

## ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ НА МОРФОЛОГИЮ ЧАСТИЦ $\Omega$ -ФАЗЫ В СПЛАВЕ Al-Cu-Mg-Ag ПОСЛЕ СТАРЕНИЯ

М. Р. ГАЗИЗОВ

ФГАОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»,  
г. Белгород

**Аннотация.** Исследовали влияние термомеханической обработки (ТМО), включающей закалку, промежуточную деформацию и искусственное старение на морфологию пластин  $\Omega$ -фазы в сплаве Al-Cu-Mg-Ag. Для промежуточной деформации при температуре последующего искусственного старения (190 °С) были использованы следующие методики: равноканальное угловое (РКУ) прессование и изотермическая прокатка (ИП). Показано, что режимы ТМО, включающие монотонную продолжительную деформацию при температуре старения, приводят к неизбежному уменьшению эффекта дисперсионного упрочнения.

**Ключевые слова:** алюминиевый сплав, пластическая деформация, выделение частиц, просвечивающая электронная микроскопия.

В настоящее время повышение механических свойств термоупрочняемых алюминиевых сплавов привело к разработке режимов ТМО, комбинирующих деформацию и последующее искусственное старение [1–4]. Промежуточная деформация приводит к формированию развитой дислокационной структуры в закаленном сплаве и влияет на процесс выделения упрочняющих частиц различных фаз при старении [3, 4]. Совмещение эффектов деформационного и термического упрочнения в большинстве случаев оказывает положительное влияние на механические свойства алюминиевых сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag [4], однако этот вопрос до сих пор остается малоизученным. Подбор условий деформации (температура, степень) является основной задачей при разработке режимов ТМО, обеспечивающих повышение механических свойств данных сплавов.

После термомеханической обработки на максимальную прочность сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag происходит формирование метастабильной  $\Omega$ -фазы, которая является новой модификацией равновесной  $\theta$ -фазы ( $Al_2Cu$ ), наблюдаемой в Al-Cu сплавах. Состав и структура фаз близки, но частицы  $\Omega$ -фазы имеют специфическую конфигурацию в виде тонких полукоррентных гексагональных пластин, равномерно распределенных в матрице по плоскостям  $\{111\}_\alpha$ . На межфазной плоской поверхности  $(111)_\alpha // (001)_\Omega$  существуют сегрегации из атомов магния и серебра, которые обуславливают высокую термическую ста-

бильность пластин  $\Omega$ -фазы во время статического отжига при температурах  $T < 300$  °С [5–8]. Однако авторами [8] было показано, что большие пластические деформации при повышенных температурах приводят к быстрому огрублению пластин  $\Omega$ -фазы. Данный эффект также может наблюдаться и при более низких температурах, что может привести к ухудшению механических свойств сплавов системы Al-Cu-Mg-Ag после режима ТМО, включающего промежуточную деформацию при температуре последующего старения.

Целью данной работы является исследование влияния режима деформации (РКУ прессование, ИП) при 190 °С на морфологию пластин  $\Omega$ -фазы в сплаве Al-Cu-Mg-Ag после искусственного старения.

### Материал и методика исследований

В качестве материала для исследований использовали алюминиевый сплав Al-5,6Cu-0,72Mg-0,5Ag-0,1Ge-0,17Sc-0,12Zr (в масс. %). Данный сплав был получен методом полунепрерывного литья с высокой скоростью кристаллизации. Слитки размером 040 × 120 мм гомогенизировали по двухступенчатому режиму. Первая ступень включала в себя выдержку при 360 °С в течение 6 часов, вторая ступень – последующий нагрев со скоростью 2 мин до 510 °С, выдержку в течение 24 часов и охлаждение с печью до комнатной температуры. Далее гомогенизированные образцы осаживали по образующей на 0,5 диаметра цилиндра исходного слит-

ка при  $\sim 400$  °С. Из центральной части полученных заготовок вырезали прутки размером  $20 \times 20 \times 100$  мм. С целью фиксации пересыщенного твердого раствора образцы подвергали закалке в воду после отжига при температуре  $520$  °С в течение 2 часов. Далее одну часть образцов прокатали в изотермических условиях с суммарной степенью деформации 80% ( $\epsilon \sim 1,6$ ). Причем степень деформации образца за один цикл составила  $\epsilon \sim 0,15$ ; общее время прокатки  $\sim 20$  минут. Другую часть образцов деформировали методом РКУ прессования при температуре  $190$  °С. Для РКУ прессования использовали матрицу с сечением каналов  $20 \times 20$  мм (рис. 1). Каналы имели

L-образную конфигурацию, с углом пересечения  $90^\circ$  и внешним углом скругления  $\sim 1$  мм. Степень деформации образцов составила  $\sim 1$  за один проход через каналы матрицы [1]. Для получения бездефектных образцов использовали противодействие, составляющее  $\sim 20\%$  от давления основного цилиндра. Перед РКУ прессованием образцы выдерживали в печи при температуре прессования в течение 10 минут. Длительность одного прохода РКУ прессования около 3 минут. Окончательная термообработка сплава после ИП и РКУ заключалась в искусственном старении при температуре  $190$  °С в течение 5 часов.

