sc и Zr. Химический состав сплава приведен в таблице 2.1 и аналогичен разработанным ранее сплавам типа 1570, 01570. Сплав был получен в ОАО ВИЛС методом полунепрерывного литья с последующей гомогенизацией при температуре 360°С в течение 12 ч. Это состояние далее обозначено как исходное или литое.

Таблица 2.1 – Химический состав исследуемого материала (в масс.%)

Mg	Mn	Sc	Zr	Cr	Ti	Fe	Si	Al
6,01	0,35	0,20	0,08	0,05	0,04	0,01	0,001	Ост.

В состоянии поставки микроструктура сплава была однородной и состояла из крупных равноосных зерен со средним размером ~ 22 мкм. В равновесии с алюминиевой матрицей находились фазы Al_6Mn и $Al_3(Sc,Zr)$.

2.2 Экспериментальные методики

2.2.1 Методики термомеханической обработки

Получение листовых заготовок. Для получения листовых заготовок сплава использовали горячую прокатку при 360°С и холодную прокатку при комнатной температуре. Прокатка проводилась на двухвалковом стане с рабочими валками Ø 350×350 мм.

Для горячей прокатки из исходного сплава вырезались заготовки размером 80×80×40 мм, которые затем нагревались до температуры 360°С и прокатывались до конечной толщины 10 мм со степенью обжатия за проход ~ 10% и скоростью деформации ~1 м/мин. Перед началом прокатки заготовки выдерживали в печи в течение 20 мин и затем подогревали по 5 мин перед каждым проходом. Контроль температуры печи осуществляли термопарой с погрешностью измерения ±10°С. Суммарная степень деформации при прокатке составляла ~ 75%, а конечные размеры полученных заготовок - 87×355×10 мм.

Далее половина из полученных горячей прокаткой листовых заготовок подвергалась прокатке при комнатной температуре до суммарных степеней обжатия ~ 88% и 95% (степень

обжатия за один проход 10 %, скорость прокатки ~1 м/мин) и конечных толщин 5 мм и 2 мм, соответственно. Размеры заготовок после прокатки составили 87×625×5 мм, 87×1650×2 мм.

Методика равноканального углового прессования. Для получения объемных заготовок сплава с мелкозернистой структурой использовали метод РКУП при температуре 320°С до 12 проходов по маршруту Вс [94,95] с дополнительным поворотом между проходами на 180° вокруг продольной оси. Прессование проводили в изотермическом штампе с L-образными каналами, угол пересечения которых равен 90°. Поперечное сечение обоих каналов одинаковое и равно 20×20 мм. Перед началом деформации заготовки сплава размером 20×20×110 мм выдерживались в печи в течение 30 мин. Скорость деформации составляла ~ 3 мм/сек, после РКУП образцы охлаждались в воде.

2.2.2 Получение сварных соединений сплава

Плиты для сварки размером 40×10×135 мм вырезались из литого материала и листов сплава после изотермической прокатки. Обработку кромок под сварку выполняли механическим способом. Перед прихваткой свариваемые кромки и прилегающие поверхности на ширину не менее 20 мм протирали салфеткой, смоченной в растворителе, с последующей протиркой сухой салфеткой.

Сварные соединения получали методом сварки трением с перемешиванием (СТП) [96] на сварочном аппарате AccuStir1004FSW с регулируемыми скоростями подачи и вращения инструмента. Выступающая часть инструмента для сварки (пин) имел коническую форму с диаметром в верхней части 6 мм и в нижней части 4,8 мм. Диаметры заплечиков равны 16 мм, длина пина – 6,5 мм. Скорость движения и вращения сварочного инструмента составляли 150 мм/мин и 500 об/мин, соответственно. Угол наклона инструмента к свариваемой поверхности 2,5°. Ввиду большой толщины, листы проваривали с двух сторон. В случае горячекатаного материала сварной шов располагался вдоль направления прокатки.

2.2.3 Исследование структуры

Оптическая металлография. Металлографический анализ проводили с помощью оптического микроскопа Olympus GX-70. Структуру сплава выявляли после механической шлифовки, полировки и травления образцов раствором Келлера (0,5 HF-1,8 HCl_2-2,7 HNO_3-95 H_2O). Средний размер зерен определяли по результатам не менее 300 измерений для каждого состояния сплава по формуле:

$$D = \frac{\sum di}{n}, \quad (2.1)$$

где d_i – размер i-того зерна, n – общее количество измеренных зерен.

Среднее квадратическое отклонение выборочной средней определяли по формуле [97]:

$$\sigma(\bar{a}) = \sqrt{\frac{\sum (x - \bar{x})^2}{(n-1)}}, \quad (2.2)$$

где $\bar{x}$ — среднее арифметическое значение в каждой выборке, а n — размер выборки.

Вероятную статическую ошибку вычисляли по формуле:

$$\varepsilon = t \times \sigma(\bar{a}), \quad (2.3)$$

где t – нормированное отклонение. Расчет параметров вели при доверительной вероятности P=0,5.

Исследование тонкой структуры. Тонкую структуру сплава исследовали с помощью просвечивающих микроскопов JEM-2100 и FEI Tecnai G2 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Образцы для исследований (фольги) механически утонялись до толщины ~0,15-0,20 мм, далее выполнялись окончательная полировка и утонение струйным методом на электрополирующем устройстве TenuPol-5 с использованием раствора 25% HNO3 и 75% CH3OH при температуре -30°C и напряжении 20В. Готовые фольги промывались в дистиллированной воде и просушивались.

Средний размер кристаллитов и частиц вторых фаз оценивали по формуле (2.1), для получения достоверных результатов анализировали не менее 3 фольг для каждого состояния. Плотность решеточных дислокаций определяли по формуле:

$$\rho = \frac{N}{2F}, \quad (2.4)$$

где F – площадь анализируемой поверхности, N – число выходов дислокаций на поверхность.

Разориентировки границ зерен определялись с использованием электронного микроскопа Quanta-600 FEG и программы TSL OIM Analysis 5 методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD анализ), границы с углом разориентировки < 2° при этом не учитывались. Химический состав фаз определяли с помощью электронного микроскопа FEI Tecnai-G^2, оснащенного системой автоматического энерго-дисперсионного химического анализа.

Для исследования тонкой структуры зоны перемешивания сварных соединений сплава, образцы вырезались поперек направления сварки.

Фрактографический анализ. Исследование изломов образцов после различных видов испытаний проводили на растровом электронном микроскопе Quanta-200 на расстоянии 5-7 мм от поверхности разрушения при увеличениях до ×50000, при этом для разных образцов одной серии испытаний выбирали одинаковые увеличения.

2.2.4 Механические испытания

Испытание на растяжение. Статические испытания на растяжение проводили в интервале температур деформации -196…20°С с помощью испытательной машины Instron 5882, оснащенной криогенной камерой. Емкость камеры, подключенной к дьюару с жидким азотом, составляла около 0,75 $м^3$. Из образцов литого и горячекатаного, холоднокатаного до толщины 5 мм сплава, а также сплава после РКУП, вырезались плоские образцы с размерами рабочей части 3×7×25 мм, из холоднокатаного сплава, конечная толщина которого составляла 2 мм, размеры образцов были пересчитаны в соответствии с ГОСТ 11701-84 и составляли 2×10×35. Скорость деформации при всех температурах была одинаковой – 2 мм/мин, длина рабочей части деформированных образцов совпадала с направлением прокатки или последнего прохода РКУП. Время выдержки каждого образца при отрицательных температурах составляло 15 мин. Температура в камере контролировалась преобразователем FLUKE 54II и термопарами, погрешность измерения не превышала ± 3°. Оценку полученных в результате испытаний свойств, таких как предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности ($\sigma_В$) и относительное удлинение (δ), проводили в соответствии с ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 11150-84. Оценивали не менее трех образцов на точку.

Для оценки механических свойств сварных соединений каждого состояния сплава, образцы вырезались в направлении, поперечном направлению сварки. Рабочая часть образцов, размеры которой составляли 3×7×25 мм, охватывала все зоны сварного соединения, т.е. ядро шва или зону перемешивания, зону термомеханического влияния и основной материал.

Для оценки статических свойств зоны перемешивания сварного соединения, образцы вырезались параллельно направлению сварки, так, чтобы рабочая область каждого образца состояла только из материала центра шва. Размеры рабочей части таких образцов составляли 1,5×3×6 мм.

Определение ударной вязкости. Ударную вязкость образцов определяли в соответствии с ГОСТ 9454-78 на образцах с концентратором вида U (тип образца I) на маятниковом копре Instron SI1M с энергией удара 450 Дж, оснащенного управляющей и регистрирующей программой Fracta. Перед началом испытаний на инструментальном микроскопе проводили

измерение размеров образца в месте концентратора, далее определяли площадь поперечного сечения по формуле:

$$S = a \times b, \quad (2.5)$$

где a – высота рабочей части образца (см), b – ширина рабочей части образца (см).

При испытании удар маятника был со стороны, противоположной концентратору. Для достоверности результатов испытывали не менее 3-х образцов на точку.

Значение ударной вязкости определяли по формуле:

$$S = \frac{KC}{s}, \quad (2.6)$$

где КС – энергия удара, определенная программой (Дж), S – начальная площадь поперечного сечения образца (см^2). Среднеквадратичное отклонение результатов и статическую погрешность рассчитывали по формулам (2.2) и (2.3), соответственно. Образцы, не разрушившиеся в процессе испытаний, не учитывали.

Для определения значения ударной вязкости материала при температурах ниже -100°С в соответствии с ГОСТ 22848-77 образцы перед испытанием помещались в термостат со специальными охлаждающими жидкостями (жидким азотом), время выдержки в котором составляло 15-20 мин. Контроль температуры азота не осуществлялся. Испытания образцов после извлечения из термостата проводились не позднее чем 3-5 сек.

Для определения ударной вязкости зоны перемешивания соединений сплава, полученных сваркой трением с перемешиванием, образцы располагались согласно рисунку 2.1.

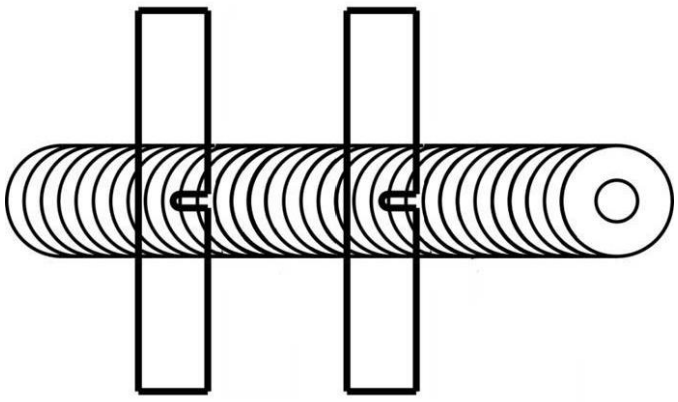


Рисунок 2.1 – Схема расположения образцов для оценки ударной вязкости зоны перемешивания сварных соединений сплава

Оценка пределов многоцикловой усталости. Усталостные характеристики материала в исходном и деформированном состояниях исследовали на плоских образцах, размеры которых

выбирали в зависимости от толщины листа в соответствии с требованиями стандарта ASTM E466-07. Поверхность образцов перед испытаниями полировали на абразивной бумаге с постепенным уменьшением зернистости. Все механические испытания проводились при комнатной температуре в соответствии с ГОСТ 25.502-79 с использованием серво-гидравлической универсальной испытательной машины Instron 8801. Продольная ось образцов после прокатки и РКУ прессования совпадала с направлением последнего прохода деформации, испытания проводили при синусоидальном цикле напряжений с частотой 25 Гц и коэффициентом асимметрии R=0,1. Предел выносливости материала оценивали по методике в соответствии с ГОСТ 25.502-79 на базе 10^7 количества циклов.

Для определения пределов многоцикловой усталости сплава после сварки трением с перемешиванием образцы вырезались из центральной части заготовки в направлении, поперечном направлению движения сварочного инструмента таким образом, чтобы рабочая часть образца охватывала все зоны соединения − ядро шва, зоны термического и термомеханического влияния и основной материал. Поперечное сечение рабочей части образцов составляло 3×7 мм, длина – 14 мм. Для оценки усталостных свойств материала сварного шва, образцы вырезались вдоль направления сварки, так, чтобы их рабочая область состояла только из центральной части зоны перемешивания. Размеры этих образцов составляли 2×5×10 мм. Испытания образцов после сварки проводились в условиях, аналогичных условиям и параметрам испытаний образцов сплава в исходном состоянии и после деформации.

Измерение микротвердости по шкале Виккерса. Микротвердость сварных соединений исследуемого сплава измеряли на автоматическом микротвердомере DM-8 Affri в соответствии с ГОСТ 9450-76 при нагрузке 0,2Н и времени выдержки 10 с. Перед проведением испытаний одну из поверхностей плоскопараллельного образца, вырезанного в направлении, поперечном направлению сварки, подвергали шлифовке и полировке. Значение микротвердости ($HV_{0.2}$) определяли по формуле:

$$HV_{0.2} = 0{,}189 \times \frac{F}{d_i^2}, \qquad (2.7)$$

где F- нагрузка (Н), d_i – средняя арифметическая величина диагоналей отпечатка (мм).

Размер измеряемой области составлял 24×8 мм с шагом между уколами 0,35 мм (максимальная диагональ отпечатка составляла ~ 65 мкм). Построение карт распределения микротвердости проводилось с использованием программы SigmaPlot 12.

Среднеквадратичное отклонение результатов рассчитывали по формуле (2.2), статическую погрешность по формуле (2.3).

2.2.5 Регистрация эффекта Портевена – Ле Шателье

Исследование эффекта нестабильного пластического течения сплава проводилось методом бесконтактной цифровой оптической экстензометрии на плоских образцах с размерами рабочей части 3×7×35 мм. Растяжение образцов осуществляли при комнатной температуре на универсальной испытательной машине ZWICK 1476 в интервале скоростей нагружения 3×10^{-5} – $4{,}3\times10^{-2}$ $с^{-1}$. Для исследования полос локализации деформации одновременно с записью диаграммы деформации «нагрузка-время» осуществляли съемку поверхности образца с помощью цифровой камеры с частотой записи 10^3 Гц и разрешением 1,3 микрон/пиксель. Для этого перед началом испытаний на одну поверхность полированного образца наносили маркеры в виде чередующихся параллельных черных и белых полос (рисунок 2.2, для примера показан образец после испытания). Толщина каждого маркера составляла 1 мм, общее количество полос, находящихся в поле зрения камеры перед началом испытания – 20, полосы располагались перпендикулярно оси деформации.

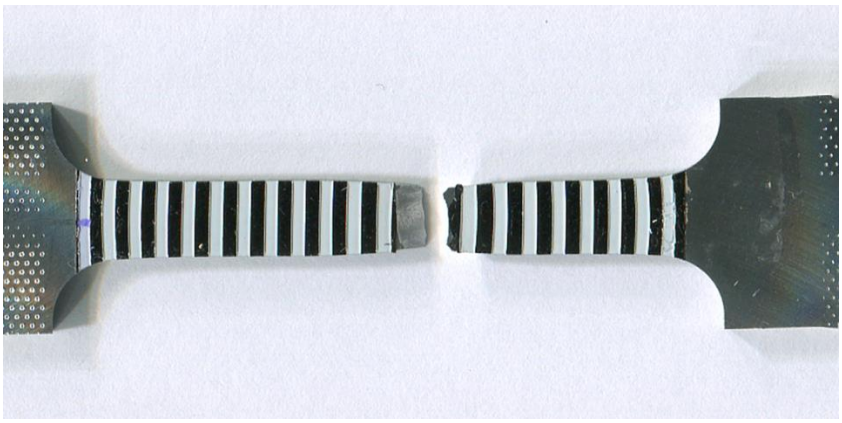


Рисунок 2.2 – Внешний вид образца сплава после испытаний

Камера была установлена на неподвижной траверсе и направлена на центральную часть маркированной области образца (рисунок 2.3). Синхронизацию полученных в ходе испытания кривых «нагрузка-время» и данных с камеры проводили по времени разрушения образцов в случае высоких скоростей деформации, либо привязкой к конкретному времени на кривой нагружения в случае медленных скоростей. Время оцифровки для записи диаграмм деформации в зависимости от скорости нагружения варьировалось от 2 мс для опытов с продолжительностью в несколько секунд и до 0,25 с для испытаний, длившихся несколько часов.

Обработка экспериментальных данных и построение карт локализации деформации осуществляли с помощью библиотеки программ, разработанных в MATLAB. Величину локальной деформации на выбранном участке поверхности исследуемого материала рассчитывали по оценке перемещений, фиксируемых с помощью камеры, по формуле [98]:

$$\varepsilon_i(t) = ln\frac{x_{i+2}(t)-x_i(t)}{x_{i+2}(0)-x_i(0)}, \quad (2.8)$$

где $x_i\,(t)$ – значение i-того расстояния между маркерами в момент времени t.

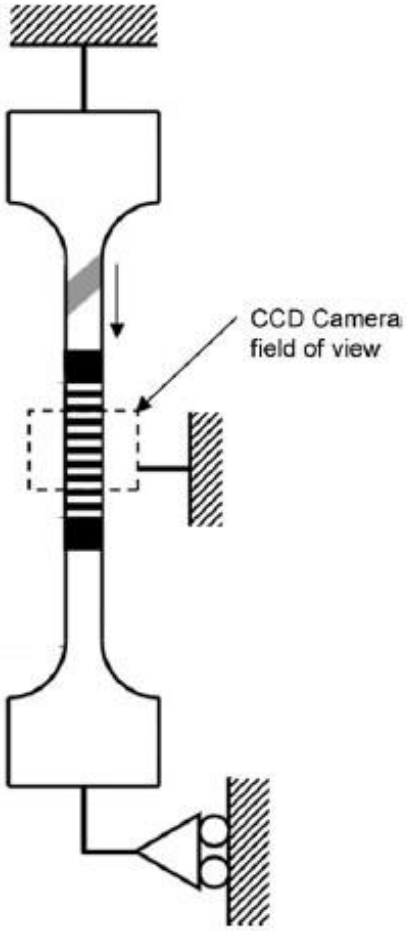


Рисунок 2.3 – Схематичное изображение образца и положения камеры при регистрации эффекта Портевена – Ле Шателье [98]

Маркеры, вышедшие в ходе испытания из поля зрения камеры, при расчетах не учитывались.

На основе полученных данных были построены карты распределения деформации по рабочей длине образца для различных моментов деформации вплоть до разрушения, либо на произвольном выбранном участке.

2.2.6 Определение стойкости к расслаивающей коррозии

Испытания на определение стойкости исходного и деформированных сплавов к расслаивающей коррозии проводили в соответствии с ГОСТ 9.904-82 в растворе для испытаний № 4 (20 гр/дм^3 калия двухромовокислого + 13,5 гр/дм^3 соляной кислоты) в течение 7 суток при температуре 25°С. Размеры образцов в случае исходного состояния и горячекатаных листов составляли 10×40×60 мм, в случае сварных соединений 9×25×80 мм, соответственно. Сварной шов располагался в середине образца перпендикулярно длинной стороне. Перед проведением испытания торцы образцов полировали на шлифовальной бумаге с постепенным понижением зернистости, затем на сукне с использованием алмазной пасты. После этого образцы травили в растворе, содержащем 75 г/дм^3 гидроокиси натрия, при температуре 50-60°С и времени травления 45 сек. Затем торцы заготовок протирали ватным диском, смоченным этиловым спиртом, и вертикально погружали в емкость с раствором, объем которого составлял не менее 10 см^3 на 1 см^2 поверхности. После проведения испытаний внешний вид каждого образца оценивался по десятибалльной шкале таблицы 2 ГОСТ 9.904-82.

ГЛАВА 3 ВЛИЯНИЕ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА МИКРОСТРУКТУРУ Al-Mg -Sc-Zr СПЛАВА

Чаще всего алюминиевые сплавы 15XX серии, предназначенные для работы в области низких температур, используют в виде горячекатаных или отожженных листов [28]. Тем не менее, непрерывные поиски дополнительных возможностей повысить служебные характеристики сплавов приводят к разработкам новых способов ТМО в широких диапазонах температур и степеней деформации. Свойства, получаемые в ходе подобных обработок, во многом определяются сформированной микроструктурой. Следовательно, оценка влияния параметров выбранной обработки на структуру является первостепенной задачей, необходимой для выбора оптимального режима ТМО, а также прогнозирования поведения полученного полуфабриката в процессе эксплуатации.

В данной главе изучена микроструктура и фазовый состав исследуемого сплава в исходном состоянии и после различного вида обработок; оценено влияние температуры и степени деформации при прокатке на изменение параметров структуры, а также выполнены структурные исследования сплава после РКУ прессования.

3.1 Микроструктура сплава в исходном состоянии

Микроструктура сплава в исходном состоянии, т.е. после литья и гомогенизации при 360°С в течение 12 ч, состояла из равноосных зерен со средним размером ~ 22 ± 2 мкм (рисунок 3.1а, б). Такое значительное измельчение зеренной структуры литого сплава связано с наличием Sc и Zr, являющихся сильными модификаторами и антирекристаллизаторами алюминиевых сплавов [9,99].

По результатам EBSD анализа установлено, что примерно 87% границ зерен имеют больугловую разориентировку (f_{HABs}), средний угол (θ) которой равен ~ 38° (рисунок 3.1б, в, таблица 3.1). Анализ карт локального распределения элементов показал, что такие легирующие элементы сплава как Mg, Zr, Cr и Fe равномерно распределены в алюминиевой матрице и образуют твердый раствор, а Mn и Sc формируют две основные фазы, находящиеся в равновесии с матрицей - Al_6Mn и $Al_3(Sc,Zr)$ [98]. Никаких доказательств формирования частиц Al_3Mg_2 или Al_3Cr фаз не обнаружено (рисунок 3.2). Стоит отметить, что отсутствие в сплавах 5XXX серии, содержащих добавки Mn, Sc и Zr, частиц Al_3Mg_2 фазы было показано в некоторых предыдущих работах [9,80,100-103]. При исследовании кинетики выделения этой фазы было установлено, что она формируется при распаде твердого раствора алюминиевого сплава с содержанием Mg более 2% в интервале температур 110…250°С [19,104], а выдержки

при более высоких температурах нагрева способствуют ее растворению [105]. Другой возможной причиной отсутствия Al_3Mg_2 фазы в исследуемом сплаве может быть значительная стабилизация твердого раствора Sc, Zr [106], Cr и Fe.

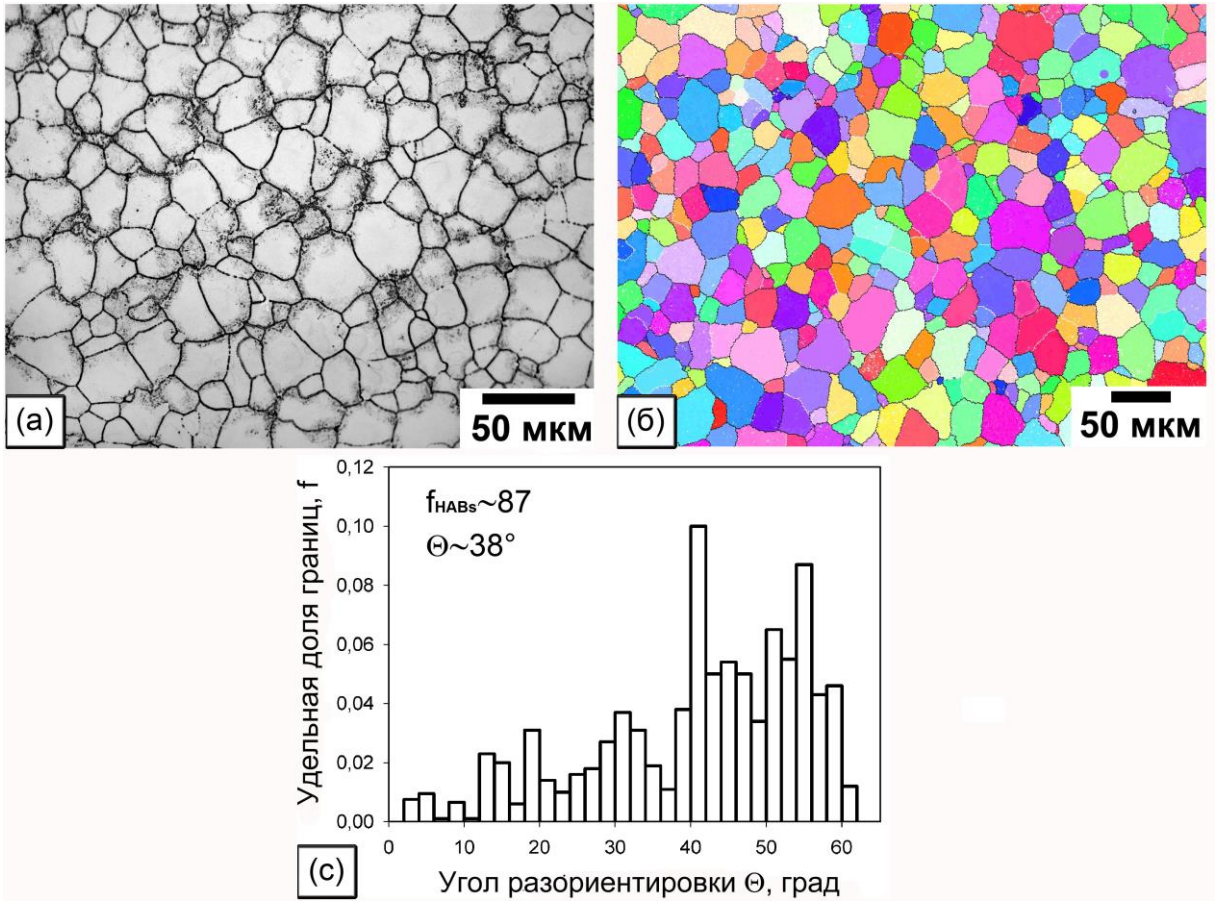


Рисунок 3.1 – Микроструктура (а, б) и распределение углов разориентировок границ зерен (в) в Al-Mg-Sc-Zr сплаве после литья и гомогенизации. Малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

По результатам просвечивающей электронной микроскопии (рисунок 3.3) было установлено, что скандиевые частицы выделяются двух типов: в теле зерен равномерно распределены когерентные $Al_3(Sc,Zr)$ дисперсоиды округлой формы со средним размером ~ 7-10 нм (рисунок 3.3б), а преимущественно по границам зерен были найдены некорентные Al_3Sc частицы, средний размер которых составил ~ 30-40 нм. Примечательно, что доля последних в сплаве незначительна. Среднее содержание Sc в первом и втором случае равно 0,37 масс. % и 5,81 масс.%, соответственно. Некогерентные частицы округлой или вытянутой формы, выделяющиеся преимущественно в теле зерен и имеющие средний размер ~ 25 нм, были

идентифицированы как Al_6Mn фаза (рисунок 3.3а). Плотность дислокаций литого сплава относительно низкая и составляет 3×10^{12} м$^{-2}$ (таблица 3.1).

Таблица 3.1 – Параметры микроструктуры различных состояний Al-Mg-Sc-Zr сплава: угол разориентировки (θ), доля большеугловых границ ($f_{БУГ}$) и плотность решеточных дислокаций (ρ)

Состояние сплава	θ,°	$f_{БУГ}$, %	ρ, м$^{-2}$
Исходное	38	87	$3{,}0\times10^{12}$
ГП	10	17	$4{,}0\times10^{13}$
ХП88	20	40	$3{,}5\times10^{14}$
ХП95	15	33	$6{,}4\times10^{14}$
РКУП	35	84	$4{,}0\times10^{13}$

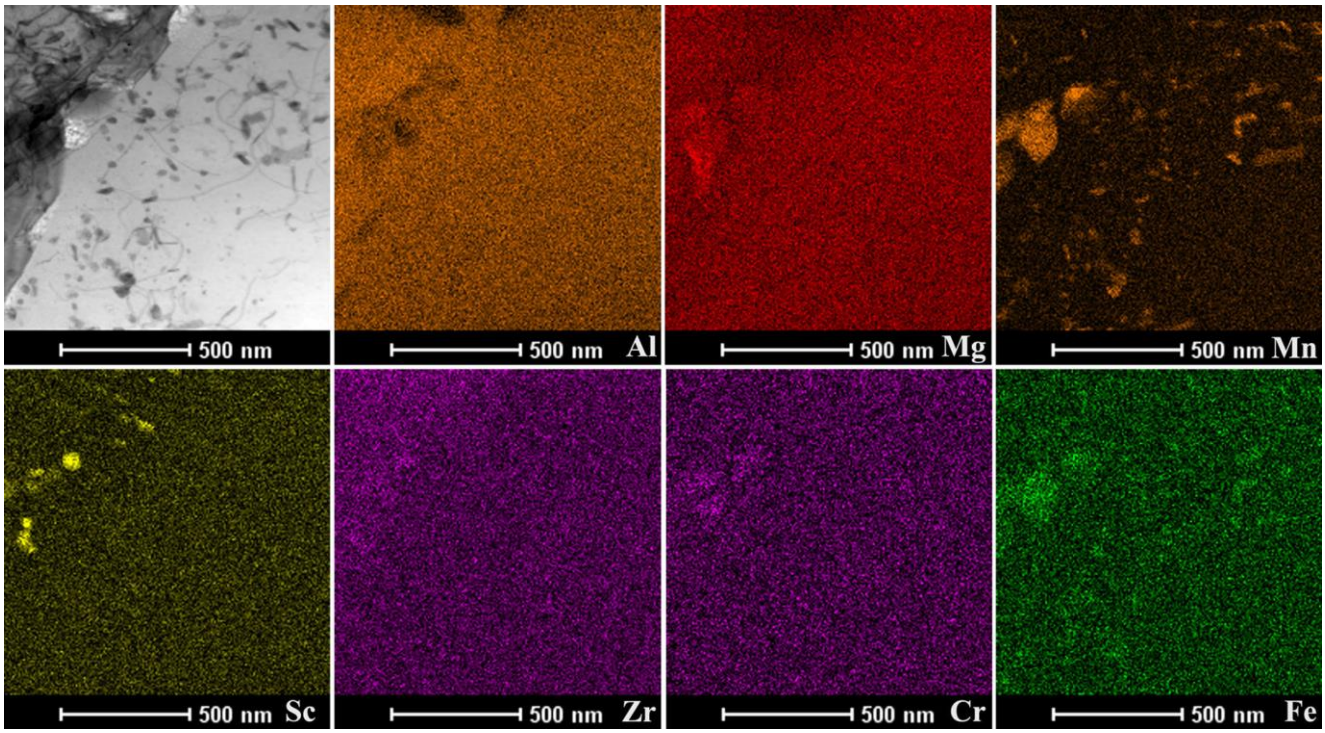


Рисунок 3.2 – Карты распределения легирующих элементов на выбранном участке Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии

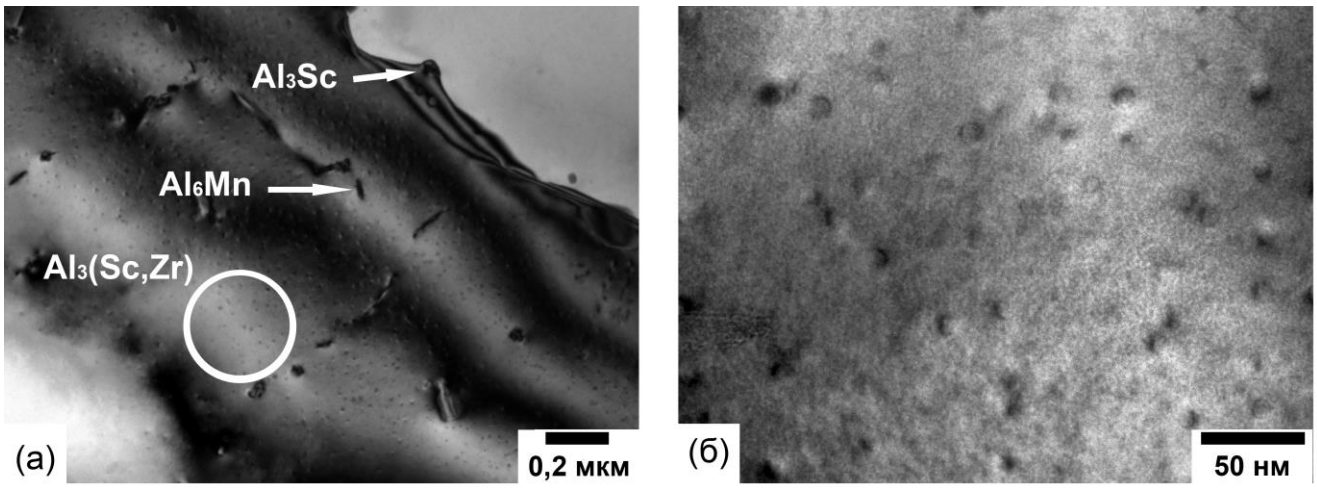


Рисунок 3.3 – Тонкая структура Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии; (б) – увеличенное изображение области, выделенной окружностью на (а)

Далее исходный сплав подвергали различным видам деформационно-термических обработок, выбор режимов которых обусловлен особенностями и сложностями производства полуфабрикатов из Al-Mg-Sc-Zr сплавов. В частности, из-за высокой степени легирования эти материалы относятся к труднодеформируемым, особенно при низких температурах деформации [107]. Поэтому в целях снижения энергосиловых параметров процесса и в целом энергозатрат на производство продукции, деформационно-термическую обработку данных сплавов проводят при температурах не ниже $0{,}3T_{пл}$. Кроме этого, актуальны исследования по совершенствованию технологий обработок с целью получения различного вида сортамента заготовок, таких как плиты, полосы, листовые заготовки и т.д. В этой связи возникла необходимость проведения исследования микроструктуры сплава после такой наиболее широко применяемой в промышленности обработки, как прокатка с различными степенями обжатия, так и после интенсивной деформации методом РКУП. Как показано многочисленными предыдущими исследованиями [22-25], структура, формирующаяся в процессе РКУП, обеспечивает значительное повышение прочностных характеристик материала при комнатной и повышенных температурах. В этой связи, оценка свойств и исследование поведения полученного таким образом материала в условиях низкотемпературной деформации, представляет научный и практический интерес.

3.2 Микроструктура сплава после горячей прокатки

Прокатка при 360°С с суммарной степенью деформации 75% привела к вытягиванию исходных зерен вдоль направления деформации (рисунок 3.4а,б). По результатам оптической микроскопии средний размер зерен в продольном и поперечных направлениях составляет ~ 52 мкм и 6 мкм, соответственно. Внутри этих вытянутых зерен присутствуют деформационные полосы, разделенные малоугловыми границами и ориентированные под углом ± 40° или вдоль направления прокатки (НП) (рисунок 3.4а,б). В результате развития деформационных полос в исходных крупных зернах сплава формируются отельные кристаллиты, окруженные границами с малыми углами разориентировок (рисунок 3.4б), средняя толщина и длина которых по результатам анализа тонкой структуры составили 0,3 и 0,7 мкм, соответственно (рисунок 3.4а).

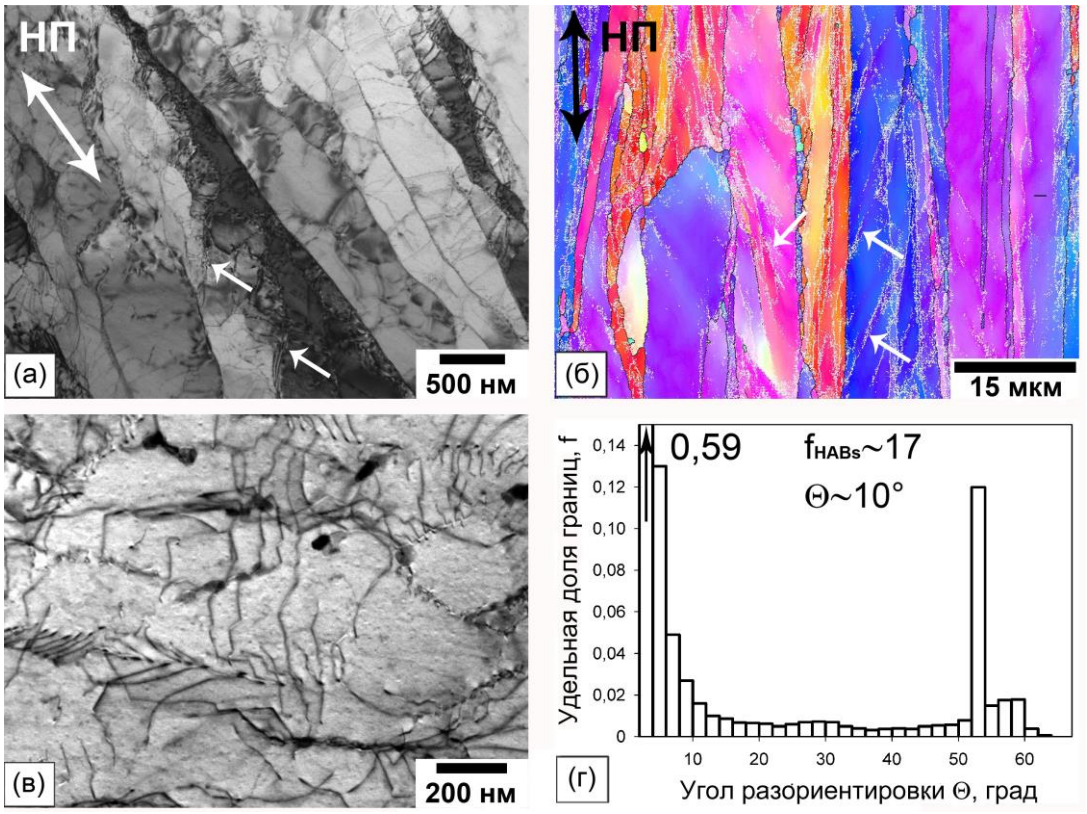


Рисунок 3.4 – Микроструктура Al-Mg-Sc-Zr сплава после горячей прокатки при 360°С до степени деформации 75%. НП – направление прокатки, белыми стрелками обозначены полосы деформационные полосы. Малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

Плотность дислокаций после прокатки увеличилась в ~ 11 раз по сравнению с исходным состоянием и составляет 4×10^{13} м$^{-2}$ (таблица 3.1). Стоит отметить также наличие цепочек частиц вторых фаз, наблюдаемых внутри зерен, и их сильное взаимодействие с решеточными дислокациями (рисунок 3.4в). Результаты ПЭМ хорошо согласуются с данными EBSD-анализа, который показал, что ~ 83% границ сплава после прокатки имеют малоугловую разориентировку со средним углом 10° (рисунок 3.4г, таблица 3.1).

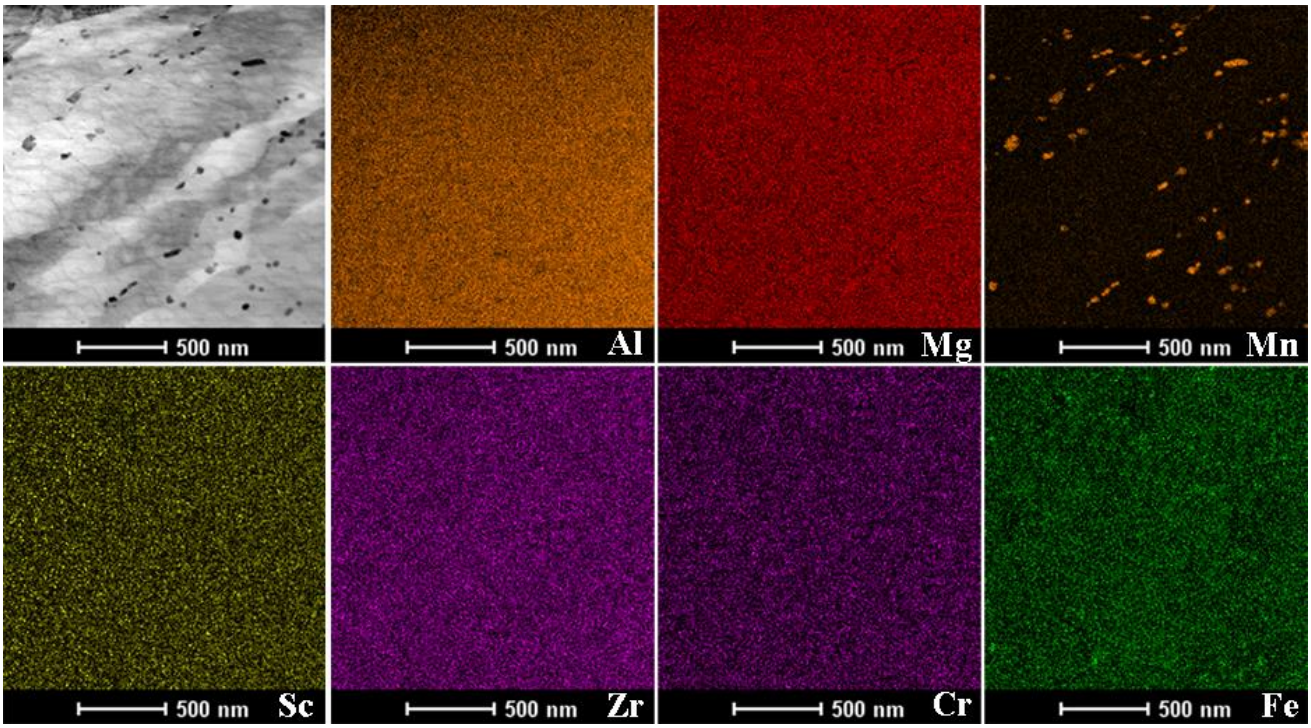


Рисунок 3.5 – Карты распределения легирующих элементов на выбранном участке Al-Mg-Sc-Zr сплава после горячей прокатки при 360°C до степени деформации 75%

Таким образом, горячая прокатка привела к формированию вытянутых вдоль направления деформации зерен с развитой субструктурой и увеличению средней плотности дислокаций. Следует отметить, что сформированная в результате такой прокатки микроструктура отличается от типичной холоднокатаной структуры алюминиевых сплавов, наблюдаемых в работах [108-111], наличием одинаково ориентированных деформационных полос в пределах каждого зерна и в 5 раз более низким значением плотности дислокаций.

3.3 Влияние холодной деформации на микроструктуру сплава

Результаты оценки микроструктурных изменений, происходящих в сплаве после прокатки при комнатной температуре, представлены на рисунке 3.6. В общих чертах, проведение холодной прокатки (ХП) приводит к увеличению плотности дислокаций в сплаве, образованию геометрически необходимых границ [111] и формированию полос сдвига.

В результате ХП с суммарной степенью деформации 88% в исследуемом сплаве формируется пластинчатая структура со средней толщиной зерен 1,2 ± 0,3 мкм, содержащих большое количество малоугловых границ, и хорошо различимые полосы сдвига, охватывающие несколько зерен и являющиеся местами локализации деформации (рисунок 3.6а, в). При этом плотность дислокаций по сравнению с горячекатаным материалом повышается в 10 раз (таблица 3.1), и в теле зерен формируются плоские дислокационные скопления (рисунок 3.6в). Доля большеугловых границ составляет 35%, их средний угол разориентировки равен 20° (рисунок 3.6д, таблица 3.1).

Повышение суммарной степени ХП до 95% приводит к существенному увеличению количества геометрически необходимых границ и полос сдвига в структуре сплава (рисунок 3.6б, г), угол наклона последних к направлению прокатки составляет 30-40° [108,113]. Путем пересечения полос сдвига, исходные зерна делятся на более мелкие разориентированные области так, что средняя толщина зерен не превышает 1± 0,2 мкм (рисунок 3.6б). Плотность дислокаций в этом состоянии сплава максимальна и равна $6{,}4\times10^{14}$ $м^{-2}$ (таблица 3.1). Небольшое снижение среднего угла разориентировки (таблица 3.1) указывает на то, что трансформации границ в большеугловые не происходит. Очевидно, что с ростом степени деформации ХП количество испускаемых источниками дислокаций значительно превосходит их количество, необходимое для формирования новых границ или увеличения разориентации существующих. В результате, плотность дислокационных скоплений внутри зерен увеличивается (рисунок 3.6г). Сохранению такой структуры способствует и наличие $Al_3(Sc,Zr)$ частиц, взаимодействующих с дислокациями, эффективно препятствуя их движению.

Стоит отметить, что фазовый состав сплава после холодной деформации не изменился.

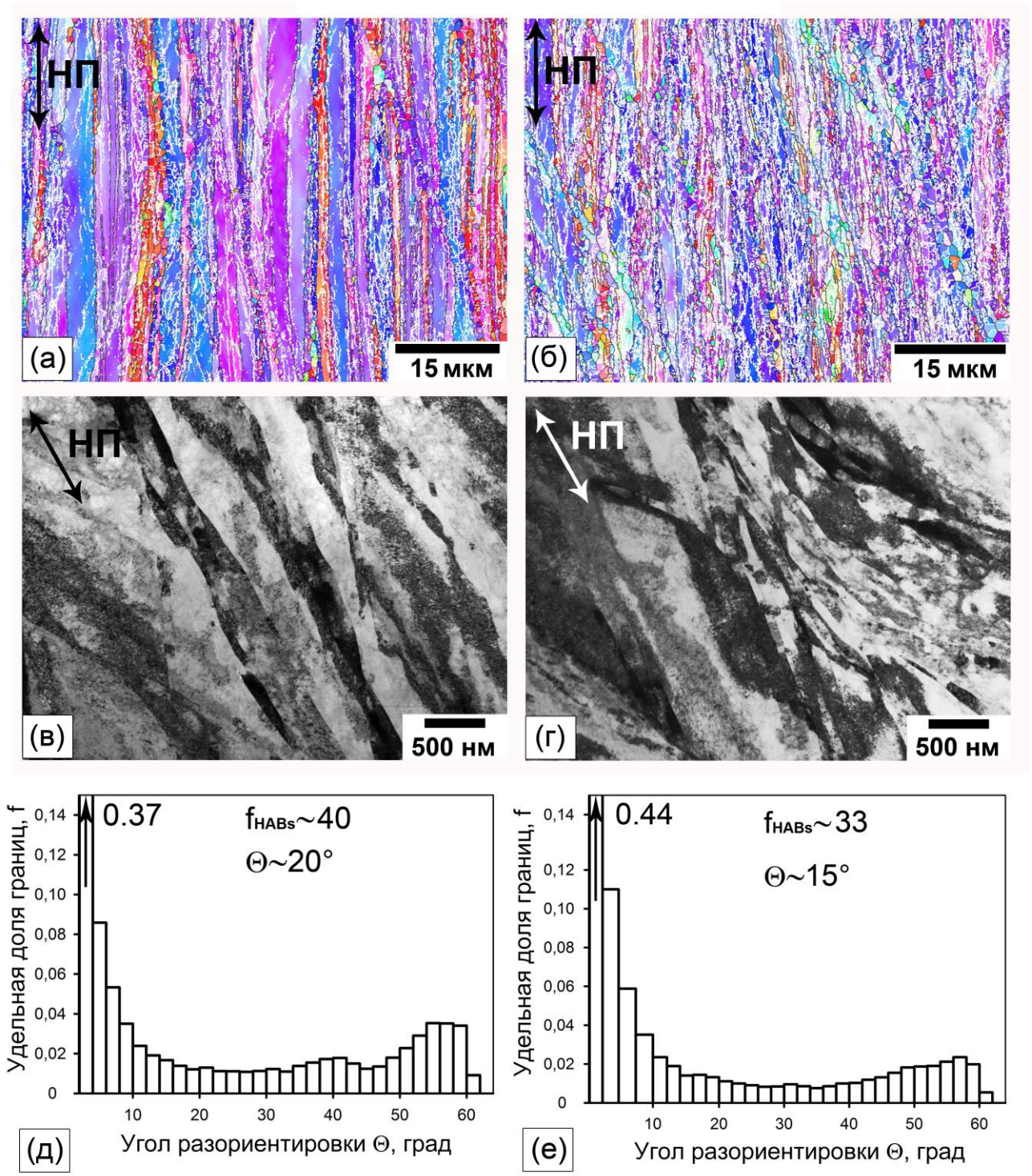


Рисунок 3.6 – Микроструктура Al-Mg-Sc-Zrсплава после прокатки при комнатной температуре до суммарных степеней обжатия (а,в,д) 88%, (б,г,е) 95%. На (а) и (б) белыми и черными линиями показаны малоугловые и большеугловые границы, соответственно

3.4 Микроструктура сплава после РКУП

Выбор режима прессования осуществлялся на основе литературных данных [20,21, 24-26] о параметрах РКУП для Al-Mg сплавов, содержащих добавки Sc и Zr, таким образом, чтобы обеспечить полностью рекристаллизованную равноосную структуру с максимальной долей мелких зерен. В большинстве случаев, авторы предлагали осуществлять прессование подобных сплавов в интервале температур 300-360°C со степенями деформации ε > 4. В результате, для исследуемого сплава были выбрано 12 проходов РКУП по маршруту Вс при 320°C.

Видно, что РКУП привело к значительному измельчению исходной зеренной структуры сплава (рисунок 3.7а, б). Средний размер полученных зерен, имеющих слегка вытянутую вдоль направления прессования форму, составляет ~ 0,7 ± 0,2 мкм, их объемная доля равна ~ 0,92. Таким образом, РКУП при выбранных параметрах деформации обеспечило получение мелкозернистой структуры сплава с высокой степенью однородности. Доля большеугловых границ в структуре материала составляет 84%, средний угол разориентировки 35° (рисунок 3.7в, таблица 3.1).

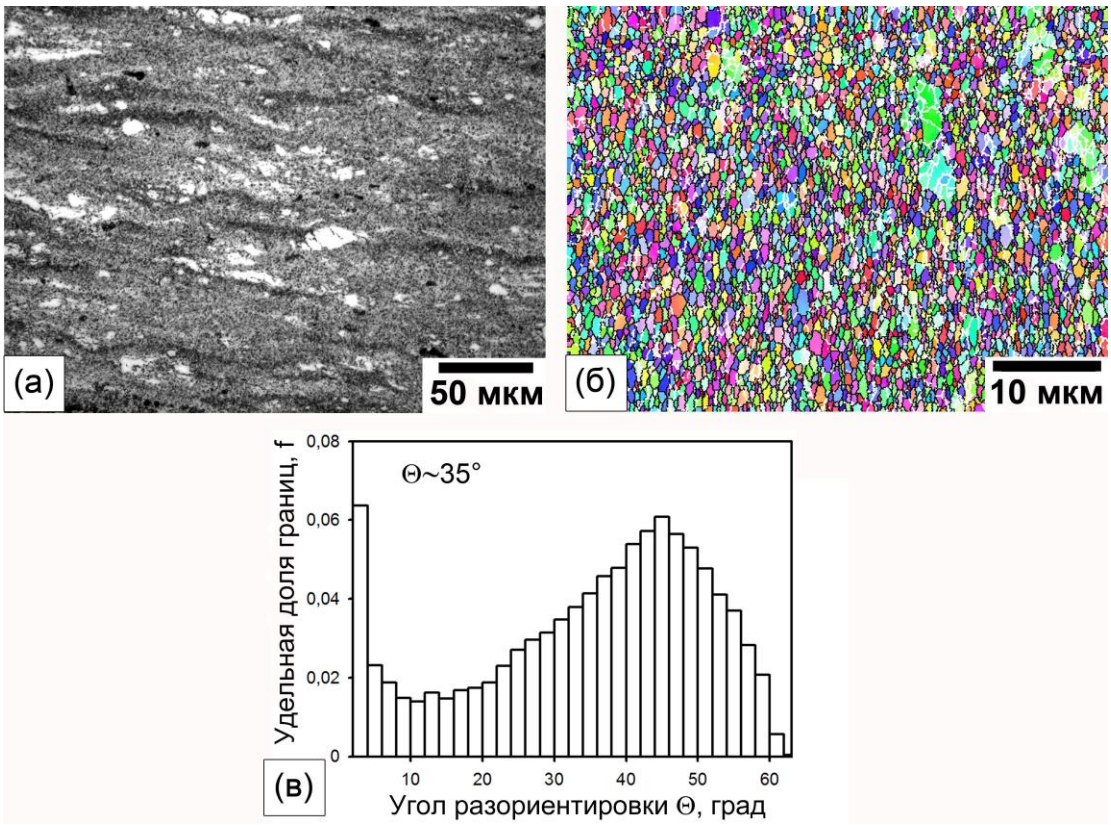


Рисунок 3.7 – Микроструктура Al-Mg-Sc-Zr сплава после РКУ прессования. Малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

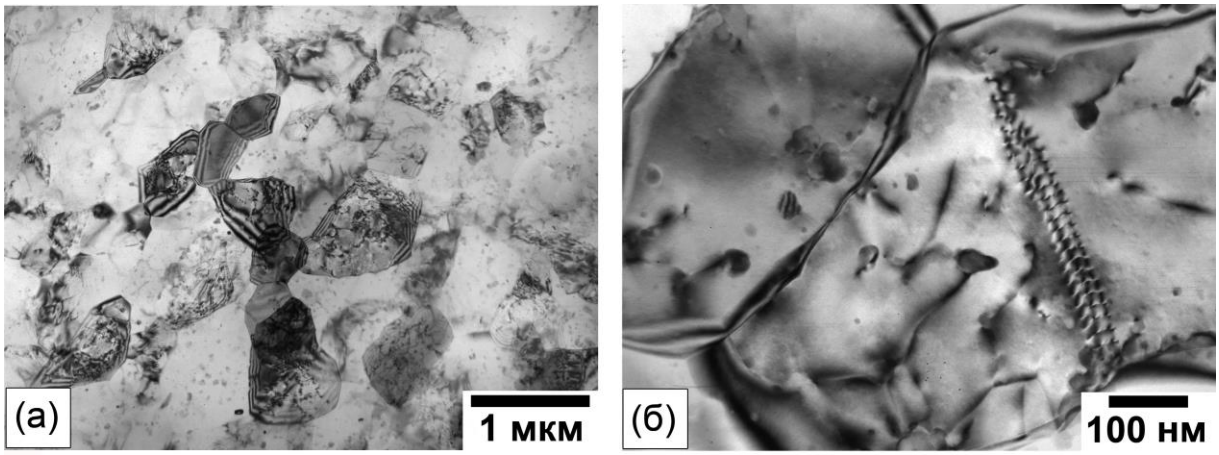


Рисунок 3.8 – Тонкая структура Al-Mg-Sc-Zr сплава после РКУ прессования: (б) увеличенный фрагмент рисунка (а)

Тонкая структура сплава после РКУ прессования представлена на рисунке 3.8. Внутри сформированных кристаллитов присутствуют когерентные $Al_3(Sc,Zr)$ частицы, средний размер которых ~ 7-10 нм, и некогерентные включения Al_6Mn фазы со средним размером ~ 35 нм (рисунок 3.8б). Обе фазы имеют округлую форму. Плотность решеточных дислокаций достаточно высока и равна ~ 4×10^{13} $м^{-2}$. Данный факт объясняется наличием дисперсоидов внутри зерен (рисунок 3.8б), активно взаимодействующих с дислокациями, что замедляет возврат при прессовании [112,114-115].

3.5 Выводы по главе

На основании представленных исследований микроструктуры Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном и деформированных состояниях можно сделать следующие выводы:

1 Исходная микроструктура сплава, полученная литьем с последующей гомогенизацией при температуре 360°С в течение 12 ч, однородная и состоит из равноосных зерен со средним размером 22 ± 2 мкм. Примерно 87% границ зерен имеют большеугловую разориентировку, средний угол которой равен ~ 38°. При комнатной температуре в равновесии с матрицей находятся фазы Al_6Mn и $Al_3(Sc,Zr)$.

2 Проведение горячей прокатки при 360°С с суммарной степенью деформации 75% способствует вытягиванию исходных зерен до 52 мкм и 6 мкм в продольном и поперечных направлениях, соответственно. Плотность дислокаций увеличивается в ~ 11 раз по сравнению с исходным состоянием и составляет 4×10^{13} $м^{-2}$.

3 В результате прокатки при комнатной температуре с суммарной степенью деформации 50% в исследуемом сплаве формируется пластинчатая структура со средней

толщиной зерен 1,2 мкм, содержащих 65% малоугловых границ, средний угол разориентировки составляет 20°.

4 Наибольшая плотность дислокаций, равная $6{,}4\times10^{14}$ $м^{-2}$, наблюдается в сплаве после прокатки при комнатной температуре до суммарной степени деформации 80%. Доля малоугловых границ в этом состоянии сплава составляет 68%.

5 РКУП до 12 проходов при температуре 320°С по маршруту Вс приводит к формированию в сплаве мелкозернистой структуры со средним размером зерен 0,7 мкм, объемная доля которых составляет 0,92.

ГЛАВА 4 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ОСОБЕННОСТИ РАЗРУШЕНИЯ Al-Mg – Sc-Zr СПЛАВА ПРИ КОМНАТНОЙ И КРИОГЕННЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

В данной главе представлены результаты исследования влияния различного вида деформации на статические и динамические механические свойства Al-Mg-Sc-Zr сплава в интервале температур -196…20°С. Оценены значения прочности, удлинения до разрушения и ударной вязкости сплава после прокаток с разными степенями деформации, а также после РКУП, в указанном температурном интервале. Кроме этого, приведены данные исследования усталостной прочности различных состояний сплава. Показаны и обсуждаются особенности разрушения исходного и деформированных сплавов в зависимости от вида и температуры испытаний.

4.1 Влияние деформации на механические свойства сплава при 20°С и -196°С

Диаграммы растяжения при температурах деформации 20°С и -196°С образцов сплава в исходном состоянии и после различного вида обработок приведены на рисунке 4.1, результаты количественной оценки свойств при растяжении − в таблице 4.1. При комнатной температуре самым низким пределом прочности (σ_B) ~ 360 МПа обладает сплав в исходном состоянии (рис 4.1а, таблица 4.1). Горячая прокатка увеличивает предел текучести ($\sigma_{0,2}$) материала на ~ 30%, предел прочности на ~ 25% и практически не влияет на удлинение до разрушения (δ) (таблица 4.1). Формирование мелкозернистой структуры при РКУП способствует еще большему увеличению предела текучести материала до 365 МПа и слабому росту пластичности. В результате сочетания горячей и холодной прокаток наблюдаются резкий рост прочностных характеристик и снижение пластичности: максимальное значение предела прочности сплава достигается в состоянии ХП95 – 560 МПа, при этом удлинение составляет всего 8% (рисунок 4.1а, таблица 4.1). Очевидно, что подобные характеристики листовых заготовок, полученных методом холодной прокатки, связаны с субструктурным упрочнением, обусловленным большой плотностью накопленных решеточных дислокаций, что в конечном итоге приводит к сильной локализации деформации и раннему разрушению [1,41,42]. Стоит отметить, что рост прочности с увеличением степени деформации является известной закономерностью, однако значения пределов прочности и текучести исследуемого сплава существенно превышают соответствующие прочностные параметры сплавов этой системы легирования, приведенные в литературе [11,17,18].

Примечательной особенностью поведения исследуемого материал при комнатной температуре является нестабильность пластического течения, наблюдаемая в каждом из

приведенных состояний (рисунок 4.1а). Возникновение подобных осцилляций на кривых деформации алюминий-магниевых сплавов обычно ассоциируется с эффектом Портевена- Ле Шателье (ПЛШ) и связано с динамическим деформационным старением [42]. В данной работе в исходном состоянии сплав демонстрирует так называемый тип А ПЛШ эффекта (Рисунок 4.1а), где происходит непрерывное распространение формирующихся полос деформации от одного края образца к другому [43]. При растяжении образцов сплава в состоянии ГП амплитуда и частота возникновения скачков нагрузки на кривой деформации возрастают, возникает тип В – эстафетное зарождение и распространение полос деформации [41,116,117]. После РКУ прессования на кривой растяжения сплава наблюдаются скачки с самыми большими частотой и амплитудой, в данном случае это скачки типа С, связанные с образованием полос деформации, устойчивых к распространению. После ХП на диаграммах растяжения видны слабые осцилляции, соответствующие типу А эффекта ПЛШ (Рисунок 2а). Более подробное исследование эффекта ПЛШ в данном сплаве будет приведено ниже.

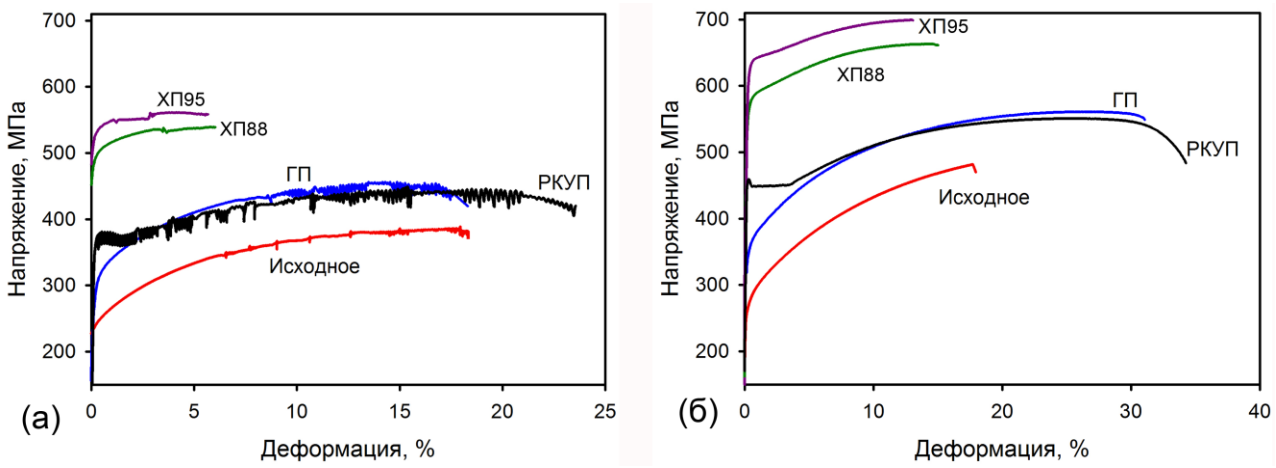


Рисунок 4.1 – Влияние температуры на кривые растяжения Al-Mg-Sc-Zr сплава до и после различных видов обработки: а − 20°С, б − -196°С

Понижение температуры деформации приводит к росту прочности и пластичности материала во всех состояниях кроме литого, где пластичность практически не изменилась (рисунок 4.1б, таблица 4.1). При -196°С самыми высокими значениями пределов прочности, равными 625…700 МПа, обладают холоднокатаные листы. Однако, известно [28], что в нагартованном состоянии материалы для криогенных конструкций используются мало. Дополнительно, было показано [87], что упрочнение листовых заготовок от холодной пластической деформации существенно снижается при сварке и коэффициент прочности такого соединения не превышает 65%. В этой связи, несмотря на высокие показатели

прочности, применение холоднодеформированных заготовок и получение их равнопрочных сварных соединений затруднено.

Близкие значения предела прочности при -196°С, равные ~ 550 - 555 МПа, обеспечивают горячая прокатка и РКУ прессование, при этом рост этого показателя по сравнению с исходным состоянием составил ~ 20% (таблица 4.1). Кроме этого, проведение горячей деформации привело к значительному увеличению пластичности при низкой температуре – удлинение до разрушения сплавов после РКУП и ГП в 2 раза выше исходного материала. Наибольшее увеличение предела текучести, ~ на 75%, при отрицательной температуре демонстрирует сплав после РКУП прессования. Примечательной особенностью поведения сплава с УМЗ структурой является и так называемые площадка и зуб текучести на деформационной кривой (рисунок 4.1б). На рисунке 4.1б также видно, что понижение температуры до -196°С приводит к подавлению эффекта ПЛШ для всех состояний исследуемого сплава.

Таблица 4.1 – Механические свойства Al-Mg-Sc-Zr сплава при комнатной и криогенной температурах

Состояние сплава	T, °C					
	20			-196		
	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B, МПа	δ, %	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B, МПа	δ, %
Исходное	225±10	360±15	18±3	260±8	470±10	16±5
ГП	295±9	450±10	20±5	335±10	555±10	34±6
РКУП	365±15	440±5	22±5	450±11	550±7	34±3
ХП88	495±10	545±12	9±3	480±5	625±15	15±2
ХП95	520±11	560±11	8±2	565±10	700±13	13±3

Таким образом, наиболее приемлемыми методами обработки сплава, способствующими повышению служебных свойств литого материала как при комнатной, так и при отрицательной температурах и одновременной возможностью получения высокопрочных соединений [87], являются горячая прокатка и РКУП. Исследование поведения этих состояний при отрицательных температурах является важной практической задачей, поэтому далее будет рассмотрено подробно.

4.2 Влияние микроструктуры на свойства сплава в интервале температур -196…20°C

4.2.1 Статические механические свойства

Кривые растяжения исходного, после ГП и РКУ прессования сплавов, полученные в интервале температур деформации -196…20°C, приведены на рисунке 4.2, количественные результаты оценки статических механических свойств представлены в таблице 4.2. В исходном сплаве напряжение течения увеличивается с понижением температуры, в то время как значение удлинения до разрушения растет до -120°C, а при большем охлаждении значительно уменьшается (рисунок 4.2а). Кроме этого, исследование диаграмм растяжения исходного и деформированных сплавов в широком температурном интервале показало, что подавление эффекта ПЛШ происходит при понижении температуры ниже -50°C (рисунок 4.2).

В результате горячей прокатки предел текучести исходного сплава при комнатной температуре увеличился от 225 МПа до 295 МПа, а предел прочности от 360 МПа до 450 МПа; удлинение до разрушения не изменилось. Однако, с понижением температуры деформации, пластичность горячекатаного сплава, в отличие от исходного материала, растет (таблица 4.2).

Формирование УМЗ структуры сплава в процессе РКУ прессования привело к значительному повышению его прочностных характеристик во всем исследуемом температурном интервале и существенному изменению форм деформационных кривых (рисунок 4.2). Так, диаграммы растяжения сплава в исходном и ГП состояниях имеют схожую параболическую форму, где на начальном участке наблюдается интенсивное деформационное упрочнение (рисунок 4.2а и б). В отличие от них, при комнатной температуре на кривой деформации РКУП - сплава после начала пластического течения наблюдается образование плато с высокоамплитудными скачками нагрузки между верхним и нижним пределами текучести (рисунок 4.2в) [117,118]. Возникновение плато на кривой связано с эффектом Пиоберта-Людерса [119], а прерывистая текучесть на нем ассоциируется с эффектом ПЛШ, характеризующего динамическое старение, т.е. взаимодействие подвижных дислокаций сплава с препятствиями в виде дисперсоидов, границ зерен и т.д. [31,41,63]. Установлено, что эффект ПЛШ наблюдется в Al-Mg сплава с содержанием Mg более 2% [41,63,120]. В данном случае для сплава после РКУ прессования при комнатной температуре наблюдаются скачки В типа [41], амплитуда которых значительно превышает высоту осцилляций при деформации других состояний сплава (рисунок 4.2) [121]. По сравнению с исходным и горячекатаным материалами, где неустойчивое поведение пластического течения начинается после определенной степени деформации, скачки нагрузки на диаграммах растяжения сплава с мелкозернистой структурой

начинаются сразу после перехода от упругой области и непрерывно продолжаются до разрушения (рисунок 4.2).

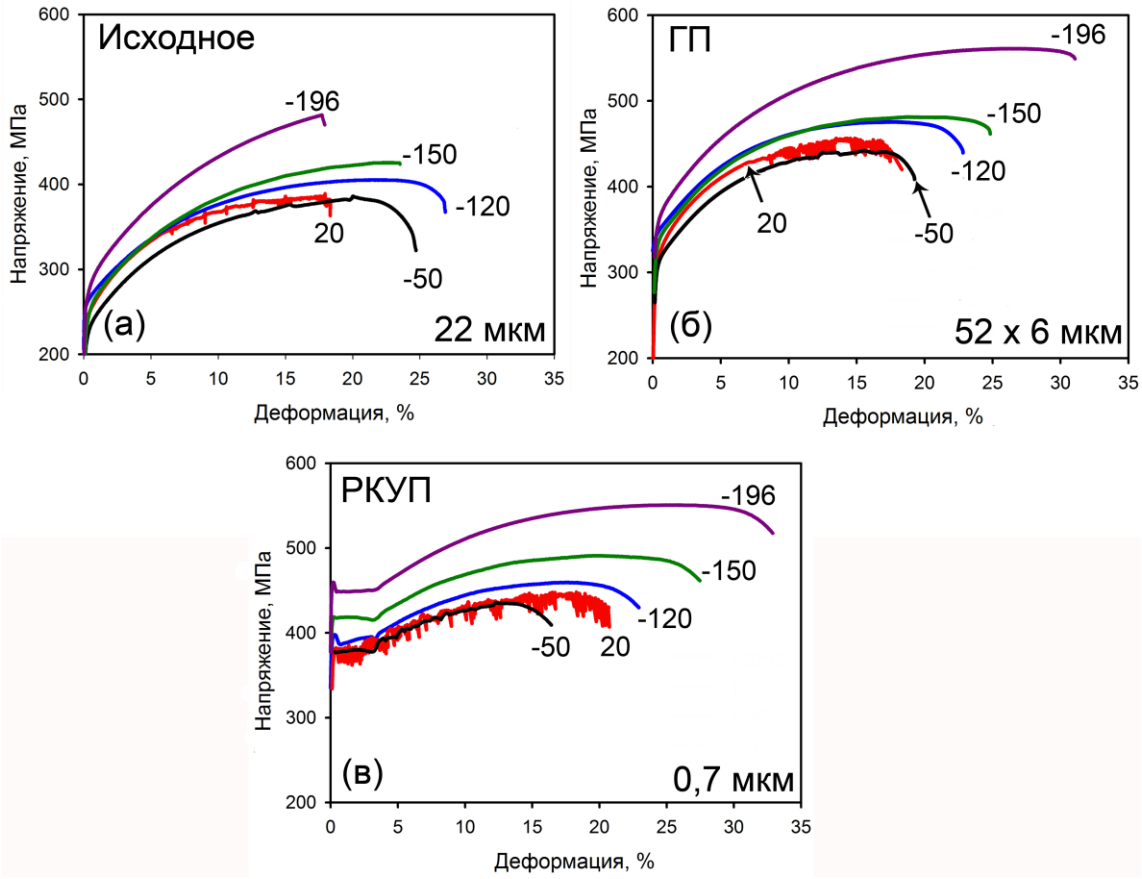


Рисунок 4.2 – Влияние температуры на диаграммы растяжения Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях. Числами на графиках обозначены температуры испытаний (°С); в правом нижнем углу приведен размер зерен для каждого состояния. Для ГП состояния размеры даны в продольном и поперечном направлениях, соответственно

При криогенных температурах деформационное упрочнение сплава после РКУП выше, чем исходного или после ГП (рисунок 4.2). Также при понижении температуры ниже -50°С происходит подавление эффекта ПЛШ, в то время как длина площадки текучести, наблюдаемой во всем интервале температур деформации, увеличивается (рисунок 4.2в). Снижение температуры от -120°С до -196°С приводит к повышению напряжения течения и пластичности мелкозернистого материала (таблица 4.2). При 20°С и -196°С измельчение зеренной структуры сплава в процессе РКУП привело к росту предела текучести на 62% и 72%, предела прочности на 22% и 17% и удлинения до разрушения на 20% и 100%, соответственно (таблица 4.2). При температуре -120…-50°С пластичность исходного и мелкозернистого сплавов примерно одинакова (рисунок 4.2а, в). По сравнению с горячей прокаткой, в сплаве после РКУП предел

текучести при комнатной температуре и -196°С выше на 24% и 34%, соответственно, при этом удлинение до разрушения практически не изменилось (таблица 4.2).

Таблица 4.2 – Статические свойства Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях в интервале температур -196…20°С

Состояние сплава	Механические свойства	Температура, °С				
		20	-50	-120	-150	-196
Исходное	$\sigma_{0,2}$, МПа	225±10	208±10	220±10	240±11	260±8
	$\sigma_{В}$, МПа	360±15	383±12	400±8	430±10	470±10
	δ,%	18±3	24±3	25±5	23±5	16±5
ГП	$\sigma_{0,2}$, МПа	295±9	288±10	300±5	315±10	335±10
	$\sigma_{В}$, МПа	450±10	440±10	475±10	485±8	555±10
	δ,%	20±5	19±5	22±3	25±5	34±6
РКУП	$\sigma_{0,2}$, МПа	365±15	375±5	395±8	415±10	450±11
	$\sigma_{В}$, МПа	440±5	435±10	460±10	490±12	550±7
	δ,%	22±5	19±4	25±5	29±4	34±3

Одновременное увеличение как прочности так и пластичности с понижением температуры является уникальным результатом, так как увеличение прочностных характеристик алюминия и его сплавов, как правило, ассоциируется со значительным снижением пластичности [9]. Тем не менее, подобный эффект наблюдается в исследуемом сплаве после горячей деформации (рисунок 4.2б, в) и объясняется относительно низкой плотностью дислокаций в сплаве после деформации, что увеличивает ресурс пластичности в исследуемом интервале температур [6]. Кроме того, из рисунка 4.2в видно, что измельчение зерен изменяет типы кривых растяжения. На диаграммах растяжения сплава с мелкозернистой структурой наблюдается деформация Людерса, при этом сами диаграммы относятся к так называемому третьему типу σ-δ кривых [18], где после упругой области наблюдается площадка текучести, предшествующая участку деформационного упрочнения (рисунок 4.2в). Плато

Пиоберта-Людерса при деформации РКУП-сплава является необходимым этапом, где происходит накопление плотности решеточных дислокаций, что обеспечивает дальнейшее упрочнение материала и увеличение его пластичности при понижении температуры [31].

Изменение параметров микроструктуры рабочих областей образцов после растяжения при 20°С и -196°С были изучены на примере сплава в исходном и ГП состояниях. Главным отличием двух состояний является плотность формирующихся в процессе растяжения деформационных полос — в сплаве после горячей прокатки их существенно больше (рисунок 4.3, 4.4).

Оценка тонкой структуры исходного сплава после растяжения при комнатной температуре показала, что в отдельных зернах происходит формирование плоских скоплений дислокаций, образующих полосы шириной от 0,2 до 1 мкм (рисунок 4.3а, б). Доля малоугловых границ при этом увеличилась до 31%, а средний угол разориентировки уменьшился до 25° по сравнению с материалом до деформации (рисунок 4.3в, таблица 4.3). Средняя плотность дислокаций увеличилась в 15 раз и составила 5×10^{13} $м^{-2}$. С понижением температуры испытаний до -196°С толщина формирующихся полос значительно снизилась (рисунок 4.3а’, б’), а плотность дислокаций повысилась до 2×10^{14} $м^{-2}$ (рисунок 4.3в’, таблица 4.3).

В горячекатаном сплаве исходные сильно вытянутые зерна в процессе деформации делятся на субзерна многочисленными деформационными полосами (рисунок 4.4а,а’). Длина этих полос равна ширине исходных зерен сплава (рисунок 4.4б,б’). При комнатной температуре средний угол разориентировки увеличился до 18°, доля малоугловых границ снизилась до 64%, а плотность дислокаций повысилась в 8 раз и составила 3×10^{14} $м^{-2}$ (таблица 4.3). Плотность деформационных полос при криогенной температуре выше, чем при 20°С, а их толщина меньше (рисунок 4.4а,а’). В результате, при -196°С доля малоугловых границ и их средний угол разориентировки составляют 71% и 15°, соответственно (таблица 4.3). Плотность дислокаций при отрицательной температуре в 2 раза комнатного значения и равна $5{,}6\times10^{14}$ $м^{-2}$.

Таблица 4.3 – Значения среднего угла разориентировки (θ), доли большеугловых границ (f_{HABs}) и плотности дислокаций (ρ) для Al-Mg-Sc-Zr сплава после растяжения

Состояние сплава	Температура, °С	Ɵ, °	f_{HABs}, %	ρ, $м^{-2}$
Исходное	20	25	69	5×10^{13}
	-196	29	70	2×10^{14}
ГП	20	18	36	3×10^{14}
	-196	15	29	5.6×10^{14}

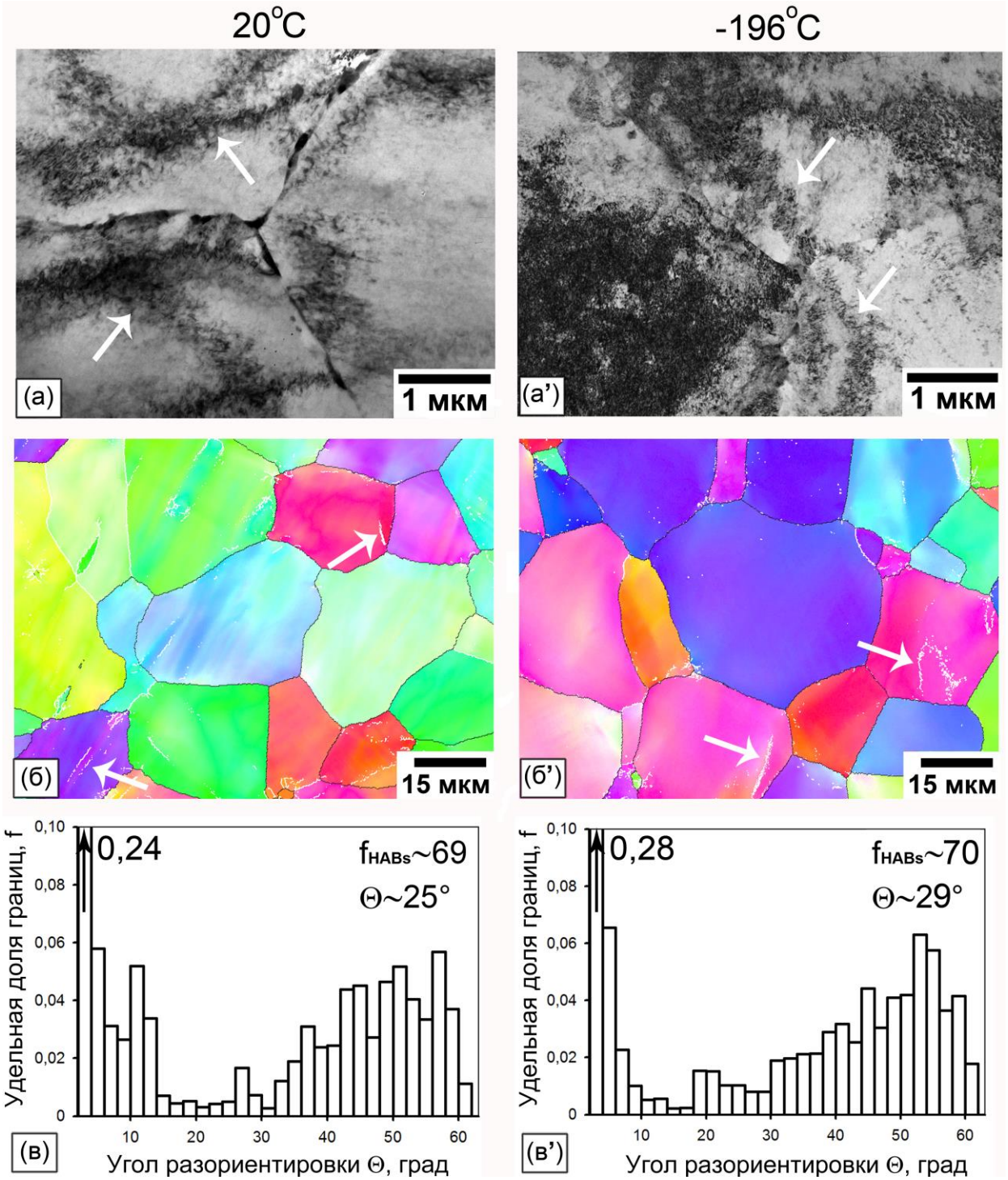


Рисунок 4.3 – Микроструктура рабочей части образцов Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии после растяжения при (а-в) 20°C и (а'-в') -196°C. На (б-б') EBSD картах малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно. Белыми стрелками обозначены деформационные полосы

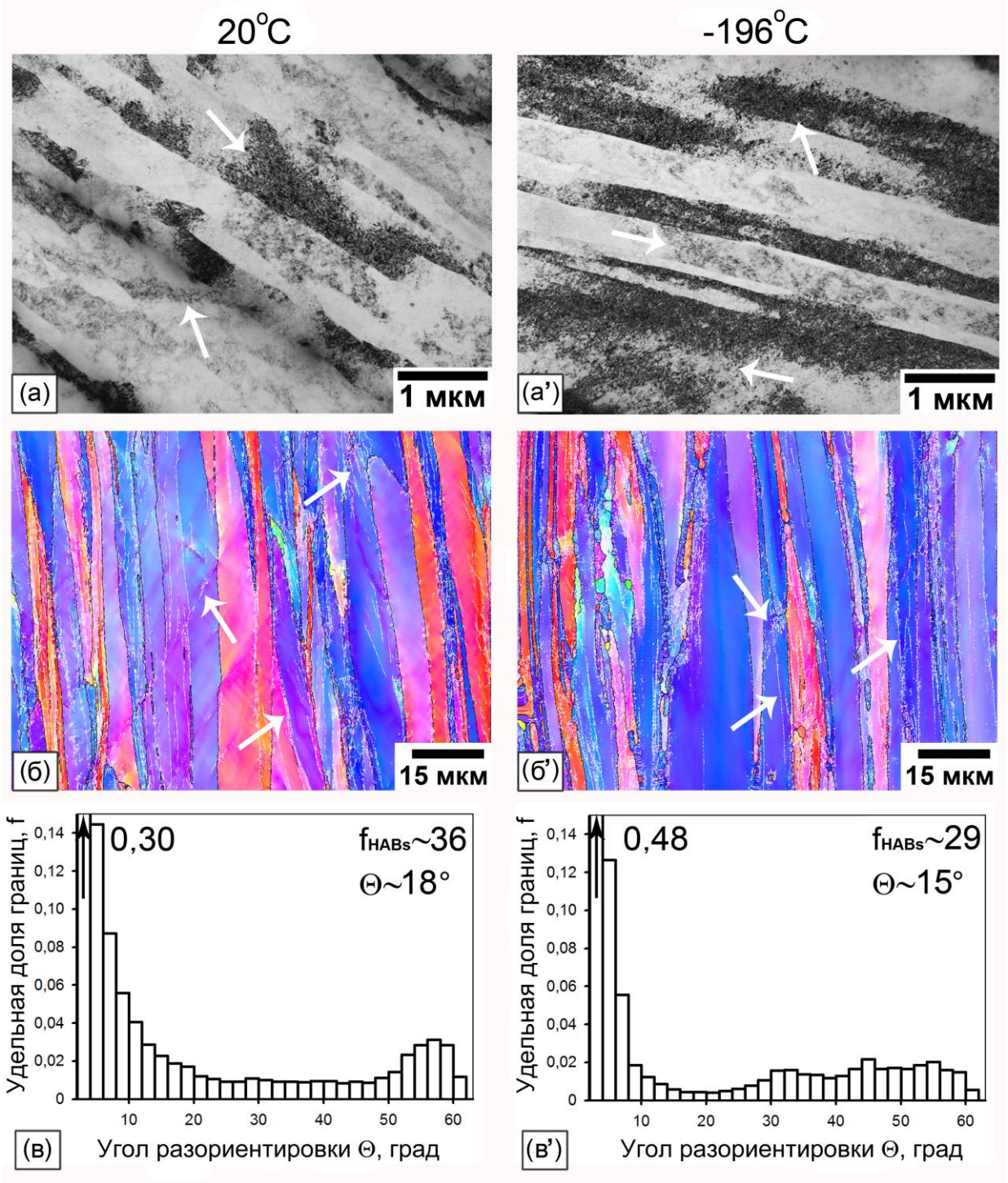


Рисунок 4.4 – Микроструктура рабочей части образцов горячекатаного Al-Mg-Sc-Zr сплава после растяжения при (а-в) 20°C и (а’-в’) -196°C. На (б-б’) EBSD картах малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно. Белыми стрелками обозначены деформационные полосы

Таким образом, горячая деформация способствует образованию менее грубых по сравнению с исходным сплавом полос деформации в теле зерен и интенсивному накоплению решёточных дислокаций в процессе растяжения. При деформации в области низких температур упрочнение в случае прокатанного сплава происходит быстрее, чем исходного, благодаря чему пластичность сплава после ГП увеличивается с понижением температуры.

В подтверждение вышесказанному для каждого состояния сплава была рассчитана скорость деформационного упрочнения, определяемая как отношение изменения напряжения от деформации (в истинных значениях), $d\sigma/d\varepsilon$, в зависимости от степени деформации при всех температурах испытаний, результаты оценки приведены на рисунке 4.5. Пунктирной линией на графиках обозначен критерий Консидера [31], согласно которому образование пластической неустойчивости, или шейки, начинается, когда коэффициент деформационного упрочнения становится меньше напряжения течения, $d\sigma/d\varepsilon \leq \sigma$. В случае мелкозернистого сплава после прохождения площадки текучести скорость деформационного упрочнения очень высокая - значение коэффициента упрочнения составляет 1500 МПа и 2000 Мпа при 20°С и -196°С, соответственно (рисунок 4.5в). Подобный эффект наблюдали в слаболегированных Al-Mg сплавах [30]. Для горячекатаного состояния значения начального упрочнения еще выше (рисунок 4.5б), однако это различие двух горячедеформированных состояний не оказывает влияние на высокую стабильность их пластического течения при значениях коэффициента упрочнения выше 1000 Мпа. При дальнейшем увеличении степени деформации скорость деформационного упрочнения линейно уменьшается до начала разрушения, обозначенного на графиках резким падением значения $d\sigma/d\varepsilon$ и перегибом на кривой *«$d\sigma/d\varepsilon$ –ε»*. Для сплава после РКУП разрушение происходит при $d\sigma/d\varepsilon$ равным 800 МПа при 20°Си 600 МПа при -196°С (рисунок 4.5б). Высокие значения коэффициента упрочнения при 20°С и -50°С связаны с эффектом ПЛШ (рисунок 4.5). Так, в работе [31] показано, что в результате подавления скачкообразной деформации путем снижения концентрации Mg значение $d\sigma/d\varepsilon$ при комнатной температуре составило всего 250 МПа.

Из рисунка 4.5 хорошо видно, что снижение температуры приводит к исчезновению эффекта ПЛШ и увеличению значения критерия Консидера. Следует отметить, что шейкообразование в случае литого сплава происходит выше пунктирной линии во всем интервале температур деформации (рисунок 4.5а). В то же время, при растяжении деформированных состояний сплава при температурах -120…-196°С резкое снижение деформационного упрочнения начинается после пересечения линии Консидера (рисунок 4.5б, в). Кроме этого, скорость упрочнения сплава увеличивается при понижении температуры, что приводит к отрицательной зависимости удлинения до разрушения от температуры. Значения степеней упрочнения для начала разрушения при -196°С исследуемого сплава в исходном и

горячекатаном состояниях, а также для слаболегированных Al-Mg сплавов практически одинаковые [6], а пластичность материала при данной температуре определяется достижением критической плотности дислокаций, составляющей примерно 10^{14} $м^{-2}$, при которой расстояние между дислокациями равно 10 мн [31]. В исходном состоянии сплава при -196°С резкое снижение скорости упрочнения начинается при напряжении 1100 МПа (рисунок 4.5а), расстояние между дислокациями при этом составляет ≥ 30 нм. Таким образом, снижение пластичности исходного сплава при криогенных температурах может быть связано с изменением механизма разрушения.

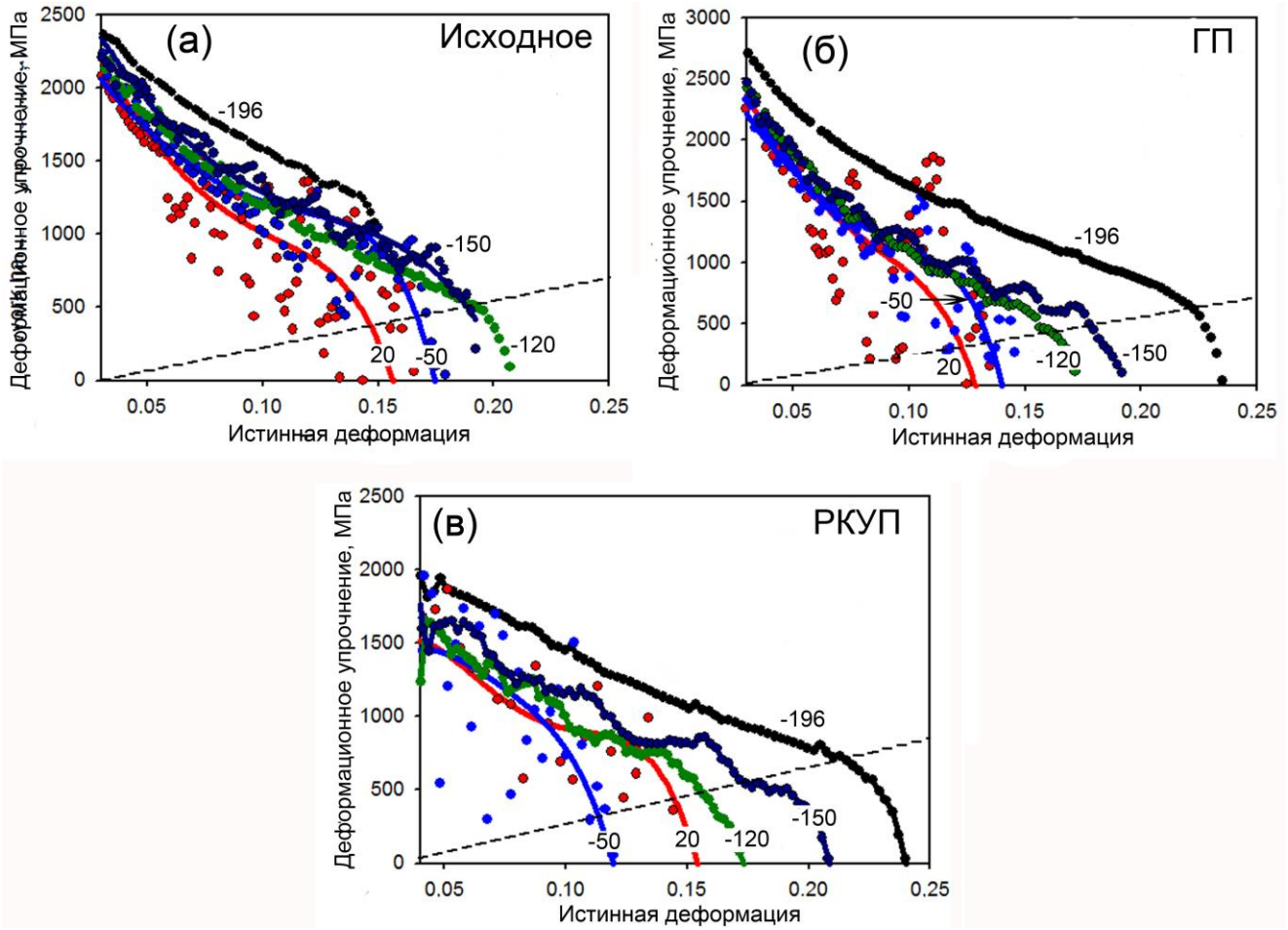


Рисунок 4.5 – Зависимость деформационного упрочнения от истинной степени деформации при различных температурах испытания сплава в состояниях: (а) исходном; (б) после ГП; (в) после РКУП. Пунктирной линией на графике обозначен критерий Консидера, числами обозначена температура в °С

4.2.2 Исследование ударной вязкости

Влияние температуры на значения ударной вязкости сплава в различных состояниях представлены на рисунке 4.6 и в таблице 4.4. При температуре -110…-80°С на кривой температурной зависимости вязкости сплава в исходном состоянии наблюдается резкое падение ударной вязкости от 24 Дж/см^2 до 12 Дж/см^2 и при температуре ниже -120°С она снижается до 6 Дж/см^2 (рисунок 4.6, таблица 4.4). Тем не менее, это значение KCU исходного сплава примерно равно ударной вязкости литых Al-7%Si сплавов при комнатной температуре [122]. В то же время проведение горячей прокатки обеспечивает подавление этого эффекта (рисунок 4.4) и способствует медленному снижению ударной вязкости сплава от 36,7 Дж/см^2 до 29,5 Дж/см^2 при 20°С и -196°С, соответственно (таблица 4.4). Таким образом, горячекатаный сплав не подвержен охрупчиванию при криогенных температурах выше -196 °С.

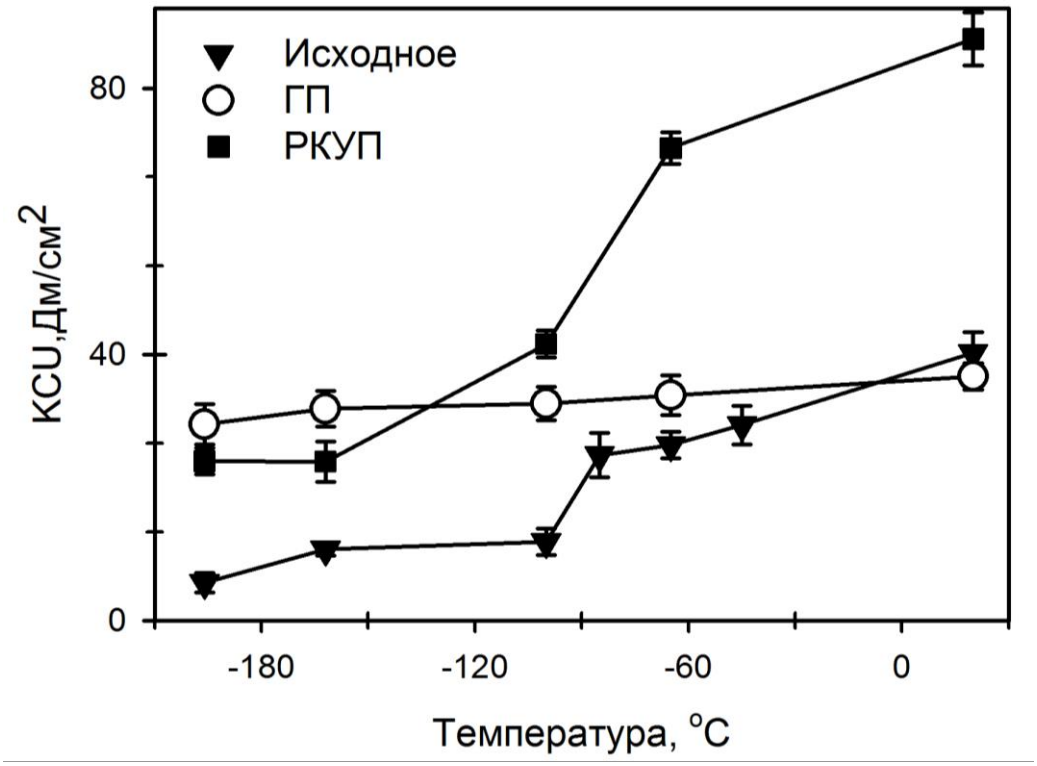


Рисунок 4.6 – Влияние температуры на значение ударной вязкости Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях

На кривой температурной зависимости значений ударной вязкости сплава после РКУП аналогично исходному материалу в интервале температур -120…-60°С наблюдается снижение вязкости (рисунок 4.6). Однако, при комнатной температуре РКУП обеспечивает повышение

ударной вязкости литого сплава на 217%, а при -196°С она в 4 раза выше, чем у крупнозернистого материала (таблица 4.4). Значение KCU, равное 24 Дж/см^2 при 196°С, является достаточно высоким, чтобы использовать сплав с мелкозернистой структурой в качестве конструкционного материала [123]. Таким образом, показано, что уменьшение размера зерен способствует значительному повышению ударной вязкости сплава во всем исследуемом интервале температур.

Таблица 4.4– Значения ударной вязкости различных состояний Al-Mg-Sc-Zr сплава

Состояние сплава	Значение KCU, Дж/см^2				
	20°С	-65°С	-100°С	-160°С	-196°С
Исходное	40,2±3,0	28,6±2,0	11,5±2,0	11,2±0,9	5,7±1,5
ГП	36,7±2,0	35,6±3,0	32,11±1,5	32,0±2,7	29,5±3,0
РКУП	87±5,0	74±2,4	37±2,0	29±3,0	24±2,0

4.3 Оценка многоцикловой усталости различных состояний сплава

На рисунке 4.7 показаны усталостные кривые для сплава в исходном состоянии и после деформации. Характерной чертой большинства алюминиевых сплавов является отсутствие предела усталостной выносливости [107], поэтому в данном случае за условное значение усталостной прочности при многоцикловой нагрузке принято напряжение при N=10^7 циклов. В общих чертах увеличение прочностных характеристик сплава приводит к повышению усталостной прочности [107,124,125]. Максимальную усталостную прочность 195 МПа сплав демонстрирует после РКУП, для исходного и горячекатаного сплавов значения этой величины составляют, соответственно, 155 МПа и 190 МПа (рисунок 5). Таким образом, прирост предела усталостной прочности на базе 10^7 циклов до разрушения в деформированных состояниях сплава составил более 20%. Полученные результаты хорошо согласуются с известными данными для материалов с ультрамелкозернистой структурой и объясняются трудностью накопления плотности дислокаций, необходимой для формирования микротрещины, с уменьшением размера зерен [124].

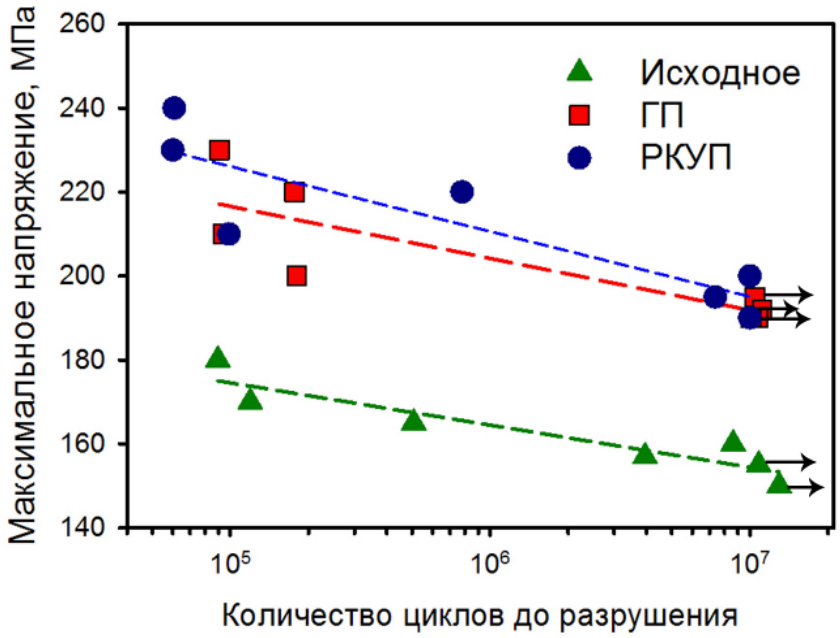


Рисунок 4.7 – Кривые усталости Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях. T=20°C. Стрелками обозначены образцы, не разрушившиеся после 10^7 циклов испытаний

4.4 Исследование эффекта Портевена-Ле Шателье

Эффект пластической неустойчивости деформации или эффект Портевена-Ле Шателье (ПЛШ), исследовали на сплаве в исходном крупнозернистом состоянии при растяжении в интервале скоростей деформации от 3×10^{-5} $с^{-1}$ до $4{,}3\times10^{-2}$ $с^{-1}$ при комнатной температуре (рисунок 4.8). Видно, что кривые, полученные при более высоких скоростях деформации, лежат ниже кривых, записанных при низких скоростях испытаний, что является показателем отрицательной скоростной чувствительности и одним из признаков динамического деформационного старения (ДДС) - взаимодействия примесных и легирующих атомов с подвижными дислокациями. Эффект ПЛШ наблюдается при скоростях деформации выше 10^{-4} $с^{-1}$ (кривые а-г, рисунок 4.8) после достижения определенной степени деформации. При достижении нижней границы области существования пластической неустойчивости и скорости деформации 3×10^{-5} $с^{-1}$ деформационная кривая сплава гладкая (рисунок 4.8, кривая д), верхняя граница не была достигнута даже при самой высокой скорости в $4{,}3\times10^{-2}$ $с^{-1}$.

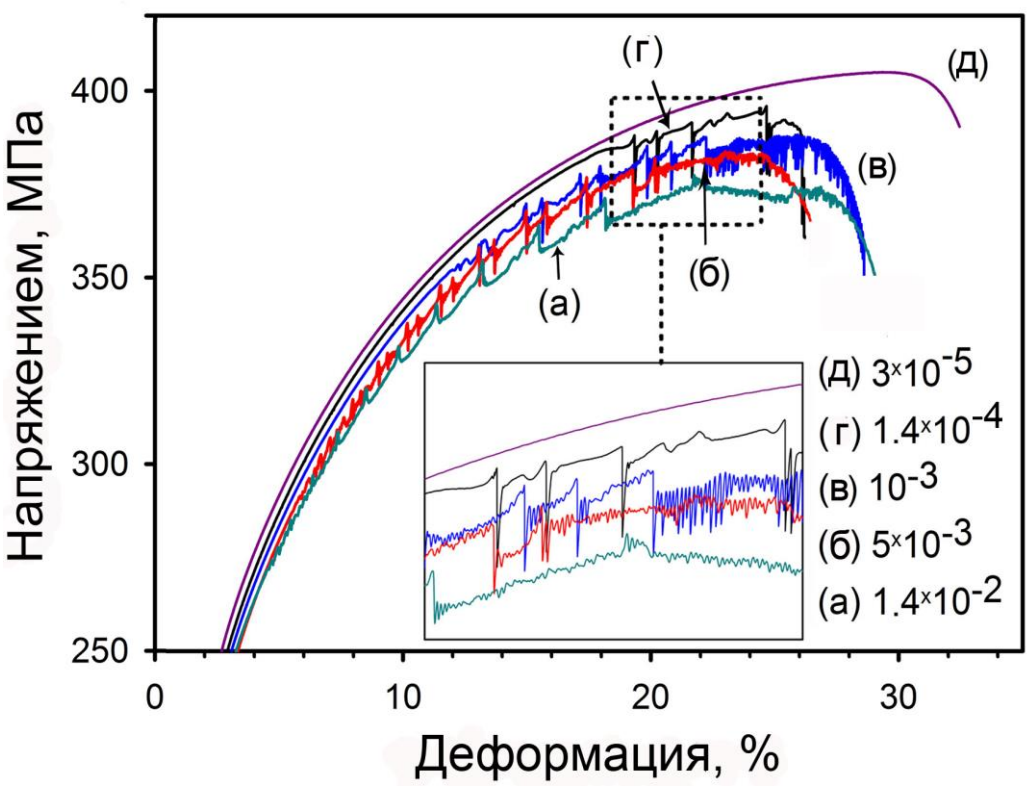


Рисунок 4.8 - Кривые растяжения Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии при различных скоростях деформации (в $с^{-1}$)

В общих чертах семейство кривых на рисунке 4.8 демонстрирует классические типы деформационных скачков, наблюдаемых при ПЛШ, однако в области низких и средних скоростей деформации можно выделить некоторые особенности. В частности, скачки напряжения на графиках при скоростях $1{,}4\times10^{-2}$ $с^{-1}$ (рисунок 4.8а) и $4{,}3\times10^{-2}$ $с^{-1}$ соответствуют типу А эффекта ПЛШ, но при увеличении степени деформации между основными крупными скачками появляются осцилляции с небольшой амплитудой, соответствующие типу В [116]. Это наблюдение подтверждают и соответствующие карты локальных скоростей деформации вдоль оси образца на рисунке 4.9а. Действительно, в начале растяжения видно устойчивое непрерывное распространение полос локализации деформации, которое ближе к разрушению образца сменяется на скачкообразное, в результате чего одна сплошная полоса заменяется несколькими более мелкими, последовательно появляющимися друг за другом(рисунок 4.9а).

При уменьшении скорости деформации скачки типа В на кривых растяжения и деформационных картах сплава становятся отчетливее (рисунок 4.8б, в; рисунок 4.9б, в). По сравнению с вышеописанными скоростями растяжения, в данном скоростном диапазоне осцилляции меньшей амплитуды появляются уже в начале деформации и усиливаются по мере растяжения; следом за скачками выше среднего уровня кривой следуют относительно глубокие

падения напряжения. Такое поведение осцилляций соответствует смене типов неустойчивости от А к В при понижении скорости деформации, однако, в противоположность классическим представлениям, появление чистого типа В на деформационных кривых исследуемого сплава не наблюдалось. Исключением может быть только небольшой участок деформационной кривой, полученной при скорости 10^{-3} $с^{-1}$, где перед разрушением образца наблюдаются регулярные В скачки с высокими амплитудами напряжения (рисунок 4.8в) и соответствующее им прыжковое распространение полос локализации деформации (рисунок 4.9в). Таким образом, в интервале средних скоростей деформации наблюдается преимущественно тип А ПЛШ, характеризующий непрерывное распространение деформационных полос.

При скорости $1{,}4\times10^{-4}$ $с^{-1}$, соответствующей нижней границе области существования деформационной неустойчивости, на кривой сплава появляются скачки типа С (рисунок 4.8г). Необычным явлением стало то, что вместо статических полос локализации деформации при классическом типе С, в данных скоростных условиях наблюдается устойчивое распространение этих полос со скоростью около 0,2 мм/сек (рисунок 4.9г). Также стоит отметить небольшой рост нагрузки перед резким падением ниже среднего уровня напряжения на деформационной кривой (рисунок 4.8г), что тоже нетипично для традиционного типа С ПЛШ.

Дополнительным подтверждение непрерывного характера распространения деформационных полос служат кривые изменения локальной деформации, измеренные одним экстензометром на поверхности образца, при растяжении с высокой и средней скоростями деформации (рисунок 4.10а и 4.10, соответственно). На рисунок 4.10а показано типичное изменение локального напряжения при зарождении деформационных полос у одного конца образца и их распространения к другому так, что значение напряжения быстро увеличивается за короткий отрезок времени при пересечении ими экстензометра [126]. Аналогичное поведение наблюдалось и для более низких скоростей деформации.

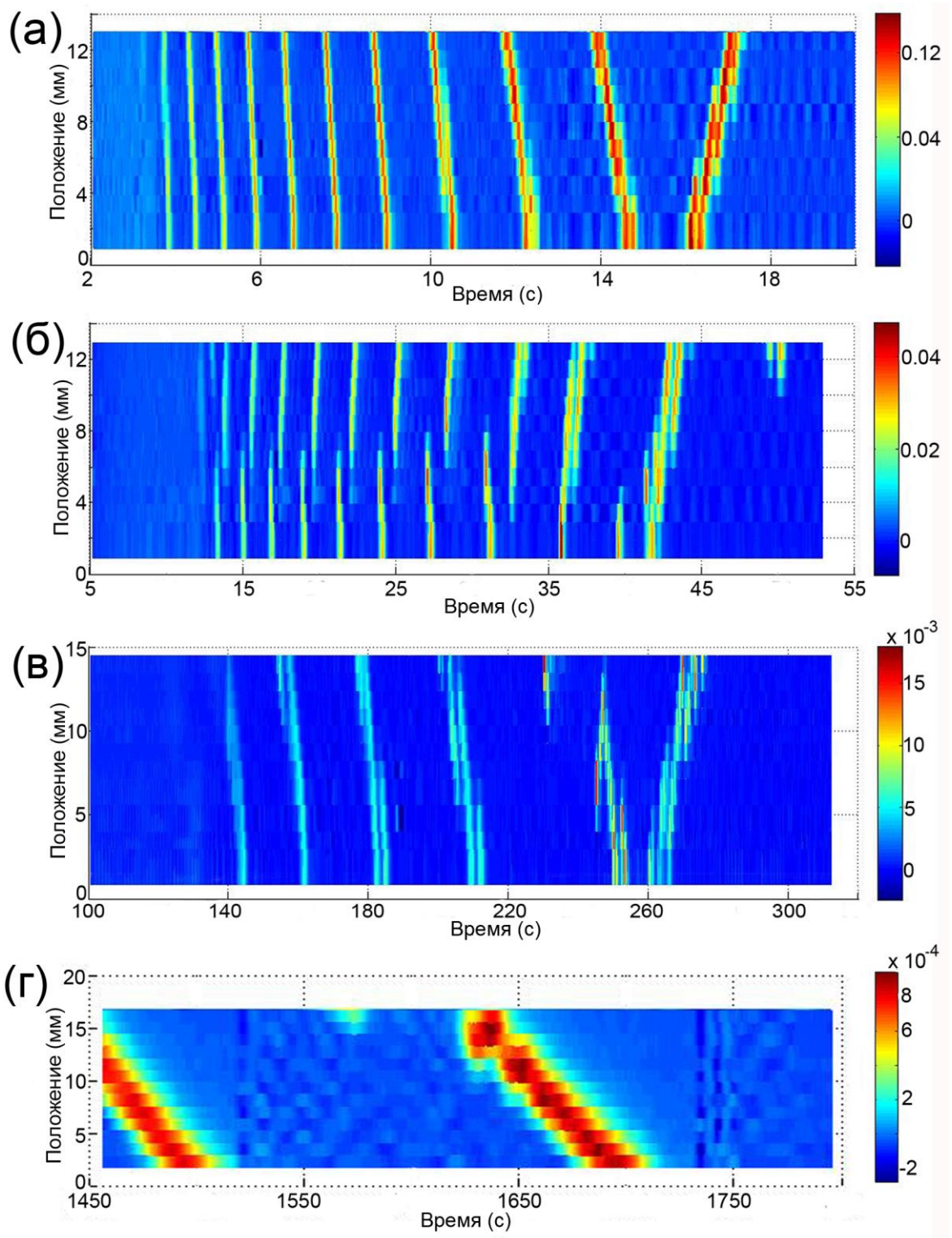


Рисунок 4.9 – Карты полос локализации полос деформации вдоль оси растяжения образцов Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии при скоростях нагружения:
(а) $1{,}4\times10^{-2}$ c^{-1}; (б) 5×10^{-3} c^{-1} ; (в) 10^{-3} c^{-1}; (г) $1{,}4\times10^{-4}$ c^{-1}. T=20°C

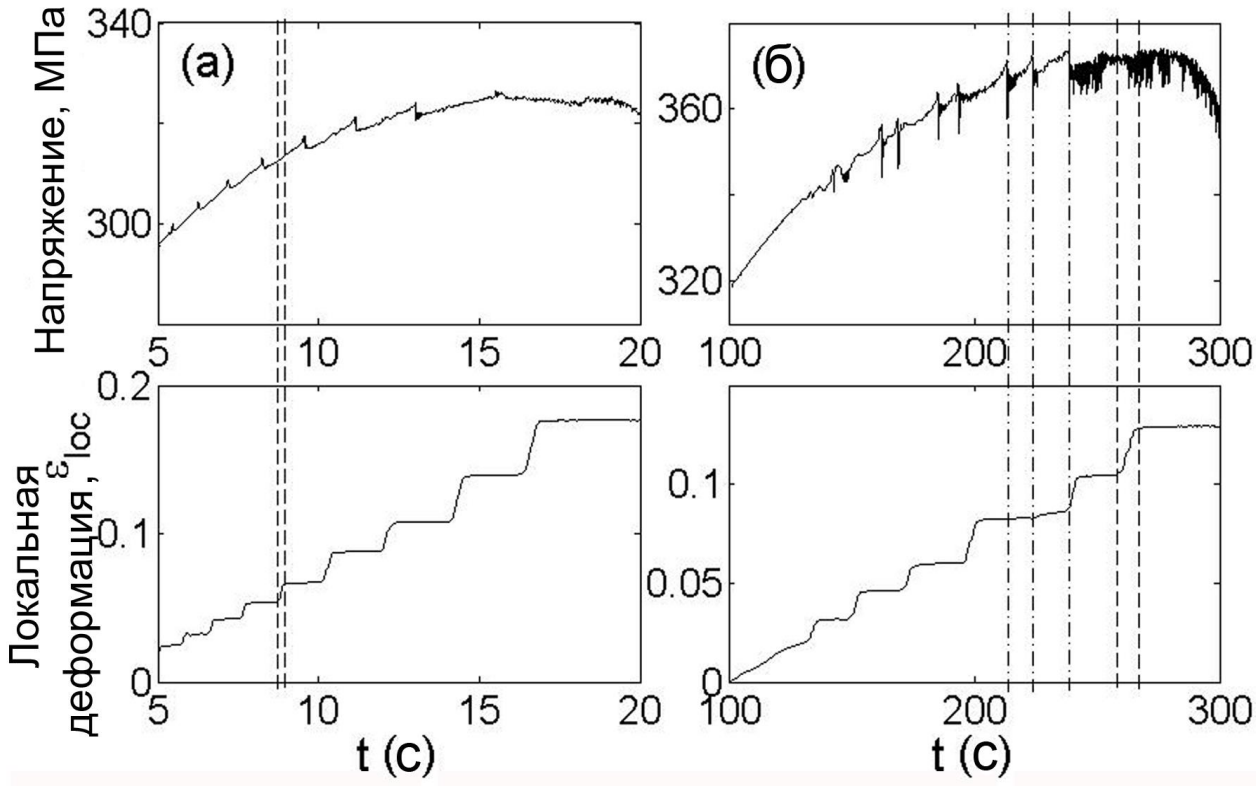


Рисунок 4.10 – Сопоставление деформационной кривой и локальной деформации, измеренной одним экстензоментром на образце при скорости (а) $1{,}4\times10^{-2}$ c^{-1}, (б) 10^{-3} c^{-1}. Локальная деформация рассчитывалась по изменению длины экстензометра при растяжении. Штрихпунктирными линиями показаны крупные скачки напряжения на деформационной кривой. Пунктирными линиями обозначены примеры изменения значения локальной деформации при пересечении экстензометра деформационными полосами.

На рисунок 4.10б приведены особенности смешанного типа распространения полос при средней скорости деформации. Штрихпунктирными линиями обозначены моменты резкого паления напряжения на деформационной кривой и соответствующие им реакции экстензометра при зарождении полос локализации деформации за/в пределах видимости камеры. В последнем случае наблюдается быстрый рост деформации (рисунок 4.10б, правая штрихпунктирная прямая). Пунктирными линиями показано увеличение локальной деформации при проявлении на кривой скачков типа В, наблюдаемых на при больших степенях растяжения. Этот рост деформации состоит из нескольких более мелких последовательных ступеней, и обеспечивается распространением трех деформационных полос, показанных на рисунок 4.9в. Можно предположить, что зарождение полос деформации, соответствующее последовательному

появлению скачков напряжения на кривой растяжения, коррелирует так сильно, что внешне скачкообразное и непрерывное распространение становится неразличимым.

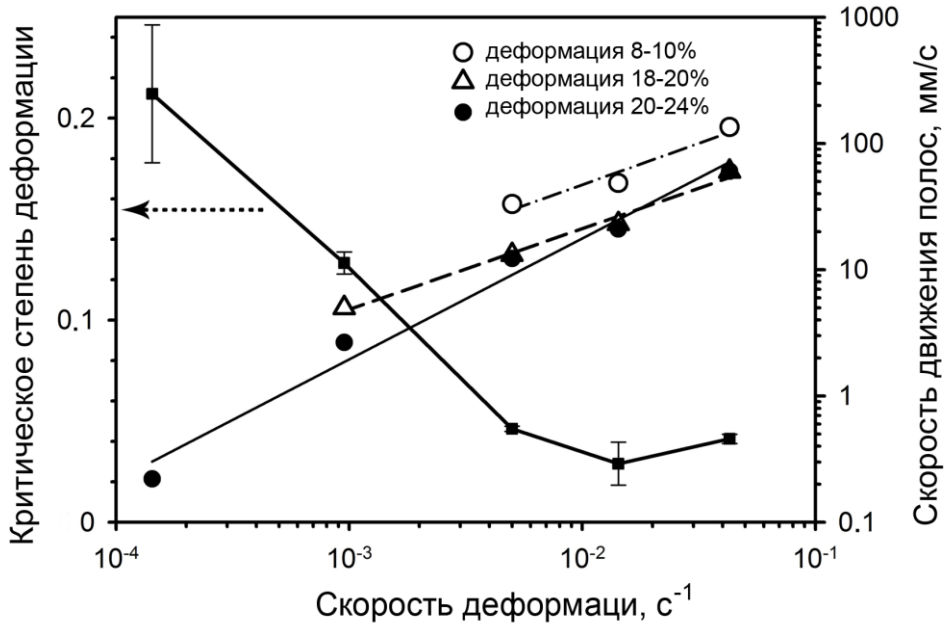


Рисунок 4.11 – Зависимость скорости распространения деформационных полос (круги и треугольники) и критической степени деформации (квадраты) от скорости испытания

Для исследования кинетики деформационных полос был рассчитаны скорости их движения в зависимости от степени и скорости деформации ($\dot{\varepsilon}_a$) (рисунок 4.11). Также на рисунок 4.11 приведена оценка влияния скорости испытания на критическую степень деформации, необходимую для появления эффекта ПЛШ. Видно, что для каждого интервала деформации скорость движения полос демонстрирует одинаковую зависимость от ἐa, что свидетельствует о едином механизме распространения полос во всем диапазоне скоростей деформации. Полученные зависимости хорошо согласуются с литературными данными, приведенными для типа А с непрерывным распространением, либо для смешанного А+В типа со скачкообразным режимом. В частности, снижение скорости распространения полос (V_b) с увеличением степени деформационного упрочнения связано с ростом количества препятствий при движении дислокаций и описывается степенным законом $V_b \sim \dot{\varepsilon}_a^{\alpha}$ [26,27], где α увеличивается с повышением деформации. По данным рисунка 4.11 максимальное значение коэффициента α, или наклон прямой «V_b- $\dot{\varepsilon}_a$», соответствует интервалу степени деформации 20-24% и равен 0, 096±0,08, что хорошо согласуется с его значением, полученным для Al-3%Mg сплава [127].

Оценка скорости деформации внутри полосы (рисунок 4.9, шкалы справа) показала, что для типа А ПЛШ это значение соответствует известным литературным данным, в то время как при типе В скорость деформации внутри полосы в два раза меньше ожидаемой [126]. Таким образом, показано, что распространение деформационных полос исследуемого сплава во всем исследуемом интервале скоростей деформации не имеет особенностей и отличий от классической теории только в случае проявления неустойчивости типа А.

Обнаруженное устойчивое распространение полос локализации деформации во всем интервале скоростей нагружения, включая низкую, где скачки деформации соответствуют типу С (рисунок 4.8 и 4.11) совершенно необычно для Al-Mg сплавов. Более того, подобное явление не наблюдалось и не предсказывалось ранее ни одной существующей моделью динамики эффекта ПЛШ, которые, как правило, имеют четкое разделение на три типа скачков напряжения и соответствующую им кинетику полос деформации [128-130]. Еще одной интересной особенностью деформационных полос исследуемого сплава является их поразительное сходство с распространением полос в TWIP сталях, пластическая деформация которых осуществляется скольжением дислокаций и образованием двойников [98]. Хотя скачкообразную деформацию TWIP сталей обычно связывают с эффектом ПЛШ, механизмы наблюдаемого в них устойчивого распространения полос локализации деформации до сих пор не объяснены. Однако известно, что в Al-Mg сплавах двойникование не наблюдается. Следовательно, сохранение движения деформационных полос не может быть связано с одинаковыми особенностями микроструктуры двух материалов, такими как образование двойников. Общим свойством этих сплавов является то, что как границы двойников, так и частицы вторых фаз являются эффективными барьерами для движения дислокаций. Последние, в свою очередь образуют скопления у препятствий, что локально увеличивает внутренние напряжения и способствует развитию пластического течения в соседних областях. Следовательно, в соответствии с работой [98], можно предположить, что устойчивое распространение деформации в исследуемом сплаве происходит из-за перенапряжений, образуемых содержащимися в материале Al_3(Sc,Zr) частицами. Наличие этих равномерно распределённых в материале дисперсоидов, вероятно, и отличает рассматриваемый случай от уже известных работ, большинство из которых проводилось на двойных или технически чистых Al-Mg или Al-Cu сплавах, и где показан классический переход от распространения деформационных полос при высоких скоростях деформации к образованию их статичных групп в области низкоскоростной деформации [48,131,132,127]. Согласно этим исследованиям, химический состав и микроструктура сплавов, наличие в них таких примесей как Mn и Cr, не влияют на поведение полос ПЛШ и не изменяют их классическую динамику. Таким образом, вышеуказанное предположение о роли частиц вторых фаз требует внимательно рассмотрения.

По сравнению с двойными Al-Mg сплавами, где явление скачкообразной деформации происходит в интервале скоростей $10^{-6}…10^{-2}$ $с^{-1}$, область существования эффекта ПЛШ исследуемого сплава сдвинута к более высоким скоростям деформации (рисунок 4.8). Это сдвиг можно объяснить механизмами ДДС, основывающейся на соотношении времени диффузии атомов растворенного вещества, t_d, и времени ожидания термической активации дислокацией у препятствия, t_w [121]. При этом основными препятствиями для движущихся дислокаций в двойных сплавах являются дислокации леса. Дополнительно, во время t_w, атомы растворенного вещества диффундируют к дислокации и препятствуют ее движению. В данной ситуации стабильная деформация будет наблюдаться в двух случаях. В первом, при высокой скорости деформации, когда $t_w \ll t_d$, движущиеся дислокации не чувствительны к атомам растворенного вещества. Во втором, при низкой скорости деформации, $t_w \gg t_d$, примесные атмосферы могут двигаться вместе с дислокациями. В отличие от этих вариантов, при средних скоростях деформации t_w и t_d соизмеримы, и движение дислокаций рассматривается как непрерывно повторяющиеся события «движение-остановка». Когда напряжение, необходимое для преодоления локализованных препятствий выше напряжений, требуемых для движения дислокаций без примесных атмосфер, пластическое поведение материала становится неустойчивым. Эта теория помогает понять сдвиг области существования ПЛШ к более высоким скоростям деформации в сплаве, содержащем частицы вторых фаз: увеличения количества препятствий привело к повышению среднего времени ожидания, t_w.

Кроме этого, на рисунке 4.11 видно, что критическая степень деформации, ε_{cr}, необходимая для начала неустойчивого течения, уменьшается с увеличение скорости или имеет так называемую обратную зависимость от скорости деформации. До сих пор нет единого мнения о природе такого поведения ε_{cr} [62]. Ранние модели, основанные на механизме ДДС и учитывающие изменение плотностей подвижных дислокаций и дислокаций леса во время деформации, предполагали нормальную скоростную зависимость ε_{cr}, т.е. ее увеличение с ростом скорости деформации [4]. Однако в области низкоскоростного растяжения часто наблюдается обратная скоростная чувствительность [62,64,133,134]. Позднее были разработаны новые модели ДДС, учитывающие вклад старения в деформационное упрочнение, которые могут быть применены для интерпретации скоростной зависимости ε_{cr} [76,135]. Тем не менее, еще в ранних работах отмечалось возможное влияние дисперсоидов на изменение скоростной чувствительности ε_{cr} [133], что было подтверждено в работе [64], где путем увеличения концентрации Mg и получением частиц вторых фаз было реализовано изменение прямой скоростной чувствительности критической степени деформации на обратную. Теоретически это было показано в работе [76]. Наличие двух одновременно идущих процессов растворения и зарождения новых дисперсных частиц во время деформации приводят к выводу, что

присутствие в материале когерентных $Al_3(Sc,Zr)$ частиц размером до 10 нм [136] может привести к немонотонной зависимости ε_{cr} от скорости растяжения. Таким образом, обратная скоростная чувствительность ε_{cr} в исследуемом материале хорошо согласуется с существующими гипотезами.

4.5 Исследование механизмов разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава

4.5.1 Оценка изломов образцов сплава после растяжения при различных температурах

Типичные микрокартины поверхностей разрушения сплава в исходном и горячекатаном состояниях после испытаний на растяжение при различных температурах представлены на рисунке 4.12. При комнатной температуре разрушение исходного крупнозернистого материала происходит по вязкому механизму: поверхность излома состоит из крупных ямок одинакового размера, внутри которых находятся частицы вторых фаз (рисунок 4.12а). По всей видимости, разрушение инициировано образованием и ростом множества микропор на границах «частица - алюминиевая матрица». Окончательный разрыв происходит по транскристаллитному механизму [137].

С понижением температуры механизм разрушения исходного сплава меняется от вязкого транскристаллитного к хрупкому межкристаллитному. При -120°С, распространение трещин происходит вдоль исходных границ, в результате чего на изломе сплава хорошо различимы отдельные зерна. Однако, при этой температуре на поверхности некоторых зерен еще видны некоторые признаки вязкого разрушения (рисунок 4.12б). При -196°С межкристаллитный хрупкий механизм разрушения становится доминирующим (рисунок 4.12в).

Фрактографические исследования образцов горячекатаного сплава показали, что при комнатной температуре основным механизмом разрушения является вязкий транскристаллитный. На поверхности излома видны мелкие округлой формы и крупные вытянутые ямки отрыва (рисунок 4.12а’). Последние образуются путем слияния нескольких микропор вдоль границ сплава, однако доля этих ямок невелика. Аналогично исходному сплаву, на дне ямок присутствуют частицы вторых фаз. С понижением температуры основной механизм разрушения не изменяется, однако, облегчается образование трещин вдоль границ зерен (рисунок 4.12б’, в’). Доля этих трещин возрастает при -196°С, но не приводит к преждевременному разрушению материала.

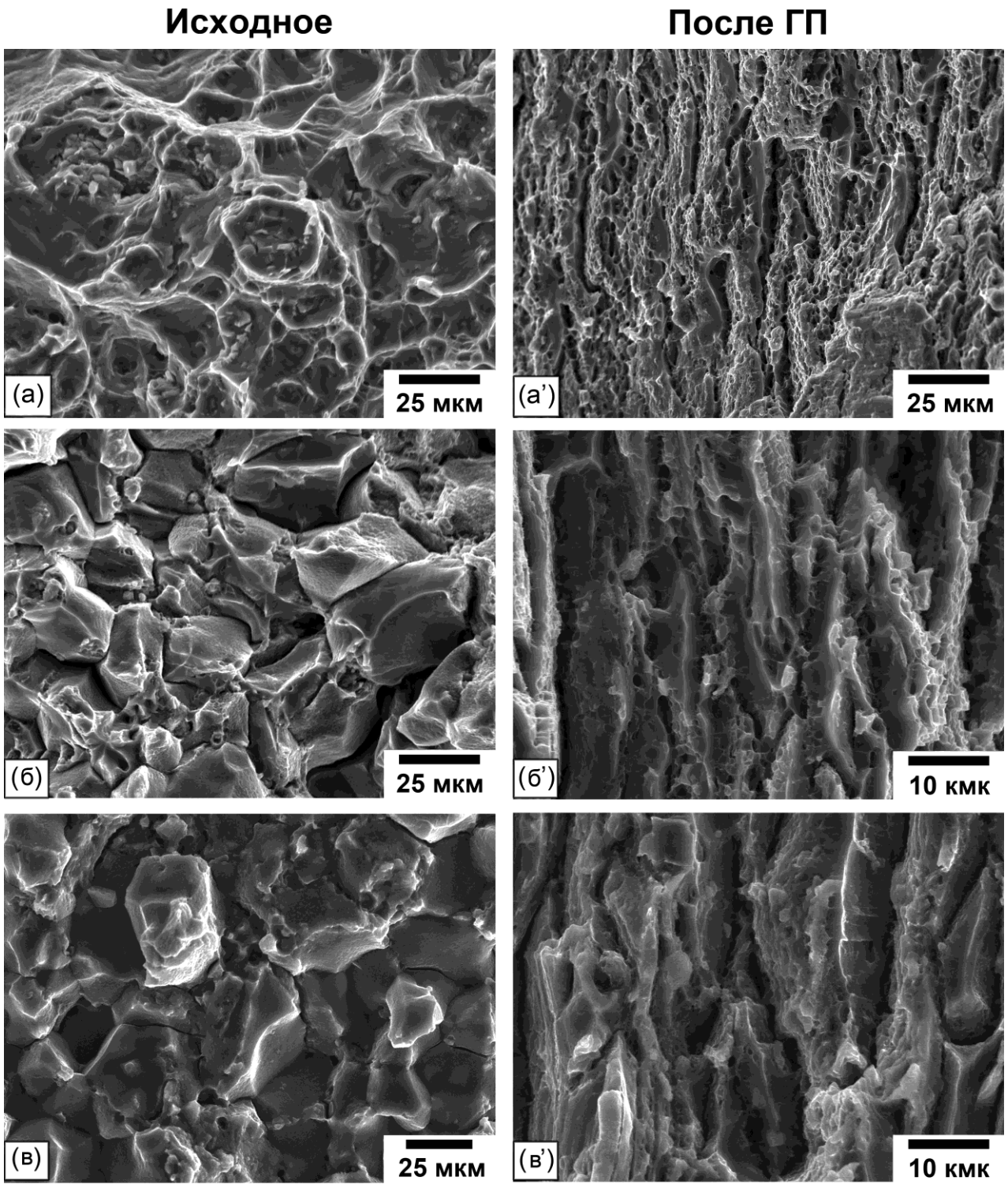


Рисунок 4.12 — Поверхности разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава в (а-в) исходном и (а'- в') горячекатаном состояниях после растяжения при:
(а, а') 20°С, (б, б') -120°С, (в, в') -196°С

В случае мелкозернистого сплава, полученного методом РКУП, поверхности изломов при всех температурах испытаний образованы ямками отрыва, свидетельствующими о вязком

транскристаллитном механизме разрушения (рисунок 4.13). При комнатной температуре на поверхности излома видны несколько крупных ямок конической формы и разных размеров, следовательно, разрушение происходит путем слияния и роста нескольких изолированных микропор (рисунок 4.13а).Снижение температуры до -196°С привело к появлению признаков межкристаллитного разрушения в виде трещин вдоль непроработанных областей (рисунок 4.13б) [137]. Очевидно, что участки хрупкого излома и являются инициаторами общего разрушения. Кроме того, при разрушении в области низких температур средний размер ямок отрыва значительно уменьшился, а однородность их распределения повысилась (рисунок 4.13б). Это означает, что образование микропор при криогенной температуре происходит сразу во многих местах активации, но значительно вырасти успевают только поры, находящиеся на границах зерен и они имеют вытянутую форму (рисунок 4.13б).

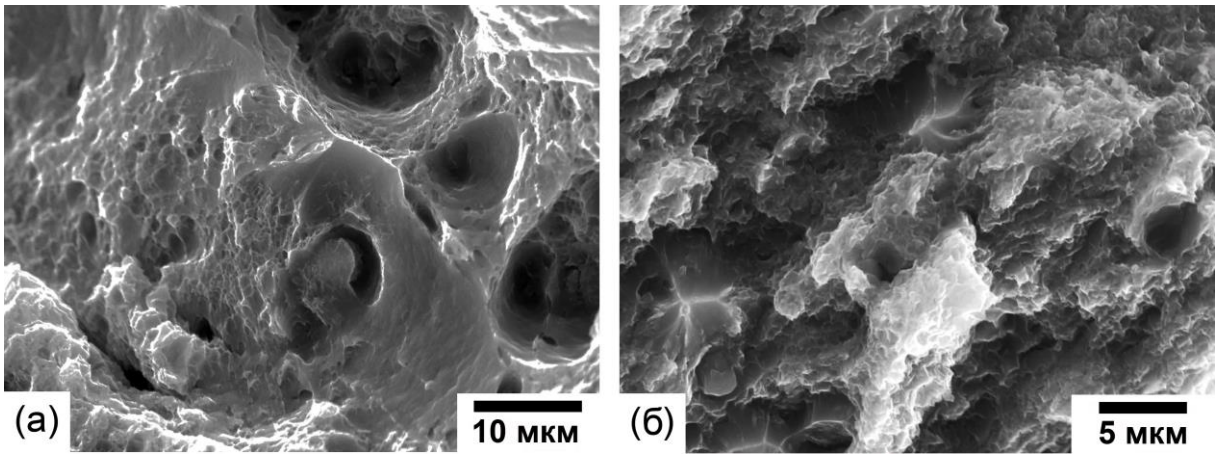


Рисунок 4.13 — Поверхности разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава после РКУП и испытаний на растяжение при: (а) 20°С, (б) -196°С

4.5.2 Оценка изломов образцов сплава после испытаний на ударную вязкость при различных температурах

На рисунке 4.14 представлены типичные зависимости нагрузка-перемещение и поглощенная энергия-перемещение, полученные при испытаниях на ударную вязкость различных состояний сплава при 20°С и -196°С. Фрактограммы полученных изломов представлены на рисунках 4.15-4.18. В изломе образцов можно выделить три характерных участка, описывающих распространение трещин: I – зона зарождения, II – зона устойчивого роста и III – зона долома.

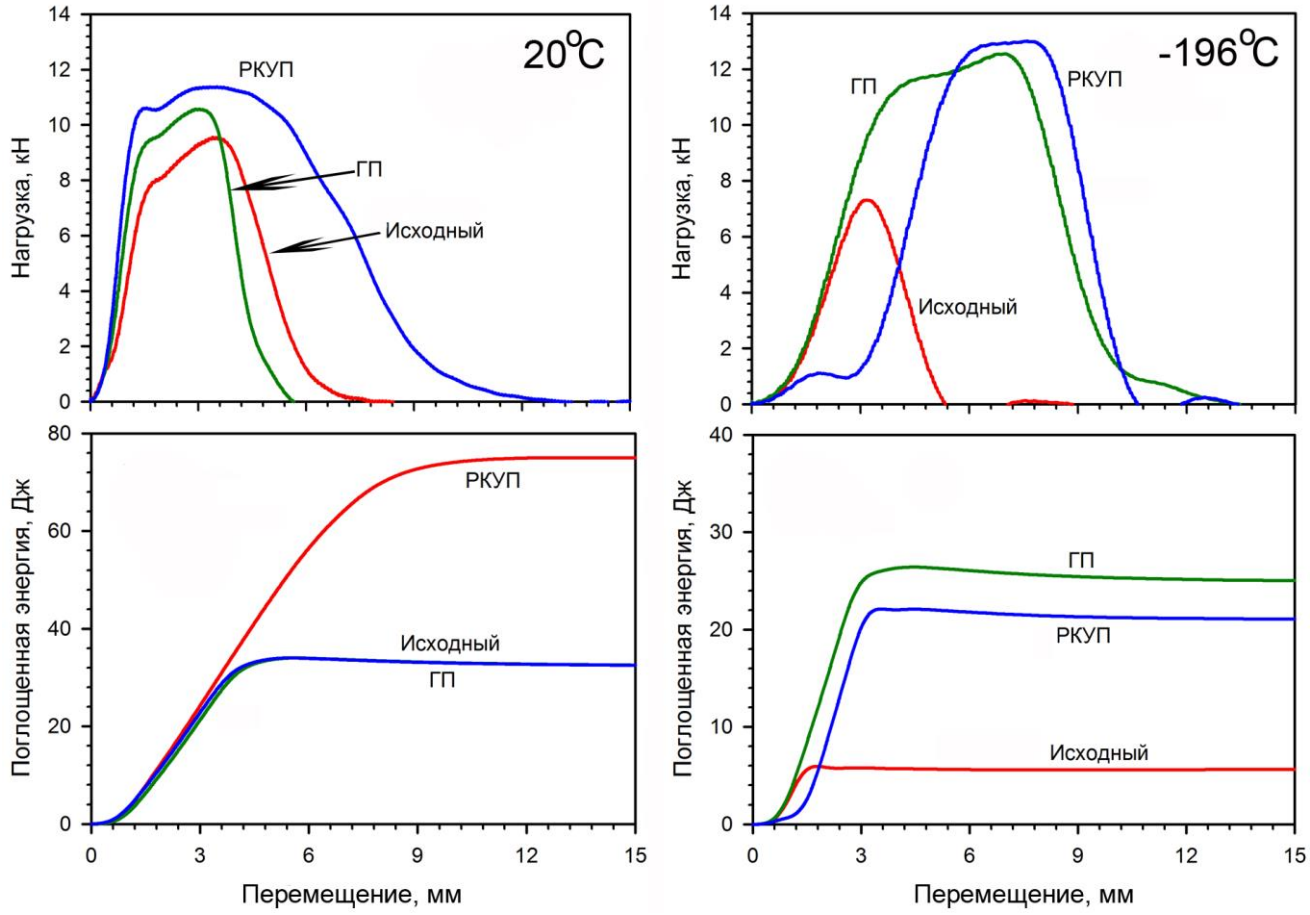


Рисунок 4.14 – Зависимости нагрузки и поглощенной энергии от перемещения при испытаниях на ударную вязкость различных состояний Al-Mg-Sc-Zr сплава при 20°C и -196°C

Как видно из кривых нагрузка-перемещение (рисунок 4.14) и рисунка 4.15, при комнатной температуре разрушение всех состояний сплава происходит по вязкому механизму, при этом на поверхности изломов доминирует стадия устойчивого распространения трещины. Горячая прокатка и РКУП незначительно повышают максимальное усилие, при котором начинается стабильное распространение трещины (рисунок 4.14). Причем при 20°C признаки нестабильного распространения трещины выявляются только в горячекатаном состоянии. Формы и размер ямок определяются структурным состоянием материала, например, в случае горячекатаного сплава эти ямки имеют вытянутую форму (рисунок 4.15). Излом материала в литом и мелкозернистом состоянии вязкий; разницы между областью образования трещины критического размера и областью стабильного распространения трещины не существенны. Следовательно, при комнатной температуре только стабильное распространение трещины имеет место в этих состояниях материала. На изломе материала после ГП стоит отметить наличие крупных трещин в поперечном поверхности разрушения направлении, развитие

которых, по всей видимости, происходило вдоль исходных границ зерен (рисунок 4.15). Тем не менее, при комнатной температуре значение ударной вязкости сплава после ГП достаточно высоко и практически не отличается от KCU литого сплава (таблица 4.4).

При температуре -196°C максимальное усилие, при котором начинается нестабильное распространение трещины для горячекатаного и мелкозернистого состояния сплава почти в 2 раза выше, чем для литого. Кривые на рисунке 4.14 показывают, что нестабильное распространение трещины в литом материале начинается сразу после достижения максимальной нагрузки, а в горячекатаном и мелкозернистом состояниях выявляется стадия стабильного распространения трещины. Кроме того, горячекатаное состояние проявляет ярко-выраженную стадию торможения распространения трещины в отличие от других состояний материала.

Фрактографический анализ горячекатаного сплава при -196°C показала, что вязкий механизм разрушения для данного состояния сохраняется и в области криогенных температур (рисунки 4.15, 4.16). Однако снижение температуры испытания приводит к появлению признаков межзеренного разрушения, которое появляется уже на стадии образования трещины критического размера и ослабляется на стадии торможения распространения трещины (рисунок 4.16, стадия I). Тем не менее, вязкий механизм внутризеренного разрушения (рисунок 4.16, стадии II и III) вносит основной вклад в общую работу разрушения даже в области низких температур. Это согласуется с данными кривых поглощенная энергия-перемещение, которые показывают, что значение энергии для ГП состояния не зависит от температуры. Понижение температуры лишь облегчает нестабильное распространение трещины, практически не влияя на стадии образования и стадию устойчивого роста, а также на торможение трещины перед разделением образцов (рисунок 4.16).

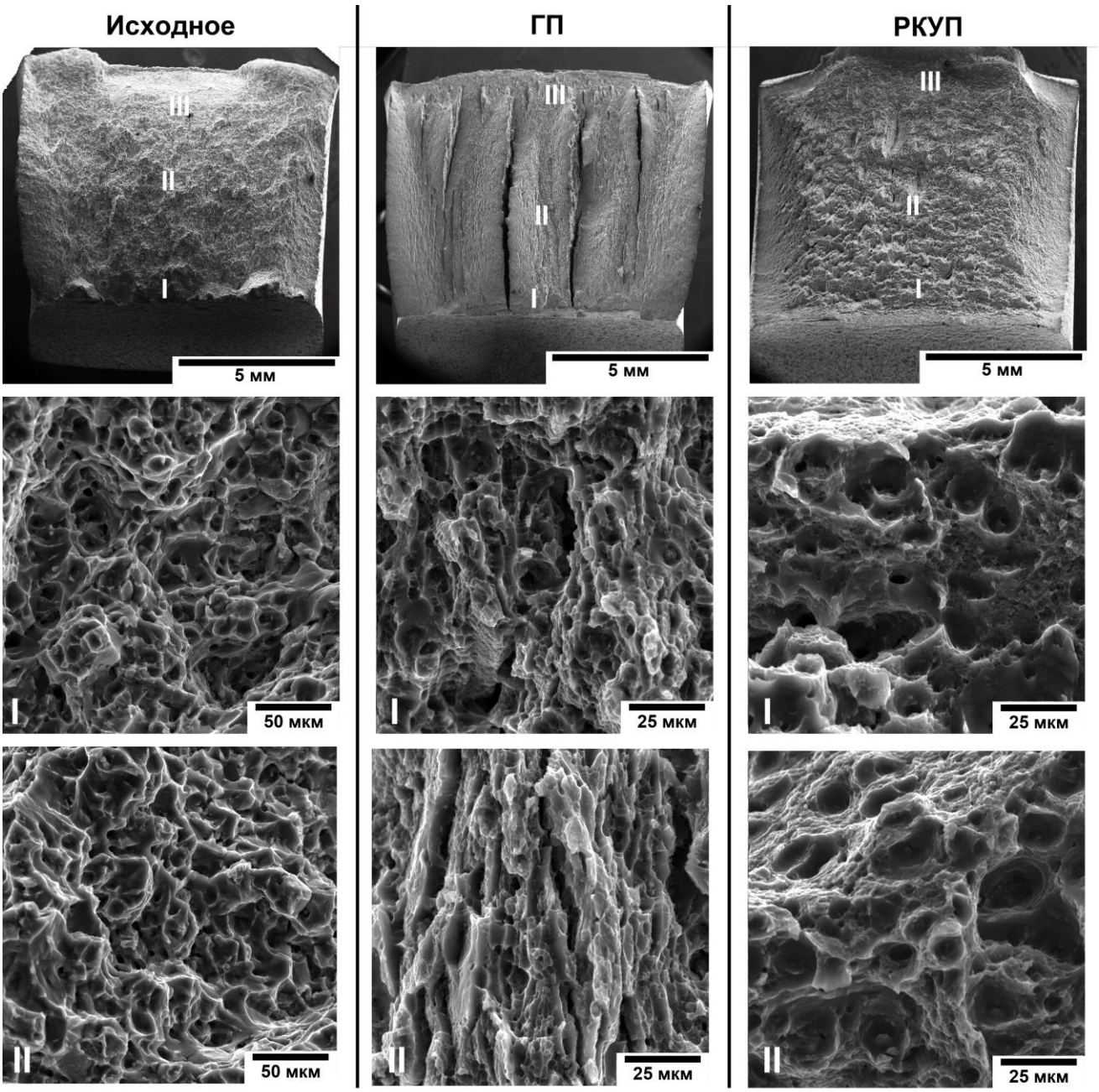


Рисунок 4.15 – Поверхности разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях после испытания на ударную вязкость при температуре: 20°С: I – зона зарождения трещин, II – зона стабильного роста трещин, III – зона долома

Очень высокая ударная вязкость при комнатной температуры материала, подвергнутого РКУП, обусловлена отсутствием стадии нестабильного распространения трещины (рисунок 4.14). В условиях полностью вязкого внутризеренного разрушения при 20°С (рисунок 4.15) происходит только стабильное распространение трещины, которое стопорится при относительно высоких нагрузках. ХВП в мелкозернистом состоянии сплава обусловлен появлением стадии нестабильного распространения трещины (рисунок 4.14), которое связано с

активизацией межзеренного разрушения с понижением температуры (рисунок 4.16). Появление стадии нестабильного распространения трещины при -196°С привело к снижению поглощенной энергии при ударе в 4 раза несмотря на то, что усилие, при котором начинается распространение трещины критического размера, не зависит от температуры (рисунок 4.14).

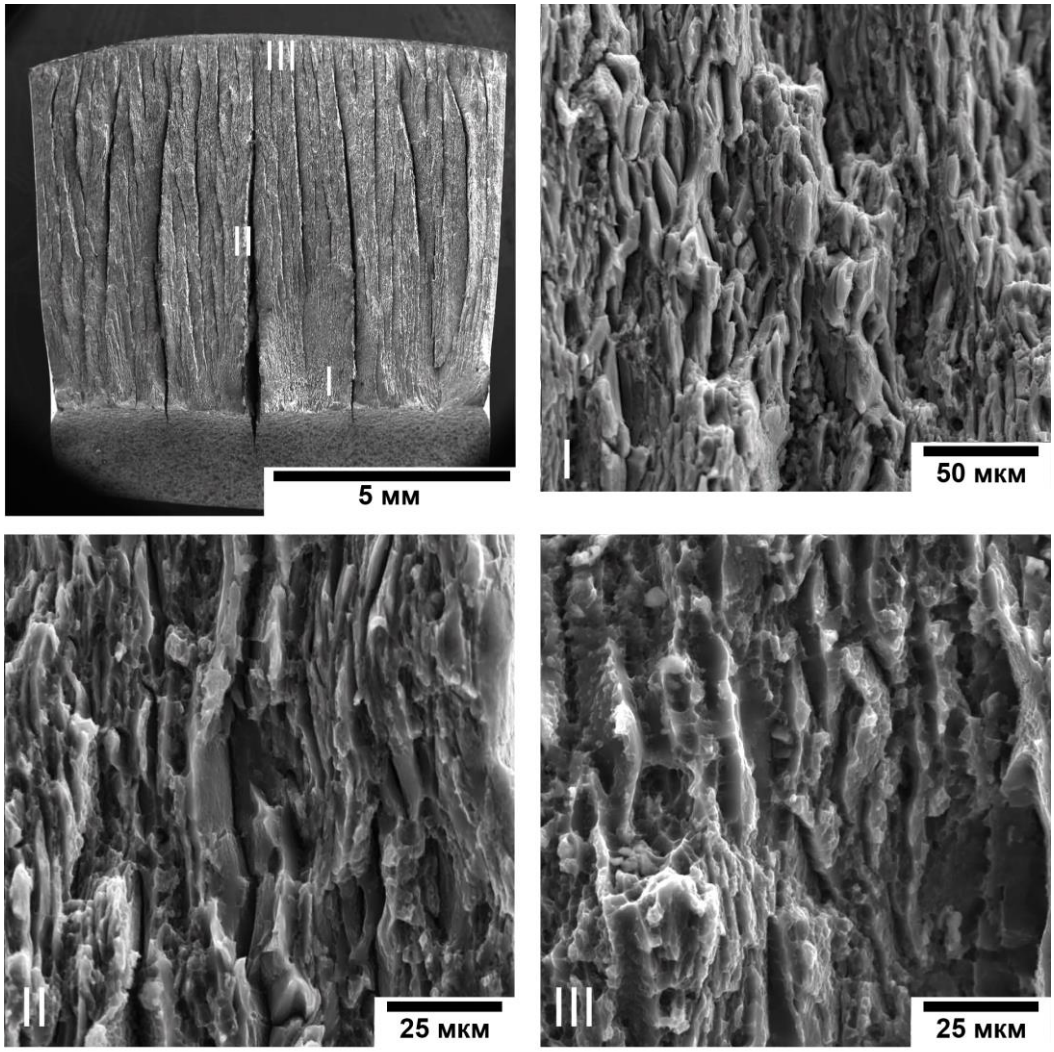


Рисунок 4.16 – Поверхность разрушения горячекатаного Al-Mg-Sc-Zr сплава после испытания на ударную вязкость при температуре -196°С: I – зона зарождения трещин, II – зона стабильного роста трещин, III – зона долома

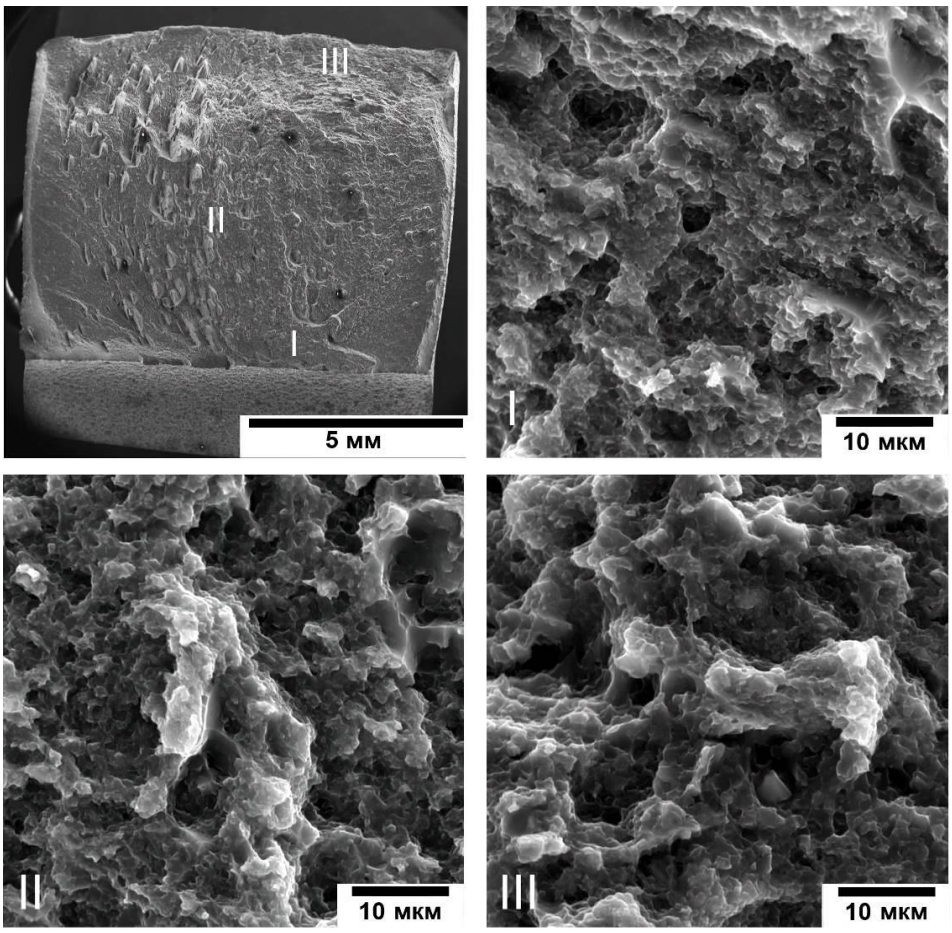


Рисунок 4.17 – Поверхность разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава после РКУП и испытания на ударную вязкость при температуре -196°С: I – зона зарождения трещин, II – зона нестабильного роста трещин, III – зона долома

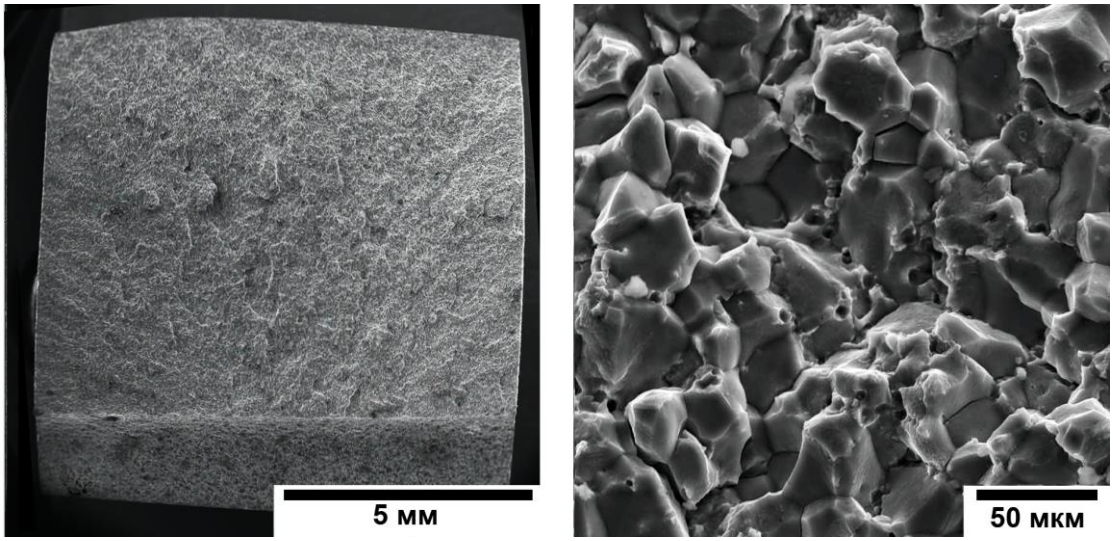


Рисунок 4.18 – Поверхность разрушения Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии после испытания на ударную вязкость при температуре -196°С

4.6 Коррозионная стойкость Al-Mg-Sc-Zr сплава

Оценка изменений внешнего вида образцов исследуемого сплава в исходном и горячекатаном состояниях, а также образцов сварных соединений после испытаний на расслаивающую коррозию показала, что сплав не подвержен данному виду коррозии. Сравнительный анализ состояний поверхности образцов до и после испытаний (рисунок 4.19) не выявил каких-либо изменений цвета образцов, наличие язв или отслоений, трещин и т.д. Следовательно, стойкость Al-Mg-Sc-Zr сплава к расслаивающей коррозии, в соответствии с таблицей 2 ГОСТ 9.984-92, равна 1.

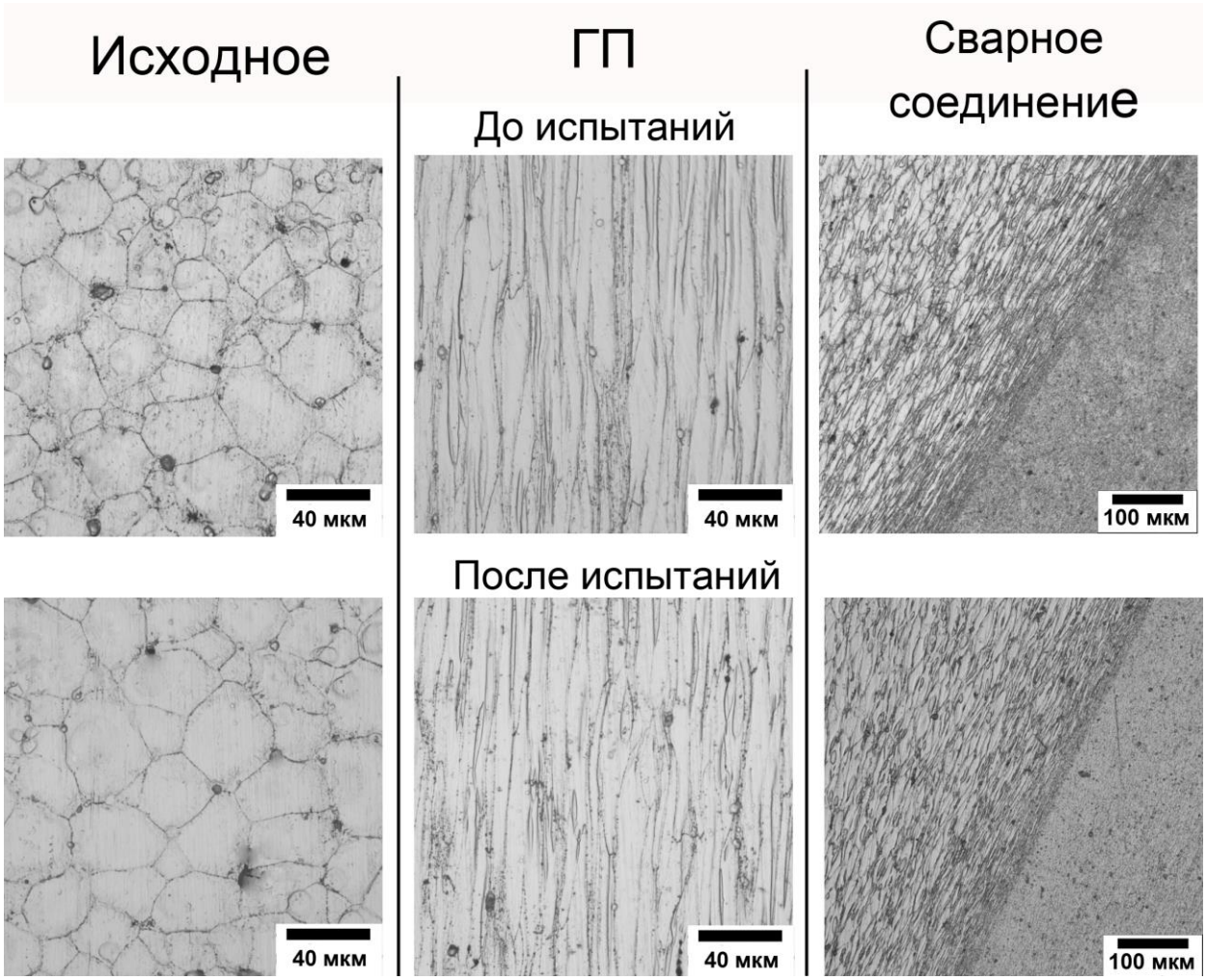


Рисунок 4.19 – Поверхности образцов Al-Mg-Sc-Zr сплава в различных состояниях до и после испытаний на расслаивающую коррозию

4.7 Выводы по главе

Пластическую деформацию Al-Mg-Sc-Zr сплава осуществляли методами горячей и холодной прокаток, и РКУП. Горячая прокатка проводилась до суммарной степени деформации 75%, холодная прокатка - до степеней деформации 50% и 80%. РКУП осуществляли до 12 проходов по маршруту Вс при температуре 320°С. Далее из полученных заготовок сплава вырезались образцы для механических испытаний в интервале температур -196…20°С. На основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

1 При комнатной температуре в результате горячей прокатки предел текучести исходного сплава повышается от 225 МПа до 295 МПа, предел прочности от 360 МПа до 450 МПа и удлинение до разрушения от 12% до 20%. После холодной прокатки до суммарных степеней деформации 50% и 80% предел текучести сплава равен 495 МПа и 520 МПа, предел прочности 545 МПа и 560 МПа, соответственно. Кроме того, значение удлинения сплава в холоднокатаном состоянии уменьшается до 8%. В результате формирования мелкозернистой структуры при РКУП, предел прочности сплава увеличивается на 60%, предел прочности на 20%, пластичность не изменяется.

2 Снижение температуры деформации приводит к повышению прочностных характеристик сплава во всех состояниях, однако, применение холоднодеформированных состояний слава в области низких температур ограничено. В то же время, пластичность горячедеформированных состояний при -196°С в 2 раза превышает пластичность сплава в исходном состоянии.

3 В интервале температур -120…-80°С на кривой температурной зависимости ударной вязкости сплава в исходном и мелкозернистом состояниях наблюдается резкое падение ударной вязкости. Однако, РКУП обеспечивает повышение значения ударной вязкости при комнатной температуре на 217%, а при -196°С − в 4 раза по сравнению с крупнозернистым материалом и составляет 24 Дж/см^2. Проведение горячей прокатки способствует медленному снижению ударной вязкости сплава от 36,7 Дж/см^2 до 29,5 Дж/см^2 при 20°С и -196°С, соответственно.

4 При комнатной температуре на деформационных кривых сплава во всех состояниях наблюдается эффект Портевена-Ле Шателье. Интересной особенностью исследуемого материала является устойчивое распространение полос локализации деформации даже при низких скоростях нагружения, что связано с наличием частиц вторых фаз, являющимися препятствиями для движущихся дислокаций.

5 С понижением температуры испытаний как при статическом, так и при динамическом нагружении механизм разрушения исходного сплава меняется от вязкого транскристаллитного

к хрупкому межзеренному. Горячая деформация способствует сохранению вязкого механизма разрушения как основного во всем исследуемом интервале температур деформации.

6 Горячая деформация методом прокатки и РКУП способствует повышению предела многоцикловой усталостной прочности сплава на 20% до 190-195 МПа.

7 По результатам оценки стойкости различных состояний сплава к расслаивающей коррозии установлено, что исследуемый материал не подвержен избирательной коррозии.

ГЛАВА 5 МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СОЕДИНЕНИЙ Al-Mg-Sc-Zr СПЛАВА, ПОЛУЧЕННЫХ СВАРКОЙ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ

Помимо разработки способов получения полуфабрикатов с повышенным комплексом механических свойств, не менее важным аспектом изготовления высокопрочных криогенных конструкций является и процесс соединения заготовок. Традиционно, полуфабрикаты алюминиевых сплавов соединяли методом аргонно-дуговой сварки [79], однако на данный момент одним из самых перспективных методов создания бездефектных неразъемных соединений листов из термически неупрочняемых алюминиевых сплавов является сварка трением с перемешиванием [85]. В абсолютном большинстве исследования свойств соединений, полученных данным методом, выполнено либо при комнатной, либо при повышенных температурах. В этой связи систематические экспериментальные исследования поведения сварного соединения в целом и его отдельных зон в условиях криогенных деформации, а также установление связи между их структурой и механическими свойствами является важной научной и практической задачей.

Для оценки возможности применения сварки трением с перемешиванием для получения неразъемных соединений исследования проводились на исходном и горячекатаном состояниях сплава. Данные состояния сплава наиболее близко приближены к промышленным условиям получения и использования полуфабрикатов сплава. В настоящей главе рассмотрено влияние сварки трением с перемешиванием на структурные изменения Al-Mg-Sc-Zr сплава в обоих состояниях, исследованы параметры микроструктуры различных зон полученных сварных соединений. Оценены статические свойства при 20°C и -196°C, многоцикловая усталость соединений при комнатной температуре, детально изучены особенности разрушения зон соединений.

5.1 Особенности микроструктуры сварных соединений

Ввиду большой толщины свариваемых листов (10 мм), сварку проводили в два последовательных и взаимно противоположных прохода. Общий вид поперечных сечений полученных сварных соединений исходного и горячекатаного состояний исследуемого сплава показаны на рисунках 5.1а и 5.2а, соответственно. Объемные дефекты в виде пор, непроваров или несплошностей не наблюдались. Также отсутствует дефект в виде непровара в корне шва, или «kissing bond» [138], что свидетельствует о достаточной глубине ввода инструмента и верно выбранных параметрах режима сварки. На поперечном сечении швов у сторон набегания и

приповерхностных областей можно отметить слоистую макроструктуру в виде так называемых «луковых колец» (рисунок 5.1а, г; рисунок 5.2а) [138].

Методом оптической металлографии установлено, что основными зонами соединений являются (рисунок 5.1 и 5.2):

1) зона основного материала (рисунок 5.1б и 5.2б);

2) зона термомеханического воздействия – в зависимости от направления движения сварочного инструмента она делится на сторону отступания (СО), имеющую более размытую границу (рисунок 5.1в и 5.2в), и сторону набегания (СН) с четкой границей между зоной перемешивания и недеформированным материалом (рисунок 5.1г и 5.2г);

3) центральная часть (ядро) шва или зона перемешивания (ЗП).

Примечательной особенностью соединений сплава является практически отсутствие зоны термического влияния, что обусловлено высокой термической стабильностью структуры и малым временем нагрева в процессе сварки [87]. Согласно EBSD-анализу, другой интересной особенностью полученных соединений является то, что предварительная обработка свариваемых листов не влияет на микроструктуру зоны перемешивания − как для сплава в исходном состоянии, так и для горячекатаного материала она идентична (рисунок 5.3).

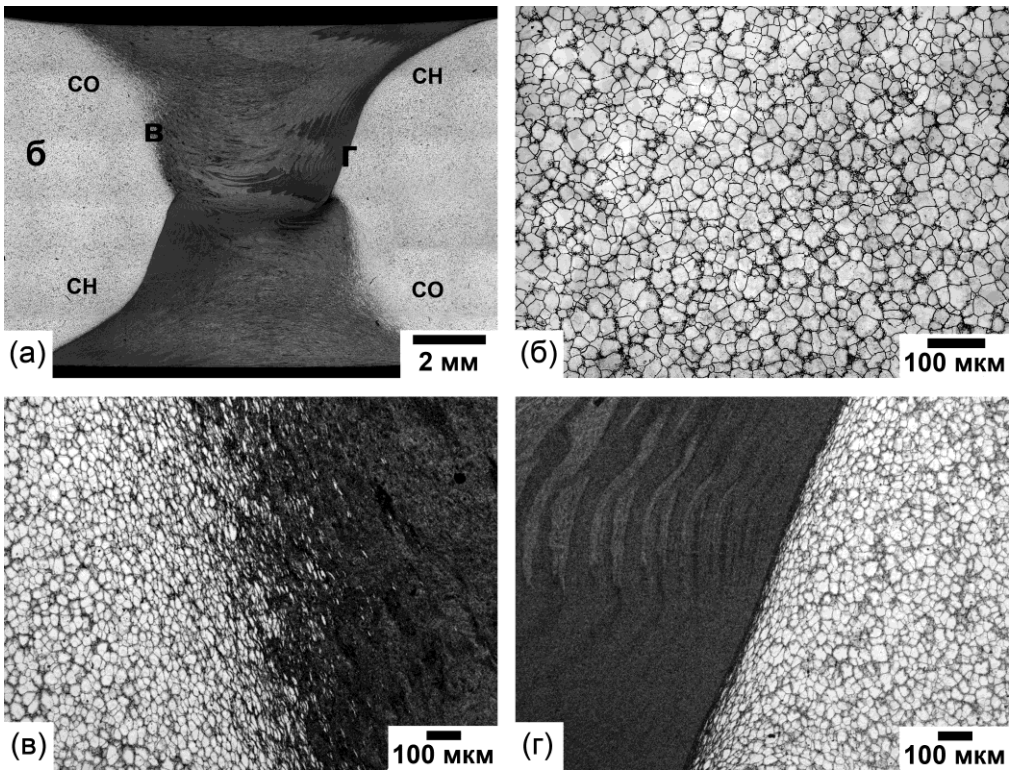


Рисунок 5.1 – Поперечное сечение сварного соединения Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном состоянии: (а) общий вид; (б) зона основного материала; (в) сторона отступания (СО); (г) сторона набегания (СН)

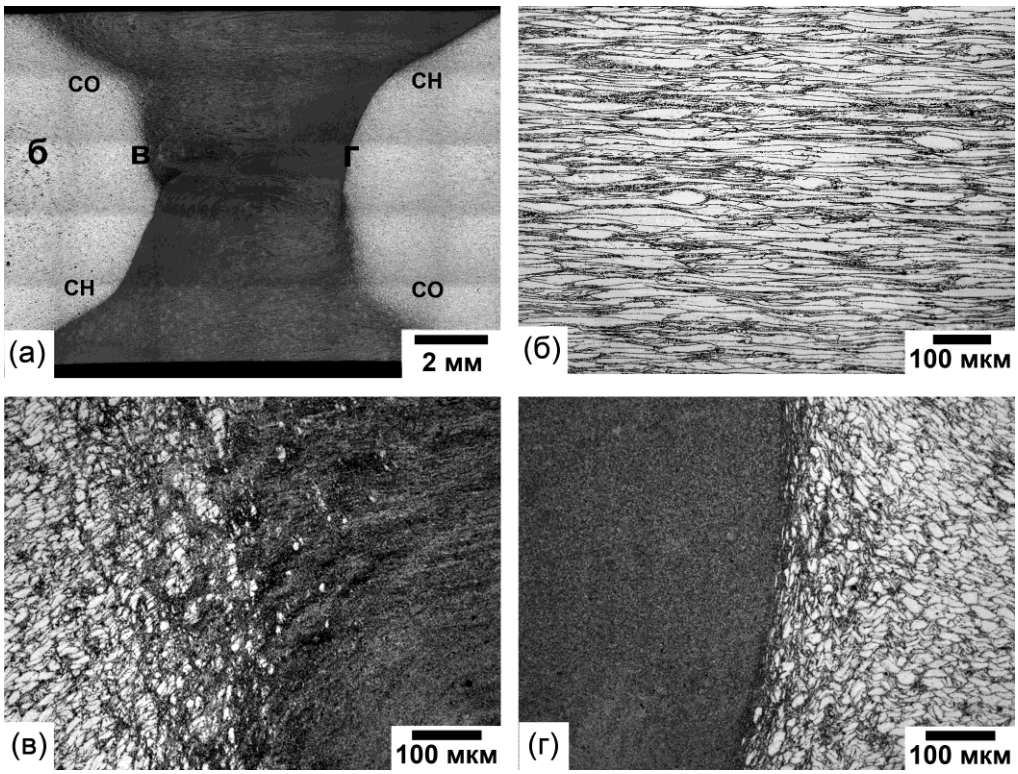


Рисунок 5.2 – Поперечное сечение сварного соединения Al-Mg-Sc-Zr сплава в горячекатаном состоянии: (а) общий вид; (б) зона основного материала; (в) сторона отступания (СО); (г) сторона набегания (СН)

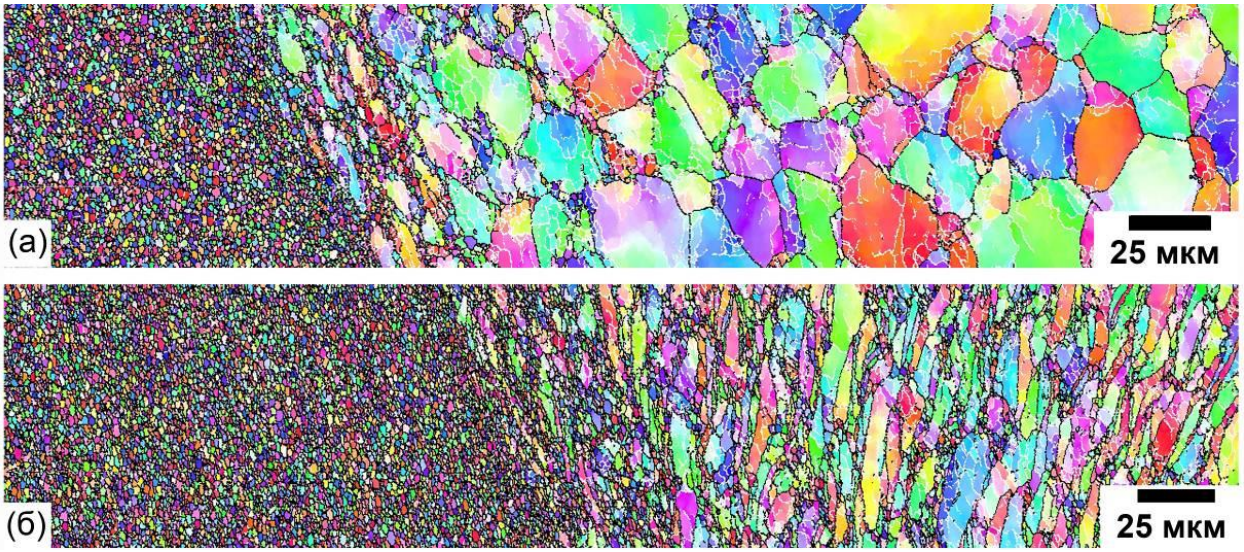


Рисунок 5.3 – EBSD карты поперечного сечения сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава в (а) исходном состоянии и (б) после ГП. Малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

Типичная микроструктура центральной части сварных соединений сплава в исходном и горячекатаном состояниях показана на рисунке 5.4, измеренные параметры структуры приведены в таблице 5.1. В обоих случаях в ЗП полученных швов формируется полностью рекристаллизованная структура со средним размером зерен ~ 1 мкм (рисунок 5.4а, таблица 5.1). Доля большеугловых границ составляет более 90%, средний угол разориентировки, θ, и плотность дислокаций равны 39° и $2{,}5\times10^{13}$ м$^{-2}$, соответственно (таблица 5.1). Морфология и объемная доля частиц вторых фаз в центре шва не изменились и аналогичны исходному состоянию сплава (рисунок 5.4в). В общих чертах, результаты оценки микроструктуры зоны перемешивания исходного и деформированного материала хорошо согласуются с данными, полученными другими исследователями [88,92, 93,139-144].

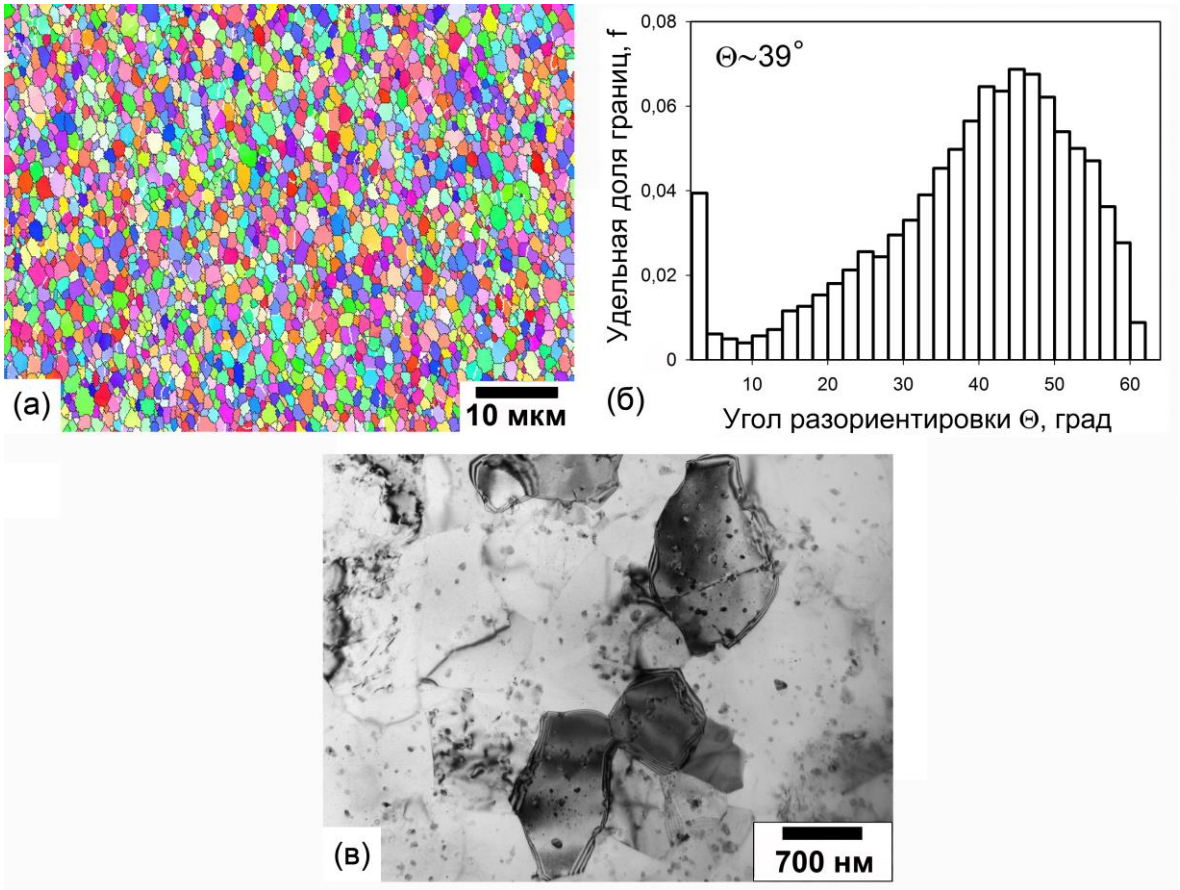


Рисунок 5.4 – Микроструктура центральной части сварных швов Al-Mg-Sc-Zr сплава. Малоугловые и большеугловые границы показаны белыми и черными линиями, соответственно

Примечательно, что структура центральной части сварных соединений и структура сплава, полученная методом РКУП, практически идентичны (рисунки 5.4 и 3.7, соответственно). Следовательно, сварку трением с перемешиванием можно рассматривать как

метод измельчения зеренной структуры материала. Использование процесса трения с перемешиванием для получения мелкозернистых состояний сплавов было описано в литературе. Так, в работе [145] продемонстрировано влияние параметров сварки и скорости охлаждения на структуру сплава 7075 и установлено, что варьируя этими параметрами можно получить размер зерен от 100 нм до 500 нм. Авторы [146] исследовали сверхпластическую деформацию Al-4%Mg-1%Zr сплава со средним размером зерен 700 нм, сформированную методом трения с перемешиванием и отметили высокую стабильность и однородность получаемой структуры.

В настоящей работе, близкие значения параметров формируемых РКУП и СТП структур предполагают идентичное механическое поведение этих материалов при деформации.

Таблица 5.1 – Параметры микроструктуры центральной части сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава

Состояние сплава	Средний размер зерен, мкм	Доля большеугловых границ, %	Плотность дислокаций, $м^{-2}$
Исходное	0,9 ± 0,2	94	2×10^{13}
ГП	1,1 ± 0,2	93	2.6×10^{13}

5.2 Оценка микротвердости сварных швов

Для исследования влияния сформированной при сварке микроструктуры на прочностные свойства материала было оценено изменение микротвердости в различных зонах соединений исследуемого сплава в исходном и ГП состояниях (рисунок 5.5). Для наглядности, на рисунках пунктирными линиями обозначены контуры рабочего инструмента при верхнем и нижнем проходах сварки. Для обоих состояний распределение микротвердости в сварных зонах неоднородно: в области перекрытия верхнего и нижнего проходов сварки, а также вдоль границ «сторона набегания-основной материал» и у приповерхностных областях соединений наблюдается увеличение значения HV (рисунок 5.5).

За исключением вышеуказанных трех зон, значение микротвердости центральной части сварного шва исходного сплава практически не отличается от основного материала (рисунок 5.5а). Принимая во внимание существенное измельчение зеренной структуры ЗП в процессе сварки по сравнению с начальным размером зерен (рисунок 5.4 и 5.1б, соответственно), можно сделать вывод о несущественном вкладе субструктурного упрочнения в изменение прочностных характеристик сплава в исходном состоянии.

Повышение плотности дислокаций и формирование развитой субструктуры в материале после горячей прокатки привели к повышению микротвердости сплава до 130 ± 5 HV (рисунок 5.5б). Однако, в противоположность недеформированному состоянию, после соединения горячекатаных листовых заготовок методом СТП в центральной части сварного шва наблюдается разупрочнение и микротвердость снижается до115 ± 5 HV. Примечательно, что область разупрочнения превышает зону перемешивания и охватывает также зону термомеханического влияния (рисунок 5.5б). Учитывая наличие $Al_3(Sc,Zr)$ частиц во всех зонах соединения, локальное снижение твердости, скорее всего, связано с процессами отжига и рекристаллизации, происходящими при сварке, что привело к уменьшению вклада субструктурного упрочнения [79,92,93]. Таким образом, в случае горячекатаного состояния сплава, формирование мелкозернистой структуры в ядре шва способствует локальному снижению прочности соединения.

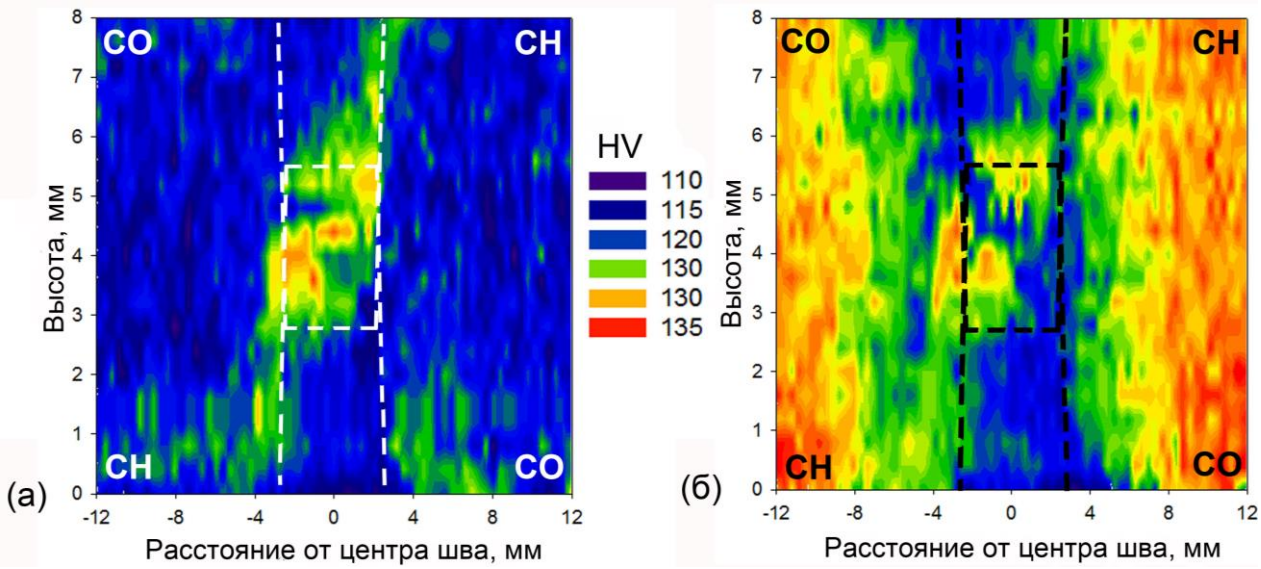


Рисунок 5.5 – Карты распределения микротвердости (HV) в сварных соединениях (а) исходного и (б) горячекатаного Al-Mg-Sc-Zr сплава. Пунктирными линиями обозначены очертания сварного инструмента при верхнем и нижнем проходе сварки. CO – сторона отступания, CH – сторона набегания

Важно отметить, что значение микротвердости центральной части швов и в исходном и в горячекатаном состояниях сплава примерно одинаковы (рисунок 5.5). Данное наблюдение хорошо согласуется с приведенными выше микроструктурными исследованиями и еще раз подтверждает, что исходное состояние заготовок сплава не оказывает влияние на структуру зоны перемешивания, формирующуюся при сварке.

5.3 Исследование механических свойств соединений

5.3.1 Механические свойства соединений в области низких температур

Влияние температуры на свойства сварных соединений исходного и горячекатаного состояний Al-Mg-Sc-Zr сплава приведено на рисунке 5.6. Образцы для испытаний вырезались в направлении, поперечном направлению сварки, так, чтобы в рабочей части каждого образца присутствовали все зоны соединения. Для сравнения, на рисунке нанесены диаграммы растяжения основных материалов. Внешний вид образцов после растяжения при 20°С и -196°С показан на рисунке 5.7, где сплошными черными линиями обозначены границы зоны перемешивания.

Для всех состояний сплава понижение температуры испытаний приводит к исчезновению скачкообразной деформации и формированию гладкой деформационной кривой (рисунок 5.6). Как ранее обсуждалось, этот эффект связан с подавлением динамического деформационного старения, наблюдаемого в исследуемом сплаве при комнатной температуре.

В исходном крупнозернистом сплаве эффективность сварного соединения, рассчитанная как отношения пределов текучести (рисунок 5.6в) или пределов прочности (рисунок 5.6г) соединения и свариваемого материала, в интервале температур деформации -196…20°С близка к 100%, а разрушение образцов швов происходит в области основного материала (рисунок 5.7). Такое поведение исходного сплава связано с локальным упрочнением сварного соединения в ЗП, как подтверждают данные карт распределения микротвердости (рис.5.5а).

Для горячекатаного сплава при комнатной температуре эффективность сварных соединений составляет порядка 90-95% (рисунок 5.6б) и разрушение образцов происходит в центральной части шва (рисунок 5.7а). Эти данные хорошо соотносятся с наблюдаемым разупрочнением в зоне перемешивания сварных соединений материала после ГП, как показано на рисунке 5.5б. При понижении температуры ниже -125°С коэффициент прочности соединений увеличивается (рисунок 5.6в, г), а образцы сварных швов разрушаются в зоне основного материала (рисунок 5.7б). Следовательно, прочностные свойства зоны перемешивания в области низких температур выше прочности основного горячекатаного материала. Для более подробного исследования и подтверждения этого предположения далее было изучено механическое поведение материала центральной части сварного шва.

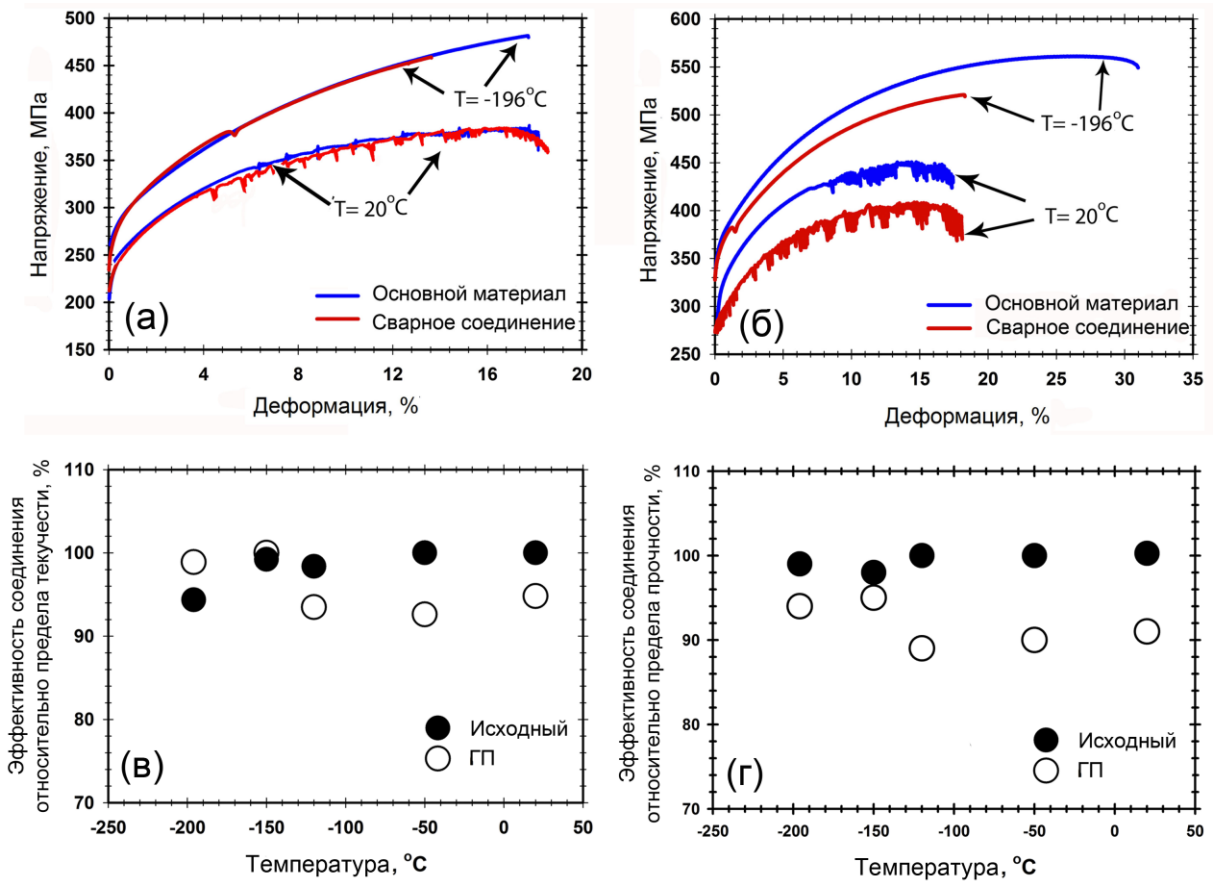


Рисунок 5.6 – Сравнение диаграмм растяжения сварного соединения и основного материала Al-Mg-Sc-Zr сплава в (а) исходном и (б) горячекатаном состояниях. Для оценки свойств соединений образцы вырезались в направлении, поперечном направлению сварки. Оценка эффективности соединений, рассчитанная по отношениям (в) пределов текучести и (г) пределов прочности сварных швов и основного материала

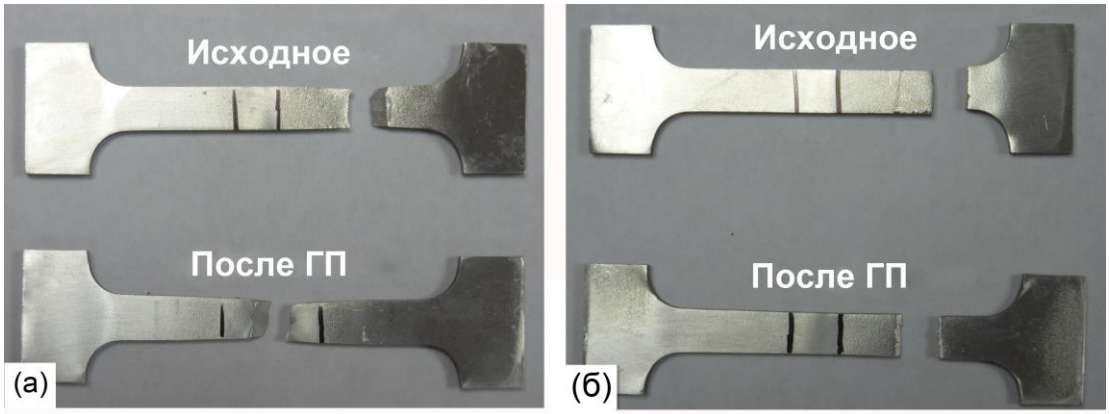


Рисунок 5.7 – Внешний вид образцов сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава после растяжения при (а) 20°C и (б) -196°C. Черными линиями обозначены границы зоны перемешивания

5.3.2 Механические свойства материала центральной части шва

Для исследования механического поведения центральной части сварного шва, образцы для испытаний вырезались вдоль направления сварки из зоны перемешивания таким образом, чтобы рабочая часть каждого образца состояла только из сформированного в процессе сварки мелкозернистого материала. Результаты оценки свойств ЗП представлены в таблице 5.2 и на рисунке 5.8, где для сравнения также приведены диаграммы растяжения основного материала для каждого состояния сплава.

Примечательно, что поведение при растяжении образцов ЗП литого и горячекатаного сплавов одинаково (рисунок 5.8а и б), а небольшой разброс полученных параметров прочности не превышает погрешности измерения (таблица 5.2). Сходство деформационных кривых и повторяемость измеренных значений дополнительно подтверждают предположение о том, что структурное состояние заготовок сплава до сварки не влияет на микроструктуру формирующейся ЗП, как обсуждалось в п. 5.1.

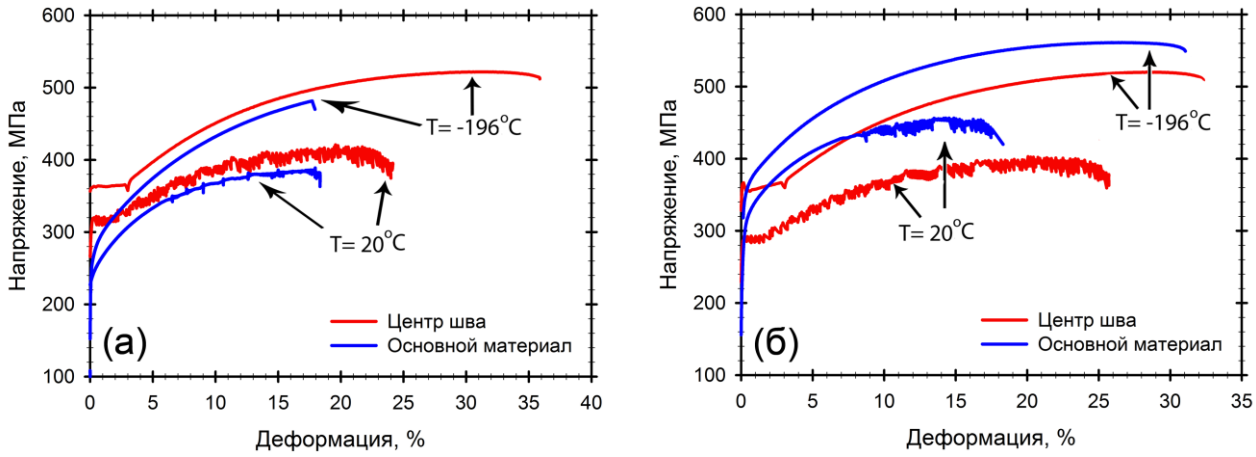


Рисунок 5.8 – Диаграммы растяжения различных зон сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава в (а) исходном и (б) горячекатаном состояниях

В соответствии с данными для образцов, вырезанных поперек сварного соединения (рисунок 5.6а,б), предел текучести и предел прочности ЗП превышает эти же параметры исходного состояния сплава во всем исследуемом интервале температур (рисунок 5.8а, таблица 5.2). В противоположность этому, прочностные характеристики горячекатаного сплава выше прочности материала ЗП (рисунок 5.8б). Однако в области низких температур образцы ЗП демонстрируют более высокие значения предела текучести (таблица 5.2), что, как показано

ранее, приводит к увеличению коэффициента эффективности сварного соединения горячекатаного сплава до 100% (рисунок 5.6в).

Таблица 5.2 – Механические свойства различных зон сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава при комнатной и криогенной температурах

Состояние материала		Свойства при 20°C/-196°C		
		Предел текучести*, МПа	Предел прочности*, МПа	Удлинение до разрушения**, %
Исходный сплав	Основной материал	225/260	360/470	18/17
	Зона перемешивания	315/355	410/520	24/36
Сплав после ГП	Основной материал	295/335	450/555	20/31
	Зона перемешивания	290/365	390/520	26/33

* Разброс значений не превышал 15 МПа

** Разброс значений не превышал 5%

Характерной особенностью механического поведения материала ЗП является наличие площадки текучести на кривых растяжения во всем интервале температур (рисунок 5.8). Подобный эффект наблюдался для исследуемого сплава в мелкозернистом состоянии, полученным РКУП, и описан в главе 4 настоящей работы. Также он был описан в других работах, посвященных оценке деформационного поведения Al-Mg сплавов [147,148]. Принято считать, что на этом участке происходит локализация деформации и формирование деформационных полос с последующим их распространением через всю рабочую часть образца. В свою очередь, наличие деформационных полос связывают с резким увеличением плотности подвижных дислокаций. Действительно, в случае исследуемого сплава, анализ тонкой структуры образцов ЗП после растяжения до 5% относительной деформации (примерное окончание площадки текучести на деформационных кривых) показал, что плотность дислокаций увеличилась в 3 раза и составляет 8×10^{13} $м^{-2}$ (рисунок 5.9). Однако формирование полос локализации деформации не наблюдалось. Резкое увеличение плотности подвижных дислокаций может быть связано с их разблокировкой от примесных атомов во время деформации, либо с работой дополнительных источников дислокацией, активация которых происходит с увеличением напряжения. Принимая во внимания исходную мелкозернистую и практически бездислокационную структуру материала ЗП (рисунок 5.4), в

данном случае наличие площадки текучести связано с активацией дополнительных источников дислокаций в начале пластического течения.

Увеличение плотности свободных дислокаций главным образом происходит при поперечном скольжении, однако в области низких температур этот механизм затруднен, следовательно, процесс повышения количества дислокаций подавляется. В свою очередь, отсутствие поперечного скольжения при растяжении в криогенной области приводит к повышению предела текучести материала и способствует лавинообразному увеличению дислокационной плотности. Таким образом, из-за существующей температурной зависимости механизмов упрочнения материала, эффективность сварного соединения горячекатаного материала повышается с понижением температуры деформации (рисунок 5.6в, г).

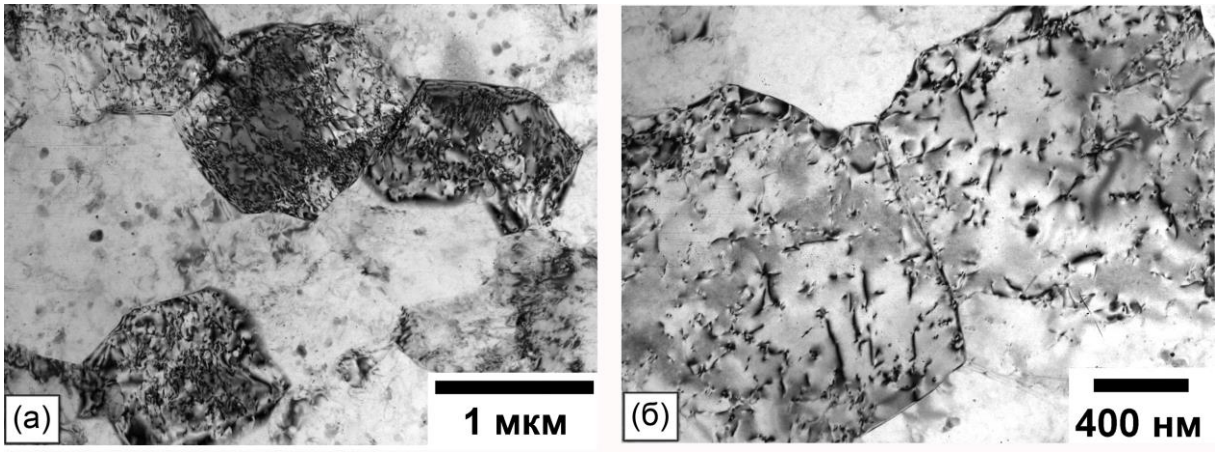


Рисунок 5.9 – Микроструктура образца Al-Mg-Sc-Zr сплава, вырезанного из центральной части сварного шва, после растяжения при -196°С до относительной деформации 5% при (а) меньшем и (б) большем увеличениях

Стоит отметить, что площадка текучести не наблюдается при испытании образцов, вырезанных поперек сварного шва (рисунок 5.6а, б). Вероятнее всего это связано с малой долей центра шва в общей длине рабочей части образца, охватывающей все зоны сварного соединения, и, следовательно, ее незначительным влиянием на общее деформационное поведение.

5.3.3 Фрактографические исследования сварных соединений после растяжения

Типичные поверхности разрушения образцов соединений, вырезанных поперек направления сварки, а также продольных образцов, вырезанных из зоны перемешивания,

представлены на рисунке 5.10. Как обсуждалось в пункте 5.3.1, разрушение поперечных образцов при растяжении происходит в зоне основного материала. Подробный фрактографический анализ изломов образцов исходного и горячекатаного сплавов описан в главе 4 настоящей работы. Кратко, после растяжения при комнатной температуре на поверхности разрушений обоих состояний наблюдаются ямки отрыва, свидетельствующие о большой пластической деформации, необходимой для формирования поверхности излома и о транскристаллитном механизме разрушения (рисунок 5.10а, в). При понижении температуры деформации отмечается смена механизма разрушения на хрупкий межкристаллитный, который в случае исходного сплава становится основным (рисунок 5.10б), а в горячедеформированном материале его доля невелика (рисунок 5.10г).

Так как микроструктуры ЗП соединений исходного и ГП сплавов идентичны, то на рисунке 5.10д и е представлены изломы образцов, вырезанных из центральной части сварного соединения литого сплава. Фрактографический анализ этих образцов показал, что во всем исследуемом интервале температур основным механизмом разрушения является вязкий транскристаллитный. Кроме того, значительно меньший по сравнению с основными материалами размер ямок отрыва свидетельствует о большей устойчивости ЗП к зарождению и распространению трещин. Данный эффект, по всей видимости, связан с сильным измельчением зеренной структуры ЗП в процессе сварки.

5.3.4 Оценка значений ударной вязкости и фрактография поверхностей разрушения различных зон соединений в интервале температур -196…20°С

Оценка значений ударной вязкости образцов с U-образным концентратором показала, что вязкость разрушения мелкозернистого материала центральной части сварного шва во всем исследуемом интервале температур значительно превышает ударную вязкость основного материала как для соединений исходного сплава, так и для горячекатаного (рисунок 5.11, таблица 5.3). Примечательно, что значения вязкости образцов, вырезанных из ЗП соединений исходного и деформированного сплавов, практически одинаковы (таблица 5.3), что хорошо согласуется с данными микроструктурных исследований и сравнением прочностных характеристик при растяжении, представленными выше.

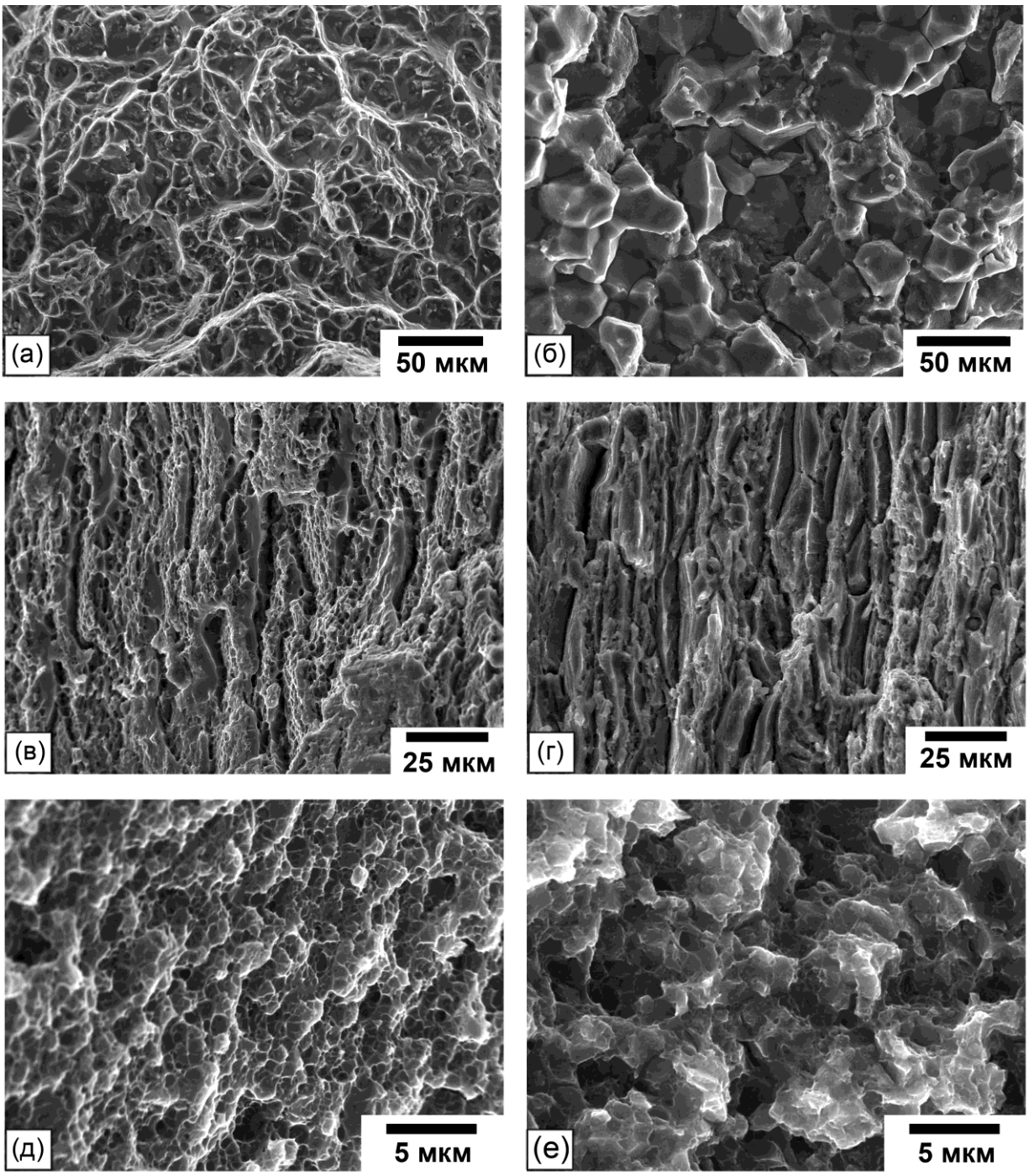


Рисунок 5.10 – Фрактограммы поверхностного разрушения образцов сплава в (а,б) исходном и (в, г) ГП состояниях, а также образцов (д,е) зоны перемешивания после растяжения при (а, в, д) 20°С и (б, г, е) -196°С

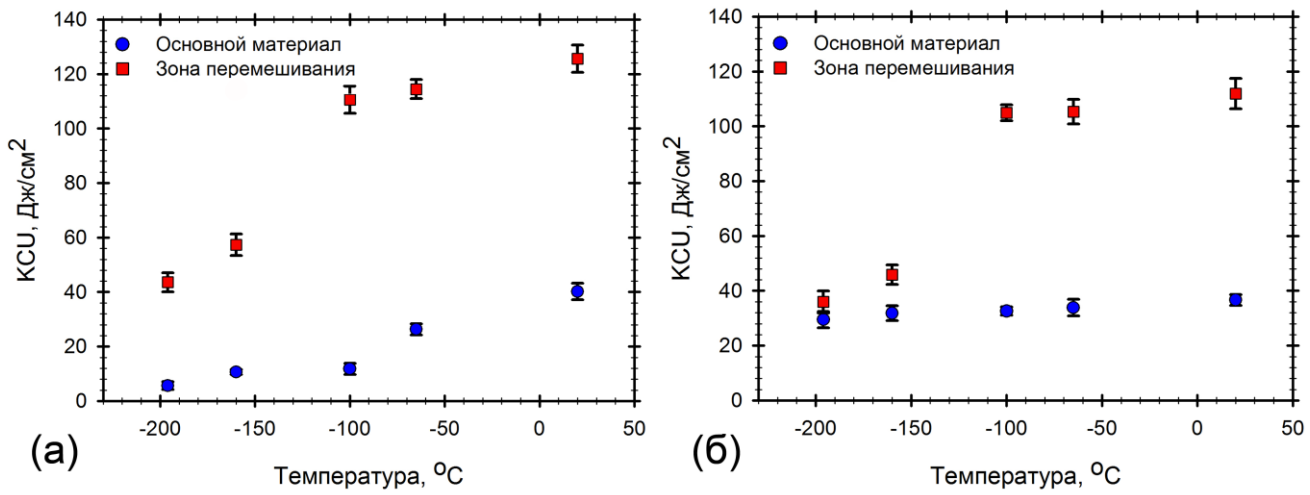


Рисунок 5.11 – Влияние температуры на значения ударной вязкости различных зон сварных соединений (а) исходного и (б) горячекатаного сплавов

При температуре -100…-150°С, значения ударной вязкости исходного сплава и центра шва резко снижаются до 40 Дж/см^2 (рисунок 5.11а). В то же время, как обсуждалось выше, вязкость разрушения сплава после ГП слабо зависит от температуры (рисунок 5.11б).

Таблица 5.3 – Значения ударной вязкости (KCU) различных зон сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава в интервале температур 20…-196°С

Температура, °С		20	-65	-100	-160	-196
Сварные соединения исходного сплава						
KCU, Дж/см^2	Основной материал	40,00 ±3,00	26,34 ±2,00	11,83 ±2,10	10,68 ±0,93	5,68 ±1,51
	Зона перемешивания	125,65 ±5,01	114,45 ±3,56	110,57 ±5,00	57,36 ±4,30	43,63 ±3,62
Сварные соединения горячекатаного сплава						
KCU, Дж/см^2	Основной материал	36,67 ±2,05	33,83 ±3,20	32,60 ±1,50	31,80 ±2,70	29,48 ±3,10
	Зона перемешивания	111,94 ±5,55	105,28 ±4,45	104,93 ±2,90	45,90 ±3,60	35,92 ±4,18

Анализ поверхности разрушения сплава в исходном состоянии показал, что ХВП связан со сменой вязкого механизма разрушения при комнатной температуре на хрупкое межзеренное

разрушение в криогенной области (рисунок 5.12а и б, соответственно). В сплаве после ГП вязкий транскристаллитный механизм разрушения является доминантным во всем исследуемом интервале температур (рисунок 5.12в, г). Кроме того, по сравнению с исходным сплавом, в ГП материале ямки отрыва имеют меньший размер (рисунок 5.12а и в). При понижении температуры на поверхности излома горячекатаного сплава можно отметить некоторые признаки межкристаллитного разрушения (рисунок 5.12г), однако здесь они менее выражены, чем в крупнозернистом сплаве. Такая нечувствительность вязкости разрушения ГП сплава связана с относительно высокой исходной плотностью свободных дислокаций, что обеспечивает эффективную релаксацию напряжений в вершине трещины. Также, развитая субструктура материала после деформации способствует формированию более извилистого по сравнению с исходным сплавом пути трещины.

Разрушение материала ЗП происходит по транскристаллитному механизму во всем интервале температур (рисунок 5.12д, е). Поверхность разрушения образована ямками отрыва, средний размер которых равен 1 мкм, что связано с особенностями микроструктуры данной зоны и обеспечивает ее высокую вязкость разрушения (рисунок 5.11). Таким образом, повышение трещиностойкости центральной части шва происходит вследствие значительного измельчения зеренной структуры в процессе СТП. Не вполне понятно снижение значений вязкости ЗП при температуре ниже -100°С. Одной из причин может быть низкая начальная дислокационная плотность и, следовательно, отсутствие быстрой релаксации напряжений. Если это так, то охрупчивание ядра шва в области низких температур определяется подавлением поперечного скольжения, что в конечном счете приводит к уменьшению плотности свободных дислокаций.

На основании приведенных исследований можно заключить, что применение СТП позволяет получить сварные соединения Al-Mg-Sc-Zr сплавов с высокими значениями и прочности, и пластичности – показателей, являющимися ключевыми характеристиками материалов для криогенных конструкций [147,148]. Чаще всего, сплавы, подвергнутые различным видам ИПД, демонстрируют высокую прочность, но низкую пластичность, а одновременное их сочетание является большой редкостью [137]. На примере исследуемого сплава показано, что образование полностью рекристаллизованной структуры с микронным размером зерен и низкой плотностью дислокаций в ЗП в процессе СТП позволяет повысить и прочность, и пластичность, и вязкость разрушения. Таким образом, сварные соединения Al-Mg-Sc-Zr сплавов, полученные сваркой трением с перемешиванием, обладают уникальным комплексом механических свойств.

Значительное измельчение структуры при СТП способствует получению сварных конструкций, коэффициент прочности которых при низких температурах равен 100%.

Подавление хрупкого межкристаллитного разрушения по границам зерен приводит к более равномерной деформации мелкозернистого материала и сохранению вязкого механизма разрушения даже в криогенной области. Несмотря на резкое падение ударной вязкости ЗП в интерале температур -100°С…-150°С, трещиностойкость этой области превышает вязкость разрушения исходного и горячекатаного сплавов, что связано с уменьшением длины трещины в пределах одного зерна и ее отклонением или остановкой при переходе в другое [149]. Их этого следует, что аналогично поведению стали [150], в термонеупрочняемых алюминиевых сплавах сочетание мелкозернистой структуры с частицами вторых фаз, размер которых не превышает нескольких нанометров, приводит к превосходной комбинации высокой прочности и пластичности как при комнатной, так и при низких температурах.

5.4 Оценка многоцикловой усталости соединений

Вышеописанными результатами, а также предыдущими исследованиями [81-89] было показано, что применение СТП является одним из самых перспективных методов создания неразъемных соединений сложнолегированных Al-Mg сплавов и позволяет получить коэффициент прочности сварного шва порядка 80-100%, что значительно превышает прочность соединений, полученных, например, традиционной аргонно-дуговой сваркой. Большинство существующих работ по оценке свойств сварных швов, полученных СТП, посвящено изучению их параметров при растяжении, либо оценке ударной вязкости различных зон и исследованию распределения микротвердости (см. п. 1.3 главы 1). Однако, следует учитывать, что сварные конструкции часто эксплуатируются в условиях воздействия переменных нагрузок и для обеспечения надежности используемого изделия необходимо исследовать весь комплекс его свойств, в том числе и усталостные характеристики.

На рисунке 5.13 представлены графики многоцикловой усталости образцов сварных соединений сплава и основного материала, а также образцов, вырезанных из зоны перемешивания вдоль направления сварки. Видно, что значения пределов многоцикловой усталости (определенные на базе 10^7 циклов испытаний) сварных швов и соответствующих основных материалов примерно равны, следовательно, коэффициент прочности соединения близок к 100% (таблица 5.4). Это подтверждает и тот факт, что разрушение образцов сварных швов обоих состояний сплава при испытаниях на усталость происходило в зоне основного материала (рисунок 5.14). Самой высокой усталостной прочностью ~ 185 МПа обладает материал центральной части шва, что обусловлено значительным измельчением структуры в процессе сварки (таблица 5.4). Это значение очень близко к пределу многоцикловой усталости РКУП сплава, равного 195 МПа.

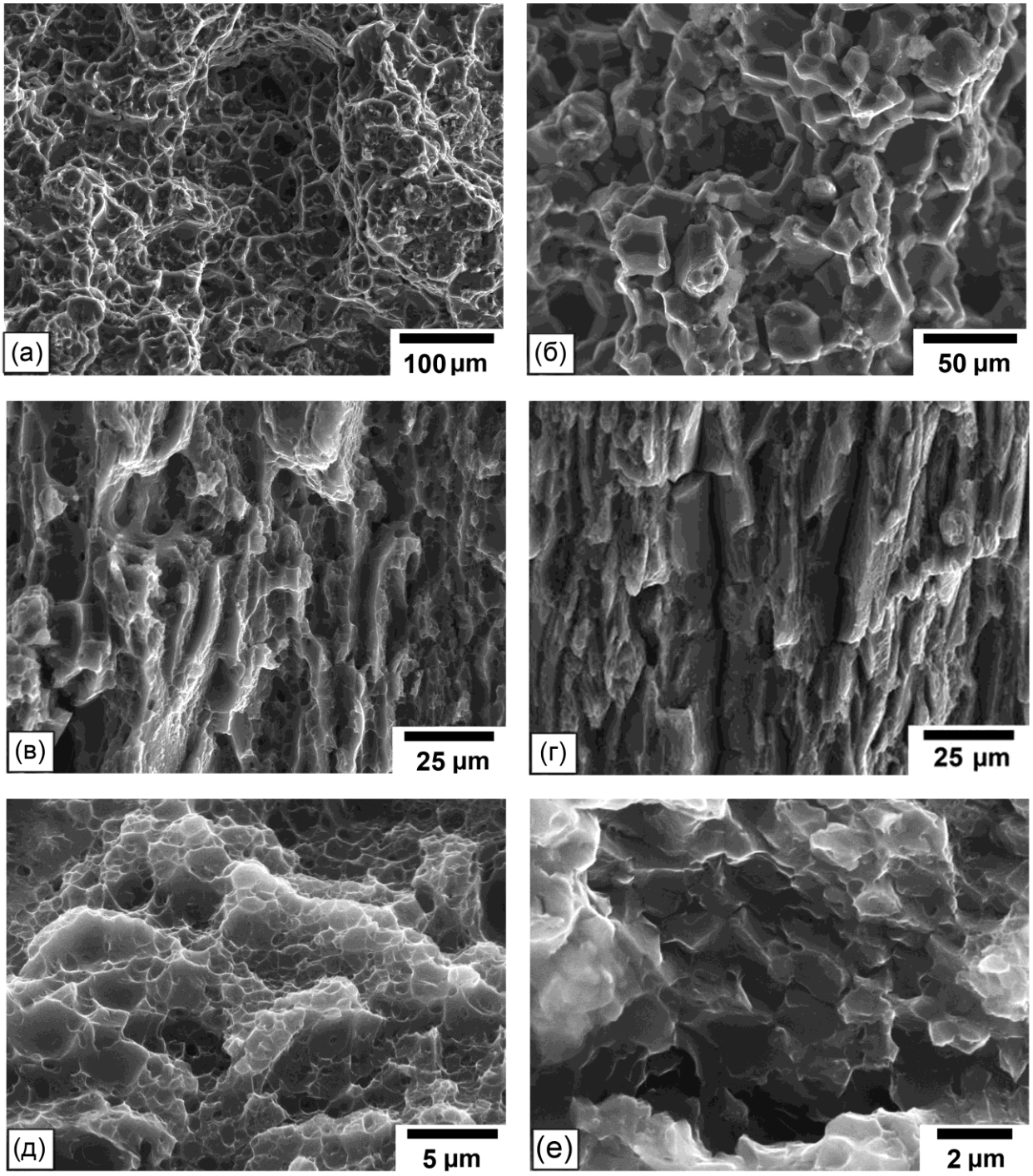


Рисунок 5.12 – Фрактограммы поверхностного разрушения образцов сплава в (а,б) исходном и (в, г) ГП состояниях, а также образцов (д,е) зоны перемешивания после испытаний на ударную вязкость при (а, в, д) 20°С и (б, г, е) -196°С

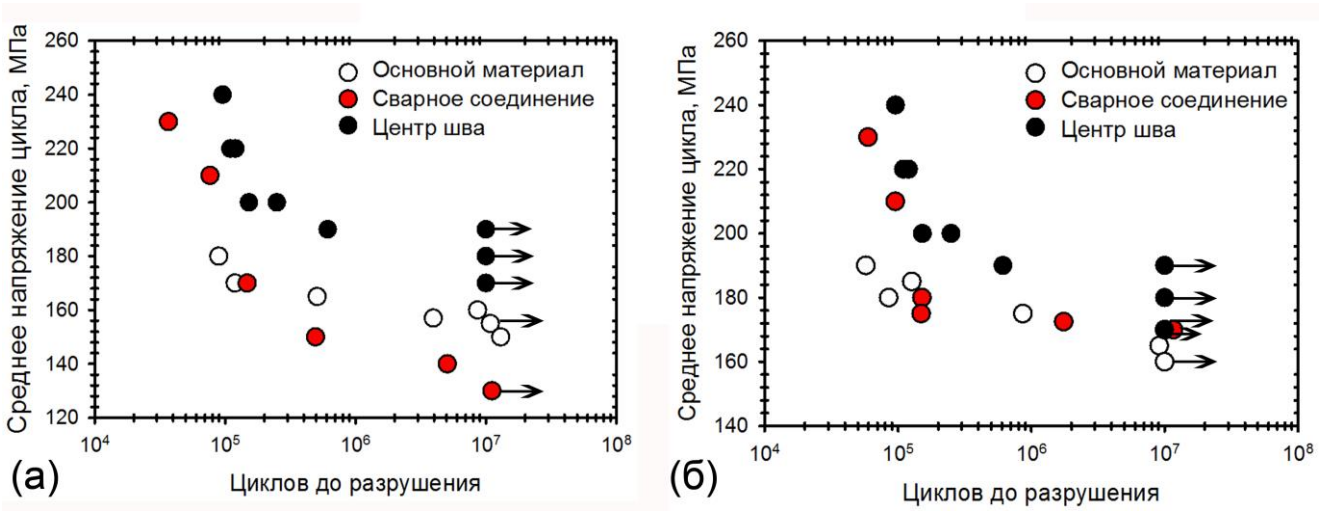


Рисунок 5.13 – Сравнение усталостных свойств различных зон и сварных соединений в целом Al-Mg-Sc-Zr сплава в (а) исходном и (б) ГП состояниях. Стрелками обозначены образцы, не разрушившиеся после 10^7 циклов испытаний. T=20°C

Таблица 5.4 – Пределы многоцикловой усталостной прочности (σ_{-1}) сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава

Состояние материала		σ_{-1}, МПа
Исходное	Основной материал	155
	Сварное соединение	135
После ГП	Основной материал	190
	Сварное соединение	170
Центр шва	–	185

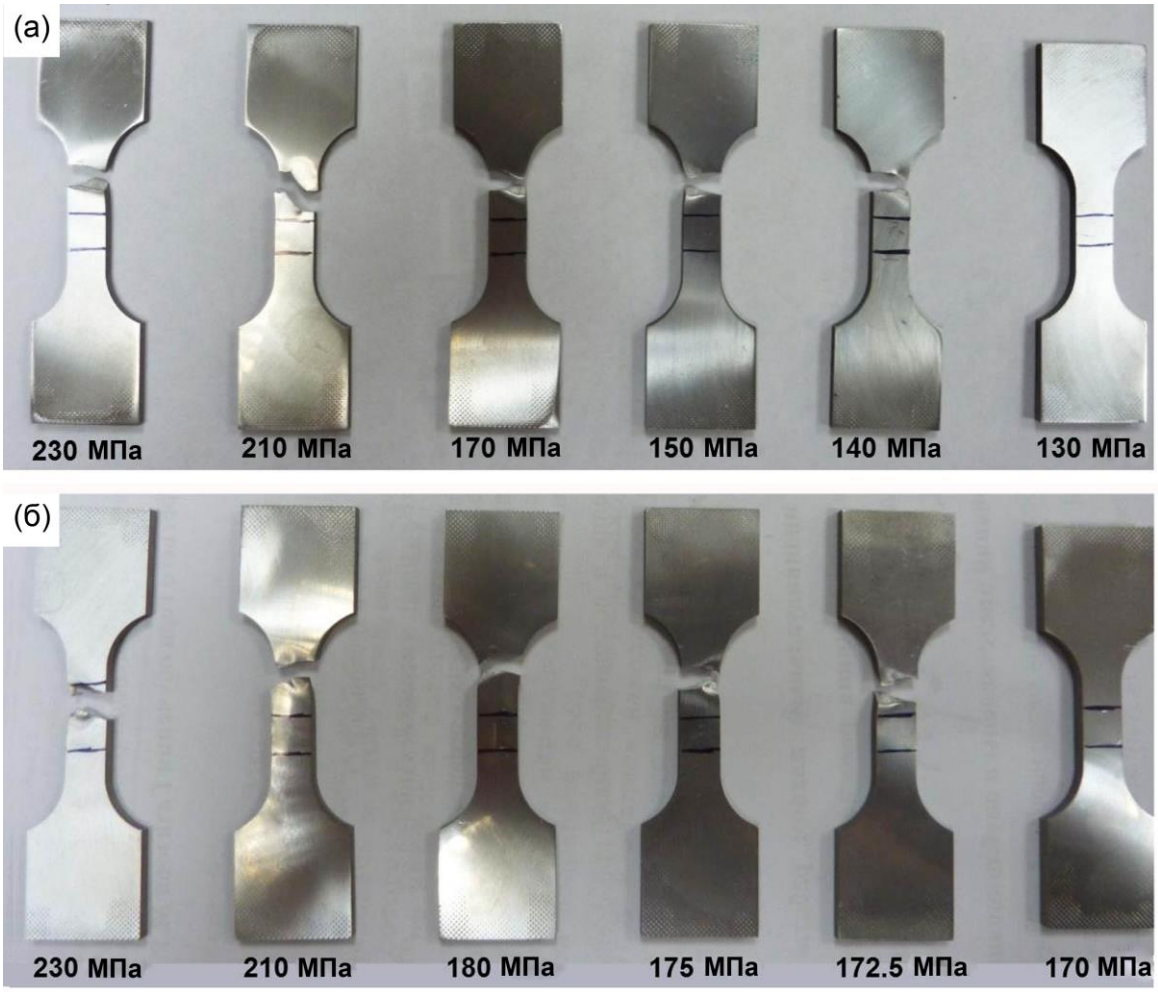


Рисунок 5.14 – Внешний вид образцов сварных соединений Al-Mg-Sc-Zr сплава в (а) исходном и (б) ГП состояниях после испытаний на многоцикловую усталость. Среднее напряжение цикла указано под соответствующим образцом. Черными сплошными линиями обозначены границы зоны перемешивания

Типичные микрокартины поверхностей усталостного разрушения образцов сварных соединений и ЗП, разрушившихся максимально близко к базовому числу циклов испытания (10^7), представлены на рисунках 5.15-5.17. В каждом случае на поверхности изломов можно выделить три характерные стадии распространения трещин [137]: I − стадия стабильного роста трещин , II − стадия ускоренного роста и III − зона долома.

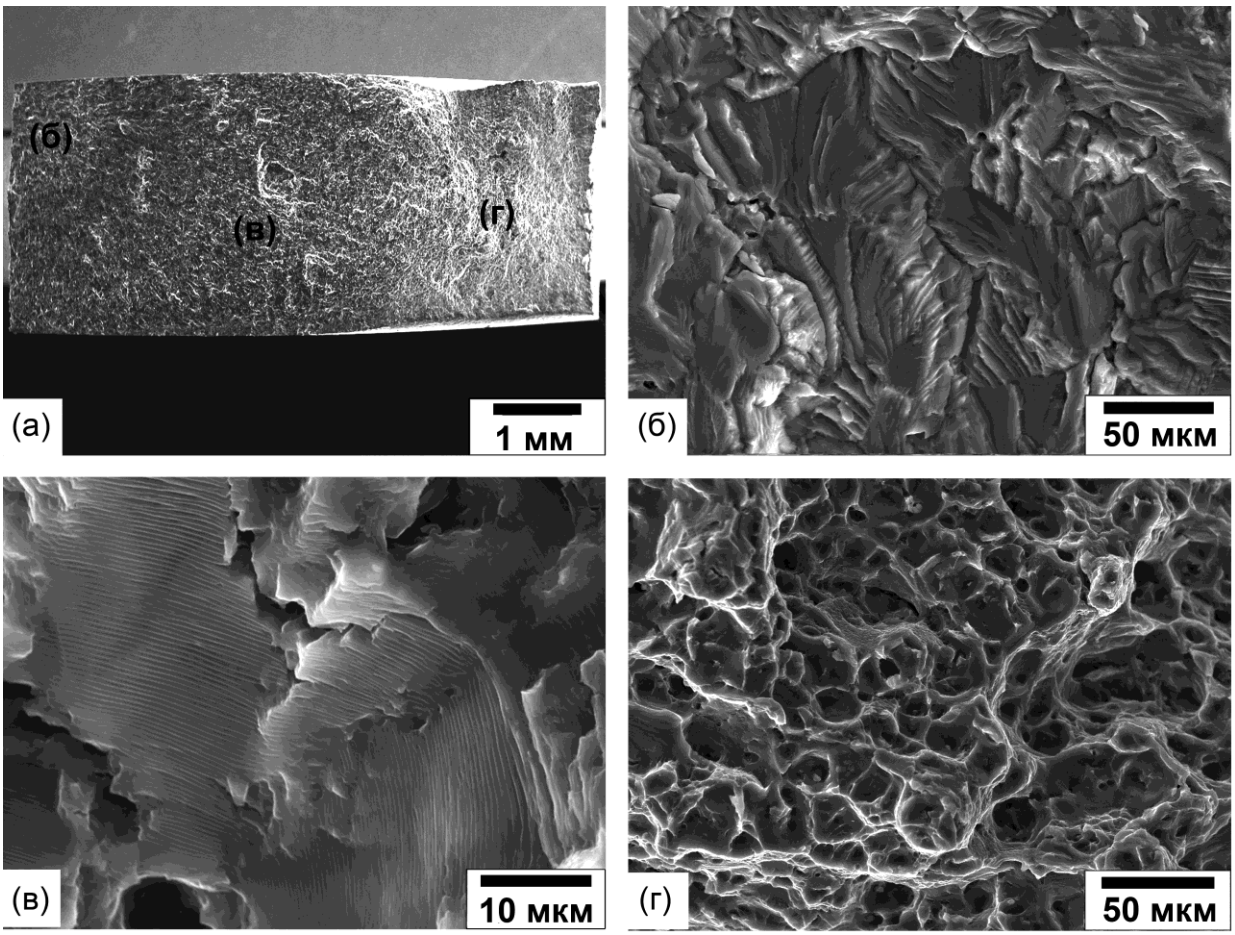


Рисунок 5.15 – Поверхность разрушения образца сварного соединения исходного Al-Mg-Sc-Zr сплава после усталостных испытаний при среднем напряжении цикла140 МПа:
(а) общий вид, (б-г) микрокартины характерных участков

В исходном состоянии разрушение сплава начинается с формирования микротрещин у поверхности образца и их развития вдоль многочисленных плоскостей скола по механизму хрупкого разрушения (рисунок 5.15а,б). Образовавшиеся в процессе деформации микротрещины формируют более крупные макротрещины, и разрушение происходит по транскристаллитному механизму. Границы зерен служат временным барьером для развития трещин (рисунок 5.15б). На стадии II поверхность разрушения сформирована многочисленными усталостными бороздками (рисунок 5.15в), наличие которых свидетельствуют о развитие разрушения по классическому механизму затупления вершины трещины [151]. Видно, что направление распространения бороздок иногда меняется, что, по всей видимости, связано с ветвлением трещины под воздействием локальных условий деформации. На финальной стадии III происходит статический долом по механизму вязкого разрушения, и рельеф поверхности образован многочисленными ямками равноосной формы (рисунок 5.15г).

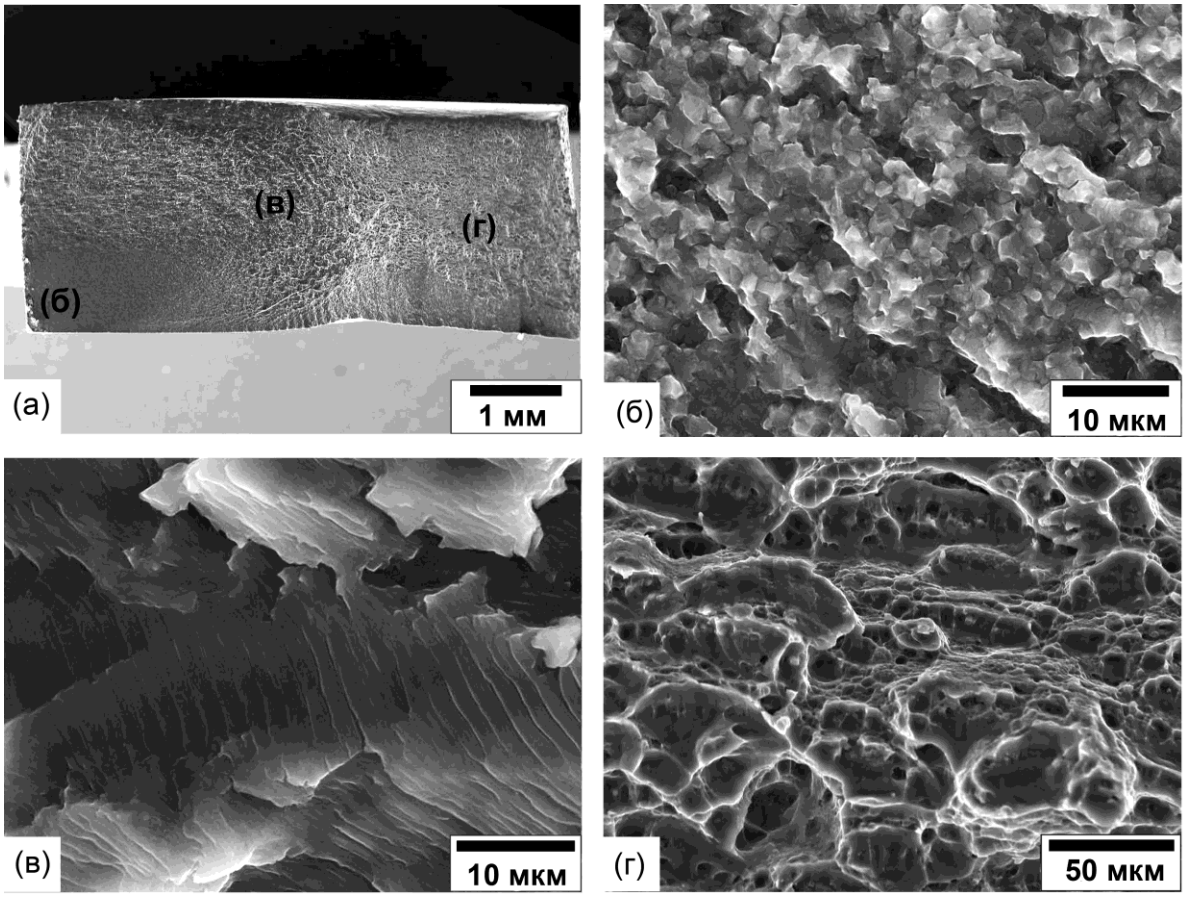


Рисунок 5.16 – Поверхность разрушения образца сварного соединения горячекатаного Al-Mg-Sc-Zr сплава после усталостных испытаний при среднем напряжении цикла172,5 МПа: (а) общий вид, (б-г) микрокартины характерных участков

Начальная стадия разрушения сварных швов горячекатаного сплава происходит по межзеренному механизму (рисунок 5.16б). Размер отдельных структурных элементов на поверхности излома равен размеру зерна центральной части шва, что, вероятно, означает, что рост микротрещин, зародившихся на поверхностных интрузиях, происходит вдоль границы зона термомеханического влияния/ ЗП. Тем не менее, распространение трещин по телу зерен требует значительной пластической деформации, на что указывают многочисленные вторичные трещины по границам (рисунок 5.16б). Развитие разрушения на стадии устойчивого роста происходит по транскристаллитному механизму и на изломе образца наблюдаются типичные усталостные бороздки (рисунок 5.16в). Примечательно, что расстояние между бороздками в данном случае больше, чем у материала в исходном состоянии (сравните рисунок 5.16в и рисунок 5.16в). Это может свидетельствовать о более высокой скорости распространения трещин в материале после деформации. Если данное предположение верно, то большее

значение предела усталостной выносливости сплава после ГП (таблица 5.4) объясняется его высокой стойкостью к зарождению микротрещин. Развитие субструктуры после деформации препятствует образованию устойчивых полос скольжения при циклической нагрузке [151], что в конечном итоге требует большего напряжения для зарождения трещин. Окончательный долом происходит в зоне основного материала по механизму вязкого разрушения; вытянутый размер ямок связан с особенностями структуры сплава в этой области (рисунок 5.16г).

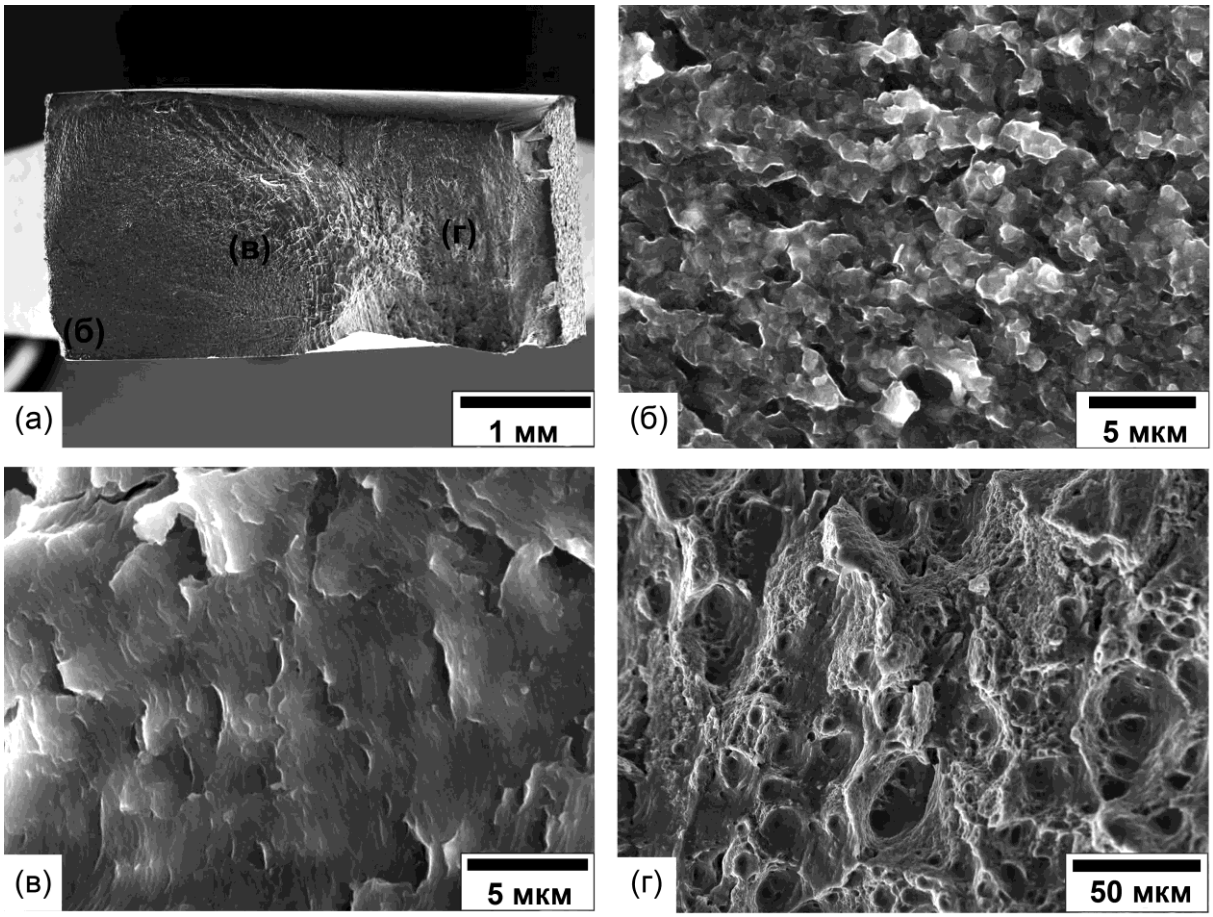


Рисунок 5.17 – Поверхность разрушения образца, вырезанного из зоны перемешивания сварного соединения Al-Mg-Sc-Zr сплава после усталостных испытаний при среднем напряжении цикла 200 МПа: (а) общий вид, (б-г) микрокартины характерных участков

Измельчение зеренной структуры в ЗП приводит к вязкому межкристаллитному распространению микротрещин на стадии I (рисунок 5.17б). Кроме того, небольшая плотность решеточных дислокаций сформированной структуры дополнительно препятствует образованию микротрещин в теле зерен путем уменьшения количества дислокаций в полосах скольжения [137,149]. Стадия устойчивого распространения разрушения характеризуется наличием близкорасположенных усталостных бороздок на поверхности образца (рисунок 5.17в). Стоит

отметить нечувствительность растущей трещины к границам зерен на данной стадии, что говорит о транскристаллитном механизме разрушения. Небольшое расстояние между бороздками указывает на малую скорость распространения трещины. Последнее может быть связано с наличием дисперсных частиц и низкой плотностью дислокаций, эффективно блокирующих рост трещин [152]. На стадии III излом образца сформирован ямками отрыва, на дне которых присутствуют частицы вторых фаз (рисунок 5.17г). Небольшое количество центров зарождения и роста микропор в мелкозернистой структуре привело к неоднородному распределению ямок по размеру.

Таким образом, высокое значение предела многоцикловой усталостной выносливости материала ЗП обеспечивается, в первую очередь, измельчением размера зерен в процессе СТП, и наличием частиц вторых фаз. Другим упрочняющим фактором является формирование структуры с низкой плотность решеточных дислокаций, что обеспечивается процессами рекристаллизации и отжига при сварке. Суммарное действие этих эффектов обеспечивает высокое сопротивление зарождению микротрещин и замедляет их распространение в мелкозернистом материале центра шва, тем самым повышая его усталостные параметры.

5.5 Выводы по главе

Сварные соединения листов Al-Mg-Sc-Zr сплава в исходном и горячекатаном состояниях получали методом сварки трением с перемешиванием. На основании исследований микроструктуры и механических свойств полученных соединений можно сделать следующие выводы:

1 Микроструктура зоны перемешивания, формирующаяся при сварке, не зависит от исходного состояния свариваемых заготовок. В обоих случаях в этой области шва формируется полностью рекристаллизованная структура со средним размером зерен порядка 1 мкм, долей большеугловых границ около 95% и плотностью дислокаций $2{,}5\times10^{13}$ м$^{-2}$.

2 Оценка распределения микротвердости в поперечном сечении сварного шва показала, что в случае исходного состояния сплава наблюдается повышение твердости в зоне перемешивания. В результате, коэффициент прочности сварных соединений крупнозернистого сплава во всем исследуемом интервале температур от -196°С до 20°С равен 100% и разрушение образцов происходит в зоне основного материала.

3 Коэффициент прочности сварных соединений горячекатаного сплава зависит от температуры. В интервале от -100°С до 20°С прочность соединений равна 95% и разрушение образцов происходит в зоне перемешивания. Такой эффект наблюдается из-за снижения прочности материала в центре шва вследствие устранения исходного упрочнения процессами

рекристаллизации, происходящими при сварке. При температуре ниже -100°С, коэффициент прочности сварных соединений увеличивается до 100%, а разрушение образцов происходит в зоне основного материала.

4 Образцы, вырезанные из зоны перемешивания, демонстрируют наилучшие значения ударной вязкости во всем интервале температур. Однако на кривой температурной зависимости ударной вязкости исходного сплава и материала центра шва наблюдается падение значения вязкости, связанное с изменением основного механизма разрушения.

6 Испытания на многоцикловую усталость показали, что значения пределов многоцикловой усталости, определенные на базе 10^7 циклов испытаний, сварных швов и соответствующих основных материалов примерно равны. Самой высокой усталостной прочностью ~ 185 МПа обладает материал центральной части шва, что обусловлено значительным измельчением структуры в процессе сварки.

7 Структура и механическое поведения зоны перемешивания при СТП и структуры сплава, сформированной РКУП, идентичны.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1 С понижением температуры испытаний при статическом нагружении механизм разрушения исходного сплава меняется от вязкого транскристаллитного к хрупкому межзеренному. Горячая деформация способствует сохранению вязкого механизма разрушения как основного во всем исследуемом интервале температур деформации, увеличению коэффициента деформационного упрочнения и повышению устойчивости пластического течения, благодаря чему удлинение до разрушения горячедеформированных состояний сплава увеличивается с понижением температуры и при -196°С в 2 раза превышает удлинение литого сплава.

2 В литом Al-Mg-Sc-Zr сплаве наблюдаемый провал в ударной вязкости с 40 Дж/см^2 до 6 Дж/см^2 с понижением температуры от 20°С до -196°С связан с сменой механизма разрушения от вязкого к хрупкому. В горячекатаном состоянии при аналогичном понижении температуры ударная вязкость незначительно уменьшается с 37 Дж/см^2 до 30 Дж/см^2, что обусловлено некоторым увеличением доли межзеренного разрушения. Уменьшение ударной вязкости сплава с ультрамелкозернистой структурой, полученной методом РКУП, с 87 Дж/см^2 до 24 Дж/см^2 связано с появлением стадии нестабильного распространения трещины при -196°С.

3 Предел многоцикловой усталостной выносливости составляет 150 МПа для литого Al-Mg-Sc-Zr сплава, 190 МПа для горячекатаного, 195 МПа для материала после РКУП и 185 МПа для зоны перемешивания сварных соединений сплава, полученных сваркой трением с перемешиванием. Схожая мелкозернистая структура, полученная как прессованием, так и сваркой трением, демонстрирует одинаковое механическое поведение и обеспечивает высокое значение усталостной прочности за счет высокого сопротивления образованию трещин.

4 При комнатной температуре Al-Mg-Sc-Zr сплав во всех состояниях проявляет эффект Портевена-Ле Шателье. В отличие от типичных Al-Mg сплавов, в исследуемом материале устойчивое распространение полос локализации деформации наблюдается даже при низких скоростях нагружения. Такое необычное поведение сплава связано с наличием частиц вторых фаз, являющимися препятствиями для движущихся дислокаций.

5 Показано, что сварка трением с перемешиванием листов сплава, полученных горячей прокаткой, позволяет получать высокопрочные конструкции для криогенных применений. Прочность сварного соединения в интервале температур -196…20°С составляет 100-90%

прочности основного материала. Несмотря на частичное разупрочнение в центре шва, формирование мелкозернистой структуры с низкой дислокационной плотностью в зоне перемешивания обеспечило близкие значения пределов усталостной прочности горячекатаных листов и их сварных соединений.

ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1 Zhemchuzhnikova, D. A. Mechanical properties and fracture behavior of an Al-Mg-Sc-Zr alloy at ambient and subzero temperatures / D. Zhemchuzhnikova, A. Mogucheva, R. Kaibyshev // Materials Science & Engineering A – 2013. – Vol. 565, – P. 132–141. (Издание из перечня ВАК)

2 Zhemchuzhnikova, D. Effect of rolling on mechanical properties and fatigue behavior of an Al-Mg-Sc-Zr alloy / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Materials Science Forum – 2014. – Vols. 794-796, – P. 331-336. (Издание из перечня ВАК)

3 Zhemchuzhnikova, D. Effect of Grain Size on Cryogenic Mechanical Properties of an Al-Mg-Sc Alloy / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Advanced Materials Research –2014. – Vol. 922, – P. 862-867. (Издание из перечня ВАК)

4 Zhemchuzhnikova, D. Effect of deformation structure on fatigue behavior of an Al-Mg-Sc alloy / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering – 2014. – Vol .63 (1), – 012164. (Издание из перечня ВАК)

5 Zhemchuzhnikova, D. Cryogenic properties of Al-Mg-Sc-Zr friction-stir welds / D. Zhemchuzhnikova, S. Malopheyev, S. Mironov, R. Kaibyshev // Materials Science & Engineering A – 2014. – Vol. 598C, – P. 387–395. (Издание из перечня ВАК)

6 Zhemchuzhnikova, D. Mechanical Behavior of an Al-Mg-Mn-Sc Alloy with an Ultrafine Grain Structure at Cryogenic Temperatures / D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev // Advanced Engineering Materials – 2015. – 2015. – Vol. 639, Issue 12, – P. 1804–1811. (Издание из перечня ВАК)

7 Zhemchuzhnikova, D. Unusual behavior of the Portevin-Le Chatelier effect in an AlMg alloy containing precipitates / D.A. Zhemchuzhnikova, M.A. Lebyodkin, T.A. Lebedkina, R.O.Kaibyshev // Materials Science & Engineering A – 2015. – Vol. 639, – P. 37–41. (Издание из перечня ВАК)

8 Жемчужникова, Д.А. Влияние размера зерен на механические свойства Al-Mg-Sc сплава при криогенных температурах / Д.А. Жемчужникова // III -я Всероссийская школа-конференция Современные проблемы металловедения: Сборник тезисов, 10-13 сентября 2013. – г. Пицунда, р. Абхазия – с.152-159.

9 Жемчужникова Д.А. Влияние сварки трением с перемешиванием на микроструктуру и механические свойства Al-Mg-Sc сплава / Д.А. Жемчужникова // Актуальные проблемы

прочности: сборник трудов 54-ой Международной конференции, 11–15 ноября 2013. – Екатеринбург – с. 79.

10 Жемчужникова Д.А. Механические свойства сплава 1575 после прокатки / Д.А. Жемчужникова, А.А. Могучева, Р.О. Кайбышев // Наноматериалы и нанотехнологии в металлургии и металловедении: Материалы международной конференции с элементами научной школы для молодежи, 13-15 октября 2011. – Белгород. – с. 77.

11 Жемчужникова Д.А. Влияние прокатки на механические свойства сплава 1575 / Д.А. Жемчужникова, А.А. Могучева, Р.О. Кайбышев // Материалы VII Международной конференции «Фазовые превращения и прочность кристаллов»: Сборник тезизов, 29 октября - 2 ноября 2012. – Черноголовка – с. 62.

12 Жемчужникова Д.А. Свойства Al-Mg-Sc сплава при комнатной и криогенной температурах: оценка влияния размера зерен / Д.А. Жемчужникова, Р.О. Кайбышев, И.Г. Бродова // Уральская школа-семинар металловедов-молодых ученых: сборник трудов, 7-11 декабря 2015. – Екатеринбург – с.167-170.

ПАТЕНТЫ:

Заявка на патент № 2015139340 от 16.09.2015. Способ получения сварных конструкций алюминиевого сплава с высокой вязкостью разрушения / Кайбышев Р.О., Жемчужникова Д.А, Малофеев С.С.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1 Polmear, I. Light alloys. From traditional alloys to nanocrystals / I. Polmear // Elsevier. – 2006. – 421 p.

2 Oiwa, N. Structure and welding technologies for SPB LNG aluminum tank / N. Oiwa, T. Iijima, A. Kida, S. Ohga // Journal of Light Metal Welding and Construction. – 2011. – V. 49. – № 1. – P. 2–6.

3 Kaufman, J. G. Aluminum Alloys in: Handbook of Materials Selection / M. Kutz (Ed.) // John Wiley & Sons, Inc. – New York, – 2002. – P. 89–135.

4 Park, W. S. Comparative study on mechanical behavior of low temperature application materials for ships and offshore structures: Part I – Experimental investigations / W. S. Park M. S. Chun, M. S. Hanc, M. H. Kima, J. M. Lee // Materials Science and Engineering A. – 2011. – V. 528. – № 18. – P. 5790–5803.

5 Филатов, Ю. А. Развитие представлений о легировании скандием сплавов Al-Mg / Ю. А. Филатов // Технология легких сплавов. – 2015. – № 2. – С. 19–22.

6 Aluminum scandium alloy : патент US3619181 A : МПК51 C 22 C 21/00 / Willey L. A.; заявитель и патентообладатель Aluminum Co Of America. – 771669 ; заявл. 29.10.1968 ; опубл. 09.11.1971. 8 с.

7 Дриц, М. Е. Структура и свойства сплавов Al – Sc и Al – Mg – Sc / М. Е. Дриц, Л. С. Торопова, Ю. Г. Быков, В. И. Елагин, Ю. А. Филатов // Металлургия и металловедение цветных сплавов. – М., Наука. – 1982. – С. 213–223.

8 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. 67–73.

9 Захаров, В. В. Влияние скандия на структуру и свойства алюминиевых сплавов / В.В. Захаров // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2003. – № 7. – С. 7–15.

10 Filatov, Yu. A. New Al–Mg–Sc alloys / Yu. A. Filatov, V. I. Yelagin, V. V. Zakharov // Materials Science and Engineering A. – 2000. – V. 280. – № 1. – P. 97–101.

11 Бондарев, Б. И. Перспективные технологии легких и специальных сплавов. К 100-летию со дня рождения академика Белова А.В. / Б. И. Бондарев, В. М. Чуйко, А. Н. Кузнецов, Ю. М. Сигалов, И. Н. Фридляндер; под общ. ред. И. С. Полькина. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2006. – 432 с.

12 Елагин, В. И. История, успехи и проблемы легирования алюминиевых сплавов переходными металлами / В. И. Елагин // Технология легких сплавов. – 2004. – № 3. – С. 6–29.

13 Jones, M. J. Interaction of recrystallization and precipitation: The effect of Al3Sc on the recrystallization behaviour of deformed aluminium / M.J. Jones F.J. Humphreys // Acta Materialia. – 2003. – V. 51. – № 8. – P. 2149–2159.

14 Елагин В. И., Захаров В. В., Павленко С. Г., Ростова Т. Д. Влияние добавки циркония на старение сплавов Al-Sc // Физика металлов и металловедение. 1985. Т. 60, вып. 1. С. 97-100.

15 Fuller, C. B. Temporal evolution of the nanostructure of Al(Sc,Zr) alloys: Part II-coarsening of Al3(Sc1−xZrx) precipitates / C. B. Fuller, D. N. Seidman // Acta Materialia. – 2005. – V. 53. – № 20. – P. 5415–5428.

16 Захаров, В. В. Перспективы применения алюминиевых сплавов со скандием в промышленности / В. В. Захаров, В. И. Елагин, Ю. А. Филатов, Т. Д. Ростова, Л. И. Панасюгина, И. А. Фисенко // Технология легких сплавов. – 2006. – № 4. –С. 20–27.

17 Yin, Z. Effect of minor Sc and Zr on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg based alloys / Z. Yin, Q. Pan, Y. Zhang, F. Jiang // Materials Science and Engineering A. – 2000. – V. 280. – № 1. – P. 151–155.

18 Sawtell, R. Mechanical properties and microstructures of Al-Mg-Sc alloys / R. Sawtell, Jensen C. // Metallurgical Transactions A. – 1990. – V. 21A. – P. 421–430.

19 Jones, R. H. Role of Mg in the Stress Corrosion Cracking of an Al-Mg Alloy / R. H. Jones, D. R. Baer, M. J. Danielson, J. S. Vetrano // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2001. – V. 32A. – P. 1699–1711.

20 Iwahashi, Y. The ductile–brittle size transition of iron aluminide ligaments in an FeAl/TiC composite / Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon // Acta Materialia. – 1997. V. 45. – № 13. – P. 4733–4741.

21 Iwahashi, Y. Factors influencing the equilibrium grain size in equal-channel angular pressing: Role of Mg additions to aluminum / Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T. G. Langdon // Metallurgical and Materials Transactions A. – 1998. – V. 29. – № 10. – P. 2503–2510.

22 Langdon, T. G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement / T. G. Langdon //Acta Materialia. – 2013. – V. 61. – № 19. – P. 7035–7059.

23 Sabirov, I. Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation : New horizons in development / I. Sabirov, M. Yu. Murashkin, R. Z. Valiev // Materials Science and Engineering A. – 2013. – V. 560. – P. 1–24.

24 Автократова, Е. В. Формировние ультрамелкозернистой структуры и механические свойства алюминиевых сплавов системы Al–Mg–Sc : автореф. дис. канд. технич. наук : 05.02.01, / Автократова Елена Владимировна. – Уфа, 2008. – 21 с.

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

26 Valiev, R. Z. Enhanced Ductility in Ultrafine-Grained Al Alloys Produced by SPD Techniques / R. Z. Valiev, M. Yu. Murashkin, B. B. Straumal // Materials Science Forum. – 2010. – V. 633–634. – P. 321–332.

27 Степанов, Г.А. Свойства цветных металлов, применяемых в криогенной технике / Г.А. Степанов, А.М. Фаткина, О.А. Толкачева. – М.: Изд-во стандартов,1981. – 44 с.

28 Солнцев, Ю.П. Материалы для низких и криогенных температур: Энуиклопедический справочник/ Ю.П. Солнцев, Б.С. Ермаков, О.И. Слепцов. – СПб: ХИМИЗДАТ, 2008. – 768 с.

29 Park, J. H. Comparison of Compressive Deformation of Ultrafine-Grained 5083 Al Alloy at 77 and 298 K. J. H. Park, Y. S. Lee, W. J. Nam, K.-T. Park // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2005. – V. 36A. – P. 1365–1368.

30 Park, D.-Y. Plastic deformation of Al and AA5754 between 4.2K and 295K / D.-Y. Park, M. Niewczas // Materials Science and Engineering A. – 2008. – V. 491. –№ 1–2. – P. 88–102.

31 Jobba, M. Flow stress and work-hardening behaviour of Al–Mg binary alloys / M. Jobba, R.K. Mishra , M. Niewczas // International Journal of Plasticity. – 2015. – V. 65 – P. 43–60.

32 Zhao, W. T. Tensile property of Al-Mg-Sc-Zr alloy at cryogenic temperature / W. T. Zhao, D. S. Yan, X. Y. Li, L. J. Rong, Y. Y. Li // AIP Conference Proceedings. – 2006. – V. 824. – P. 169–175.

33 Филатов, Ю. А. Новый термически неупрочняемый свариваемый криогенный сплав 1545К системы Al-Mg-Sc / Ю. А. Филатов, Н. Г. Байдин, Р. И. Доброжинская, Е. А. Хамнагдаева, Б. В. Овсянников // Технология легких сплавов. – 2014. – №1. – С. 32–36.

34 Yu, C. Y. Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum / C. Y. Yu, P. W. Kao, C. P. Chang //Acta Materialia. – 2005. – V. 53. – P. 4019–4028.

35 Yilmaz, A. The Portevin–Le Chatelier effect: a review of experimental finding / A. Yilmaz // Science and Technology of Advanced Materials. – 2011. – V. 12. – 063001.

36 Portevin, A. On a phenomenon observed in the tensile testing of alloys during processing / A. Portevin, F. Le Chatelier // Comptes Rendus de l'Academie des Sciences. – 1923. – V. 176. – P. 507–510.

37 Portevin, A. Heat treatment of aluminum-copper alloys. A. Portevin, F. Le Chatelier / Transactions of ASST. – 1924. – V. 5. – P. 457-478.

38 Aboulfadl, H. Dynamic strain aging studied at the atomic scale / H. Aboulfadl, J. Deges, P. Choi, D. Raabe // Acta Materialia. – 2015. – V. 86. – P. 34–42.

39 Scavino, G. Portevin–Le Chatelier Effects in a High-Mn Austenitic Steel / G. Scavino, C. Di Salvo, P. Matteis, R. Sesana, D. Firrao // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2013. – V. 44. – № 2. – P. 787–792.

40 Komnik, S. N. Study of the Instability of Plastic Flow in Cu+14at.%Al Single Crystals at Low Temperatures / S. N. Komnik, V. V. Demirski // Crystal Research and Technology. – 1984. – V. 19. – P. 863–872.

41 Halim, H. The Portvein-Le. Chatelier (PLC) effect and shear band formation in an AA5754 alloy / H. Halim, D. S. Wilkinson, M. Niewczas // Acta Materialia. – 2007. – V. 55. – P. 4151–4160.

42 Kang, J. On the sequence of inhomogeneous deformation processes occurring during tensile deformation of strip cast AA5754 / J. Kang, D. S. Wilkinson, M. Jain, J. D. Embury, A. J. Beaudoin, S. Kim., R. Mishira, A. K. Sachdev // Acta Materialia. – 2006. – V. 54. – P. 209–218.

43 Hahner, P. On the critical conditions of the PLC effect / P. Hahner // Acta Materialia. – 1997. – V. 45. – № 9. – P. 3695–3707.

44 Nikulin, I. Deformation behavior and the Portevin-Le Chatelier effect in a modified 18Cr–8Ni stainless steel / I. Nikulin, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A. – 2011. – V. 528. – P. 1340–1347.

45 Robinson, J. M. Microstructural and mechanical influences on dynamic strain aging phenomena / J. M. Robinson, M. P. Shaw. International Materials Reviews. – 1994. – V. 39. – P. 113–122.

46 McCormick, P. G. Numerical modeling of the Portevin-Le Chatelier effect / P. G. McCormick, C. P. Ling // Acta Metallurgica et Materialia. – 1995. – V. 43. – № 5. – P. 1969–1977.

47 Bougherira Y., Etude des phénomènes d'auto-organisation des ensembles de dislocations dans un alliage au vieillissement dynamique: PhD thesis, University of Metz, 2010. – 111 c.

48 Chihab, K. The Kinetics of the Portevin-Le Chatelier Effect in an Al-5at%Mg Alloy / K. Chihab, Y. Estrin, L. P. Kubin, J. Vergnol // Scripta metallurgica. – 1987. – V. 21. – P. 203–208.

49 Ait-Amokhtar, H. Crossover from continuous to discontinuous propagation in the Portevin–Le Chatelier effect / H. Ait-Amokhtar, C. Fressengeas // Acta Materialia. – 2010. – V. 58. – P. 1342–1349.

50 Kubin, L. P. Evolution of dislocation densities and the critical conditions for the Portevin-Le Chatelier effect / L. P. Kubin, Y. Estrin // Acta Metallurgica et Materialia. – 1990. – V. 38. – № . 5 – P. 697–708.

51 Estrin, Y. Modelling The Transient Flow Behaviour of Dynamic Strain Ageing Materials / Y. Estrin, P. G. Mccormick // Acta Metallurgica et Materialia. – 1991. – V. 39. – №. 12. – P. 2977–2983.

52 Dierke, M. H. Investigations on the Portevin–Le Chatelier critical strain in an aluminum alloy / M. H. Dierke // Computational Materials Science. –2012. – V. 52. – P. 68–72.

53 Aboulfadl, H. Dynamic strain aging studied at the atomic scale / H. Aboulfadl, J. Deges, P. Choi, D. Raabe // Acta Materialia. – 2015. – V. 86. – P. 34–42.

54 Neuhauser, H. Plastic instabilities and the deformation of metals. In: D. Walgref, N. M. Ghoniem, editors. Patterns, defects and material instabilities // Dordrecht: Kluwer Academic Publ, – 1990. – p. 241.

55 Estrin Y., Kubin L. P. Spatial coupling and propagative plastic instabilities. In: Muhlhaus HB, editors. Continuum models for materials with microstructure // New York: Wiley, – 1995. – p. 395–450.

56 Picu, R. C. A mechanism for the negative strain-rate sensitivity of dilute solid solutions / R. C. Picu // Acta Materialia. – 2004. – V. 52. – P. 3447–3458.

57 Estrin, Y. Collective Dislocation Behaviour in Dilute Alloys and the Portevin–Le Chatelier Effect / Y. Estrin, L. P. Kubin / Journal of Mechanical Behavior of Materials. – 1989. – V. 2. –№ 3–4. – P. 255–292.

58 Mulford, R. A. New observation on the mechanism of dynamic strain aging and of jerky flow / R. A. Mulford, U. F. Kocks // Acta Metallurgica. – 1978. – V. 27. – P. 1236–1134.

59 Лебедкин, М. А. Самоорганизация и коллективные эффекты при неустойчивой пластической деформации кристаллов: дис. д-ра. физ.-мат. наук: 01.04.07/ Лебедкин Михаил Александрович. – Черноголовка, 2002. – 248 с.

60 Трусов, П. В. Прерывистая текучесть: физические механизмы, экспериментальные данные,макрофеноменологические модели / П. В. Трусов, Е. А. Чечулина // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Механика. – 2014. – № 3. – С. 185–231.

61 Cunningham S. Effect of substitutional elements on dynamic strain aging in steel: PhD thesis/ Sandra Cunningham. – Montreal, 1999. – 100 с.

62 Balik1, J. Inverse Critical Strains For Jerky Flow In Al-Mg Alloys / J. Balik1, P. Lukac, L. P. Kubin // Scripta Materialia. – 2000. – V. 42. – P. 465–471.

63 Bharathi, M. S. The hidden order behind jerky flow / M. S. Bharathi, M. Lebyodkin, G. Ananthakrishna, C. Fressengeas, L.P. Kubin // Acta Materialia. – 2002. – V. 50. – P. 2813–2824.

64 Chihab, K. Serrated yielding due to Portevin-Le Chatelier effect in commercial Al-Mg alloys / K. Chihab, H. H. Ait-Amokhtar, K. Bouabdellan // Annales de Chimie Science Materiaux. – 2002. – V. 27. – № 1. – P. 69–75.

65 Головин, Ю.И. Область существования эффекта ПЛШ в условиях непрерывного индентирования сплава Al-2.7%Mg при комнатной температуре / Ю.И. Головин, В.И. Иволгин, Лебедкин М.А., Сергунин Д.А. // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46. – № 9. – С. 1618–1620.

66 Ait-Amokhtar, H. Spatiotemporal aspects of jerky flow in Al–Mg alloys, in relation with the Mg content / H. Ait-Amokhtar, S. Boudrahem, C. Fressengeas // Scripta Materialia. – 2006. – V. 54. – P. 2113–2118.

67 Tian, B. Ageing effect on serrated flow in Al–Mg alloys / B. Tian // Materials Science and Engineering A. – 2003. – V. 349. № 1–2. – P. 272–278.

68 Wen, W. The effect of Mg precipitation on the mechanical properties of 5xxx aluminum alloys / W. Wen, Y, Zhao, J. G. Morris // Materials Science and Engineering A. – 2005. – V. 392. – P. 136–144.

69 Huskins, E. L. Strengthening mechanisms in an Al-Mg alloy / E. L. Huskins, B. Cao, K. T. Ramesh // Materials Science and Engineering A. – 2010. – V. 527. – № 6. – P. 1292–1298.

70 Kang, J. On the sequence of inhomogeneous deformation processes occurring during tensile deformation of strip cast AA5754 / J. Kang, D. S. Wilkinson, M. Jain, J. D. Embury, A. J. Beaudoin, S. Kim, R. Mishira, A. K. Sachdev // Acta Materialia. – 2006. – V. 54. – P. 209–218.

71 Stoudt, M. R. Formation of mesoscale roughening in 6022- T4 Al sheets deformed in plane-strain tension / M. R. Stoudt, J. B. Hubbard, M. A. Iadicola, S. W. Banovic // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2009. V. 40. – P. 1611–1622.

72 Lebedkina, T. A. Effect of equal channel angular pressing on the Portevin-Le Chatelier effect in an Al3Mg Alloy / T. A. Lebedkina, M. A. Lebyodkin, T. T. Lamark, M. Janeček, Y. Estrin // Materials Science Engineering A. – 2014. – V. 615. – P. 7–13.

73 Malopheyev, S. Strengthening mechanisms in a Zr-modified 5083 alloy deformed to high strains / S. Malopheyev, R. Kaibyshev // Materials Science and Engineering A. – 2014. – V. 620. – P. 246–252.

74 Kapoor, R. Deformation behavior of Al-1.5Mg processed using the equal channel angular pressing technique / R. Kapoor, C. Gupta, G. Sharma, J. K. Chakravartty // Scripta Materialia. – 2005. – V. 53. – P. 1389–1393.

75 McCormick, P. G. The inverse Portevin-Le Chatelier effect in an Al–Mg–Si alloy/ P. G. McCormick // Scripta Metallurgica. – 1972. – V. 6. – № 2. – P. 165–169.

76 Brechet, Y. On the influence of precipitation on the Portevin-Le Chatelier effect / Y. Brechet, Y. Estrin // Acta Metallurgica et Materialia. – 1995. – V. 43. – P. 955–963.

77 Ziania, L. Unstable plastic flow in the Al–2%Mg alloy, effect of annealing process / L. Ziania, S. Boudrahema, H. Ait-Amokhtara, M. Mehennia, B. Kedjarb // Materials Science and Engineering A. – 2012. – V. 536. – P. 239–243.

78 Zhao, Sh. Influence of severe plastic deformation on dynamic strain aging of ultrafine grained Al-Mg alloys / Sh. Zhao, Ch. Meng, F. Mao, W. Hu, G. Gottstein // Acta Materialia. – 2014. – V. 76. – P. 54–67.

79 Mishra, R. S. Friction Stir Welding and Processing / R. S. Mishra, Z.Y. Ma // Materials Science and Engineering R. – 2005. – V. 50. – P. 1–78.

80 Sauvage, X. Precipitate stability and recrystallisation in the weld nuggets of friction stir welded Al–Mg–Si and Al–Mg–Sc alloys / X. Sauvage A. Dede, A. Cabello Munoz, B. Huneau // Materials Science and Engineering A. – 2008. – V. 491. – P. 364–371.

81 Kumar, N. Thermal stability of friction stir processed ultrafine grained Al–Mg–Sc alloy / N. Kumar, R. S. Mishra // Materials Characterizations. – 2012. – V. 74. – P. 1–10.

82 Liu, F. C. Achieving exceptionally high superplasticity at high strain rates in a micrograined Al–Mg–Sc alloy produced by friction stir processing / F. C. Liu, Z. Y. Ma // Scripta Materialia. – 2008. – V. 59. – P. 882–885.

83 Liu, F. C. Low-temperature superplasticity of Al–Mg–Sc alloy produced by friction stir processing / F. C. Liu, Z. Y. Ma, L. Q. Chen // Scripta Materialia. – 2009. – V. 60. – P. 968–971.

84 Предко, П. Ю. Влияние сварки трением с перемешиванием на структуру и свойства листосварных конструкций из термически неупрочняемых сплавов системы Al-Mg-Sc / П. Ю. Предко, Е. В. Автократова, М. В. Маркушев, В. Ю. Конкевич, Ю. А Филатов // Технология легких сплавов. – 2013. – № 2. – С. 76–83.

85 Dursun, T. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys / T. Dursun, C. Soutis / Materials and Design. – 2014. – V. 56. – P. 862–871.

86 Zhang, Y. N. Review of tools for friction stir welding and processing / Y. N. Zhang, X. Cao, S. Larose, P. Wanjara // Canadian Metallurgical Quarterly. – 2012. – V. 51. – № 3. – P. 250–261.

87 Malopheyev, S. Friction-stir welding of an Al–Mg–Sc–Zr alloy in as-fabricated and work-hardened conditions / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, S. Mironov, D. Zhemchuzhnikova, R. Kaibyshev //Materials Science and Engineering A. – 2014. – V. 600. – P. 159–170.

88 Zhao J. Comparative investigation of tungsten inert gas and friction stir welding characteristics of Al–Mg–Sc alloy plates / J. Zhao, F. Jiang , H. Jian, K. Wen, L. Jiang, X. Chen // Materials and Design. – 2010. – V. 31. – P. 306–311.

89 Yang, D. Microstructural and mechanical property characterization of Er modified Al–Mg–Mn alloy Tungsten Inert Gas welds / D. Yang, X. Li, D. He, Z. Nie, H. Huang // Materials and Design. – 2012. – V. 34. – P. 655–659.

90 Осокин Е. П. Свариваемость, экономнолегированного скандием алюминиевого сплава 1575-1 и свойства сварных соединений / Е. П. Осокин, В. И. Павлова, С. А. Зыков // Вопросы Материаловедения. – 2011. – № 2(66). – С. 123–131.

91 Филатов, Ю. А. Алюминиевые сплавы системы Al-Mg-Sc для сварных и паяных конструкций / Ю. А. Филатов // Технология легких сплавов. – 2013. – №3. – С. 36–42.

92 Gabello Munoz, A. Comparison of TIG welded and friction stir welded Al-4.5Mg-0.2Ss alloy / A. Gabello Munoz, G. Ruckert, B. Huneau, X. Sauvage, S. Marya //Journal of materials processing technology. – 2008. – V. 197. – P. 337–343.

93 Peng, Y. Microstructure and Properties of Friction Stir Welded Joints of Al-Mg-Sc Alloy Plates / Y. Peng, Z. Yin, X. Lei, Q. Pan, Z. He // Rare Metal Materials and Engineering. – 2011. – V. 40. – № 2. – P. 201–205.

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

95 Пластическая обработка металлов простым сдвигом / В.М. Сегал [и др.]// Изв. СССР, Металлы. – 1981. - № 1. – с.1150123.

96 Friction stir butt welding : Patent No US5460317 A : МПК51: B 23 K 20/12 / W.M. Thomas, E.D. Nicholas, J.C. Needham et al. ; заявитель и патентообладатель The Welding Institute, Cambridge, United Kingdom. – № 244612; заявл. 27.11.1992 ; опубл. 24.10.1995. – 19 с.

97 Салтыков, С. А. Стереометрическая металлография / С. А. Салтыков – М.: Металлургия, 1970. – 376 с.

98 Lebedkina, T.A. On the mechanism of unstable plastic flow in an austenitic FeMnC TWIP steel / T. A. Lebedkina, M. A. Lebyodkin, J.-Ph. Chateau, A. Jacques, S. Allain // Materials Science and Engineering A. – 2009. – V. 519. – P. 147–154.

99 Norman, A. F. The solidification behaviour of dilute aluminium-scandium alloys / A. F. Norman, P. B. Prangnell, R. S. McEwen // Acta Materialia. – 1998. – V. 46. – № 16. – P. 5715-5732. Vinogradov

100 Nikulin, I. Effect of second phase particles on grain refinement during equal-channel angular pressing of an Al-Mg-Mn alloy / I. Nikulin, A. Kipelova, S. Malopheyev, R. Kaibyshev // Acta Materialia. – 2012. – V. 60. – № 2. – P. 487–497.

101 Мазурина, И. А. Эволюция микроструктуры в процессе РКУП Al-Mg-Sc-Zrсплава / И. А. Мазурина, О. Ш. Ситдиков, Р. О. Кайбышев // Физика металлов и металловедение. – 2002. – Т. 94. –№ 4. – С. 1–9.

102 Zhu, H. L. Effect of Sc and Zn Additions on Microstructure and Hot Formability of Al-Mg Sheet Alloys / H. L. Zhu, A. K. Dahle, A. K. Ghosh // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2009. – V. 40A. – № 3. – P. 598–608.

103 Kendig, K. L. Strengthening mechanisms of an Al-Mg-Sc-Zr alloy / K. L. Kendig, D. B. Miracle // Acta Materialia. – 2002. – V. 50. – № 16. – P. 4165–4175

104 Starink, M. J. The kinetics of isothermal ß’ precipitation in Al-Mg alloys / M. J. Starink, A.-M. Zahra // Journal of Materials Science. – 1999. – V. 34. – № 5. – P. 1117–1127.

105 Lin, S. Annealing behavior of a modified 5083 aluminum alloy / S. Lin, Z. Nie, H. Huang, B. Li. // Materials and Design. – 2010. – V. 31. – № 3. – P. 1607–1612

106 Елагин В.И. Алюминиевые сплавы, легированные скандием / В.И. Елагин, В.В. Захаров, Т.Д. Ростова // Металловедение и термическая обработка металлов. – 1992. – № 1. – С. 24–28.

107 Vinogradov, A. Fatigue life of fine-grain Al/Mg/Sc alloys produced by equal-channel angular pressing / A. Vinogradov, A. Washikita, K. Kitagawa, V.I. Kopylov // Materials Science and Engineering A. – 2003. – V. 349. – № 1-2. – P. 318-326

108 Hurley, P. J. The application of EBSD to the study of substructural development in a cold rolled single-phase aluminium alloy / P. J. Hurley, F. J. Humphreys // Acta Materialia. – 2003. – V. 51. – № 4. – P. 1087–1102.

109 Jazaeri, H. The transition from discontinuous to continuous recrystallization in some aluminium alloys: I – the deformed state / H. Jazaeri, F. J. Humphreys // Acta Materialia. – 2004. – V. 52. – № 11. – P. 3239–3250.

110 Rosen, G. I. Microstructure and local crystallography of cold rolled aluminium / G. I. Rosen, D. J. Jensen, D. A. Hughes, N. Hansen // Acta Metallurgica et Materialia. – 1995. – V. 43. – № 7. – P. 2563–2579.

111 Liu, Q. Microstructure and strength of commercial purity aluminium (AA 1200) cold-rolled to large strains / Q. Liu, X. Huang, D. J. Lloyd, N. Hansen // Acta Materialia. – 2002. – V. 50. – № 15. – P. 3789–3802.

112 Humphris, F.J/ Developing stable fone-grained microstructure by large deformation/ F.J. Humphris, P.B. Pragnell, J.R. Bowen [et. al.]// The Royal Society. – 1999. – V.357. – P.1663-1681.

113 Liu, Q. Effect of grain orientation on deformation structure in cold-rolled polycrystalline aluminium/ Q. Liu, D. J. Jensen, N. Hansen // Acta Materialia. – 1998. – V. 46. – № 16. – P. 5819 – 5838.

114 Apps, P.J. The effect of dispersoids on the grain refinement mechanisms during deformation of aluminium alloys to ultra-high strains / P.J. Apps, M. Berta, P.B. Prangnell// Acta Materialia. – 2005. – V. 53. – P. 499 – 511.

115 Sitdikov, O. Ultrafine-grain structure formation in an Al-Mg-Sc-Zr alloy during warm ECAP / O. Sitdikov, E. Avtokratova, T. Sakai, K. Tsuzaki // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2013. –V. 44A. – № 2.– P. 1087–1100.

116 Jiang, H. Three types of Portevin–Le Chatelier effects: Experiment and modeling/ H. Jiang, Q. Zhang, X. Chen, Z. Chen , Z. Jiang,X. Wu , J. Fan// Acta Materialia. – 2007. – V. 55. – P. 2219 – 2228.

117 Hähner, P. On the kinematics of Portevin–Le Chatelier bands: theoretical and numerical modeling / P. Hähner, E. Rizzi // Acta Materialia. – 2003. –V. 51. – № 12. – P. 3385–3397.

118 Schwab, R. On the nature of the yield point phenomenon / R. Schwab, V. Ruff // Acta Materialia. – 2013. – V. 61. – № 5. – P. 1798–1808.

119 Yu, C. Y. Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum / C. Y. Yu, P. W. Kao, C. P. Chang // Acta Materialia. – 2005. – V. 53. – № 15. – P. 4019–4029.

120 Robinson, J.M. Serrated flow in aluminium base alloy/ J.M. Robinson// International Materials Reviews. – 1994. – V. 39. – № 6. – P. 217–227.

121 Estrin, Y. Collective Dislocation Behaviour in Dilute Alloys and the Portevin–Le Chatelier Effect / Y. Estrin, L. P. Kubin / Journal of Mechanical Behavior of Materials. – 1989. – V. 2. –№ 3–4. – P. 255–292

122 Kashyap, T. Casting and heat treatment variables of Al–7Si–Mg alloy / T. Kashyap, S. Murali, K.S. Raman, K.S.S. Murthy // Materials Science and Technology. – 1993. – V. 9. – № 3. – P. 189–204

123 Harrell, T. J. Microstructure and Strengthening Mechanisms in an Ultrafine Grained Al-Mg-Sc Alloy Produced by Powder Metallurgy / T. J. Harrell, T. D. Topping, H. Wen, T. Hu, J. M. Schoenung, E. J. Lavernia // Metallurgical and Materials Transactions. – 2014. – V. 45. – № 13. – P. 6329–6343.

124 Estrin, Y. Fatigue behavior of light alloys with ultrafine grain structure produced by severe plastic deformation: An overview / Y. Estrin, A. Vinogradov // International Journal of Fatigue. – 2010. – V. 32. – P. 898–907.

125 Cavaliere, P. Fatigue properties and crack behavior of ultra-fine and nanocrystalline pure metals / P. Cavaliere // International Journal of Fatigue. – 2009. – V. 31. – № 10. – P. 1476–1489.

126 Ait-Amokhtar, H. Kinematics fields and spatial activity of Portevin–Le Chatelier bands using the digital image correlation method / H. Ait-Amokhtar P. Vacher, S. Boudrahem // Acta Materialia. – 2006. – V. 54. – № 16. – P. 4365–4371.

127 Klose, F. B. Investigation of the Portevin-LeChâtelier effect in Al-3wt.%Mg alloys by strain-rate and stress-rate controlled tensile tests / F. B. Klose, F. Hagemann, P. Hähner, H. Neuhäuser // Materials Science and Engineering A. – 2004. – V. 387 – 389. – P. 93–97.

128 Kok, S. Spatial coupling in jerky flow using polycrystal plasticity / S. Kok, M. S. Bharathi, A. J. Beaudoin, C. Fressengeas, G. Ananthakrishna, L.P. Kubin, M. Lebyodkin // Acta Materialia. – 2003. – V. 51. – № 13. – P. 3651–3662.

129 Rizzi, E. On the Portevin–Le Chatelier effect: theoretical modeling and numerical results / E. Rizzi, P. Hähner // International Journal of Plasticity. – 2004. – V. 20. – № 1. – P. 121–165.

130 Kumar, J. Multiscale Modeling Approach to Acoustic Emission during Plastic Deformation / J. Kumar, G. Ananthakrishna // Physical Review Letters. – 2011. – V. 106. – 106001.

131 Louche, H. Thermal observations associated with the Portevin–Le Châtelier effect in an Al–Mg alloy / H. Louche, P. Vacher, R. Arrieux // Materials Science and Engineering A. – 2005. – V. 404. – № 1–2. – P. 188–196.

132 Zhang, Q. On the propagation and pulsation of Portevin-Le Chatelier deformation bands: An experimental study with digital speckle pattern metrology / Q. Zhang, Z. Jiang, H. Jiang, Z. Chen, X. Wu // International Journal of Plasticity. – 2005. – V. 21. – № 11. – P. 2150–2173.

133 McCormick, P. G. The inverse Portevin-Le Chatelier effect in an Al–Mg–Si alloy / P. G. McCormick // Scripta Metallurgica. – 1972. – V. 6. – P. 165–170.

134 Kumar, S. Inverse behaviour of the onset strain of serrated flow / S. Kumar // Scripta Metallurgica et Materialia. – 1995. – V. 33. – № 1. – P. 81–86.

135 Mazière, M. Investigations on the Portevin Le Chatelier critical strain in an aluminum alloy / M. Mazière, H. Dierke // Computational Materials Science. – 2012. – V. 52. – P. 68–72.

136 Fazeli, F. Modeling the effect of Al3Sc precipitates on the yield stress and work hardening of an Al–Mg–Sc alloy / F. Fazeli, W.J. Poole, C.W. Sinclair // Acta Materialia. – 2008. – V. 56. – P. 1909–1918.

137 ASM Metals Handbook Volume 12: Fractography / ASM International – Materials Information Society. – USA, 1987 – 857 p.

138 Peel., M. Microstructure, mechanical properties and residual stresses as a function of welding speed in aluminium AA5083 friction stir welds/ M. Peel , A. Steuwer, M. Preuss, P.J. Withers// Acta Materialia. – 2003. – V. 51. – P. 4791–4801.

139 Liu, F. C. High Strain Rate Superplasticity in a Micro-grained Al–Mg–Sc Alloy with Predominant High Angle Grain Boundaries / F. C. Liu, Z. Y. Ma, F. C. Zhang // Journal of Materials Science and Technology. – 2012. – V. 28. – № 11. – P. 1025–1030.

140 Liu, F. C. Microstructural evolution in recrystallized and unrecrystallized Al–Mg–Sc alloys during superplastic deformation / F. C. Liu, P. Xue, Z. Y. Ma // Materials Science and Engineering A. – 2012. – V. 547. – P. 55–63.

141 Kumar, N. Critical grain size for change in deformation behavior in ultrafine grained Al–Mg–Sc alloy / N. Kumar, R. S. Mishra, C. S. Huskamp, K. K. Sankaran // Scripta Materialia. – 2011. – V. 64 – № 6. – P. 576–579.

142 Kumar, N. Microstructure and mechanical behavior of friction stir processed ultrafine grained Al–Mg–Sc alloy / N. Kumar, R. S. Mishra, C. S. Huskamp, K. K. Sankaran // Materials Science and Engineering A. – 2011. – V. 528. – № 18.– P. 5883-5887.

143 Liu, F. C. Superplasticity governed by effective grain size and its distribution in fine-grained aluminum alloys / F.C. Liu, Z.Y. Ma // Material Science and Engineering A. – 2011. – V. 530. – P. 548–558.

144 Liu, F. C. Low-temperature superplasticity of Al–Mg–Sc alloy produced by friction stir processing / F.C. Liu, Z.Y. Ma, L.Q. Chen // Scripta Materialia. – 2009. – V. 60. – № 11. – P. 968–971.

145 Su, J.-Q. Grain refinement of aluminum alloys be friction stir processing / J.-Q. Su, T.W. Nelson, C.J. Sretling// Philosophical Magazine – 2006. – V. 86. – № 1. – P. 1-24.

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

147 Morris, J. G. Lüders bands in Al-Mg alloys / J.G. Morris // Materials Science and Engineering. – 1970. – V. 5. – № 5. – P. 299–302.

148 Lloyd, D. J. Inhomogeneous yielding and work hardening of a fine grained Al–Mg alloy / D.J. Lloyd, H. Jin // Materials Science and Engineering A. – 2013. – V. 585. – P. 455–459.

149 Rabinovich, E. Kh. Influence of finegrained structure and superplastic deformation on the strength of aluminium alloys. Part II The physical nature of the influence of fine-grained structure on the strength of aluminium alloys / E. Kh. Rabinovich, M. V. Markushev // Journal of Materials Science. – 1996. – V. 31. – № 18. – P. 4997–5001.

150 Kimura, Y. Inverse Temperature Dependence of Toughness in an Ultrafine Grain-Structure Steel / Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin, K. Tsuzaki // Science. – 2008. – V. 320. – № 5879. – P. 1057–1060.

151 ASM Handbook, Fracture and Fatigue, vol. 19, ASM International – Materials Information Society, USA, 1996, p. 2592.

152 Li, M. Fatigue crack growth behavior of Al–Mg–Sc alloy / M. Li, Q. Pan, Y. Wang, Y. Shi // Materials Science and Engineering A. – 2014. – V. 598. – P. 350–354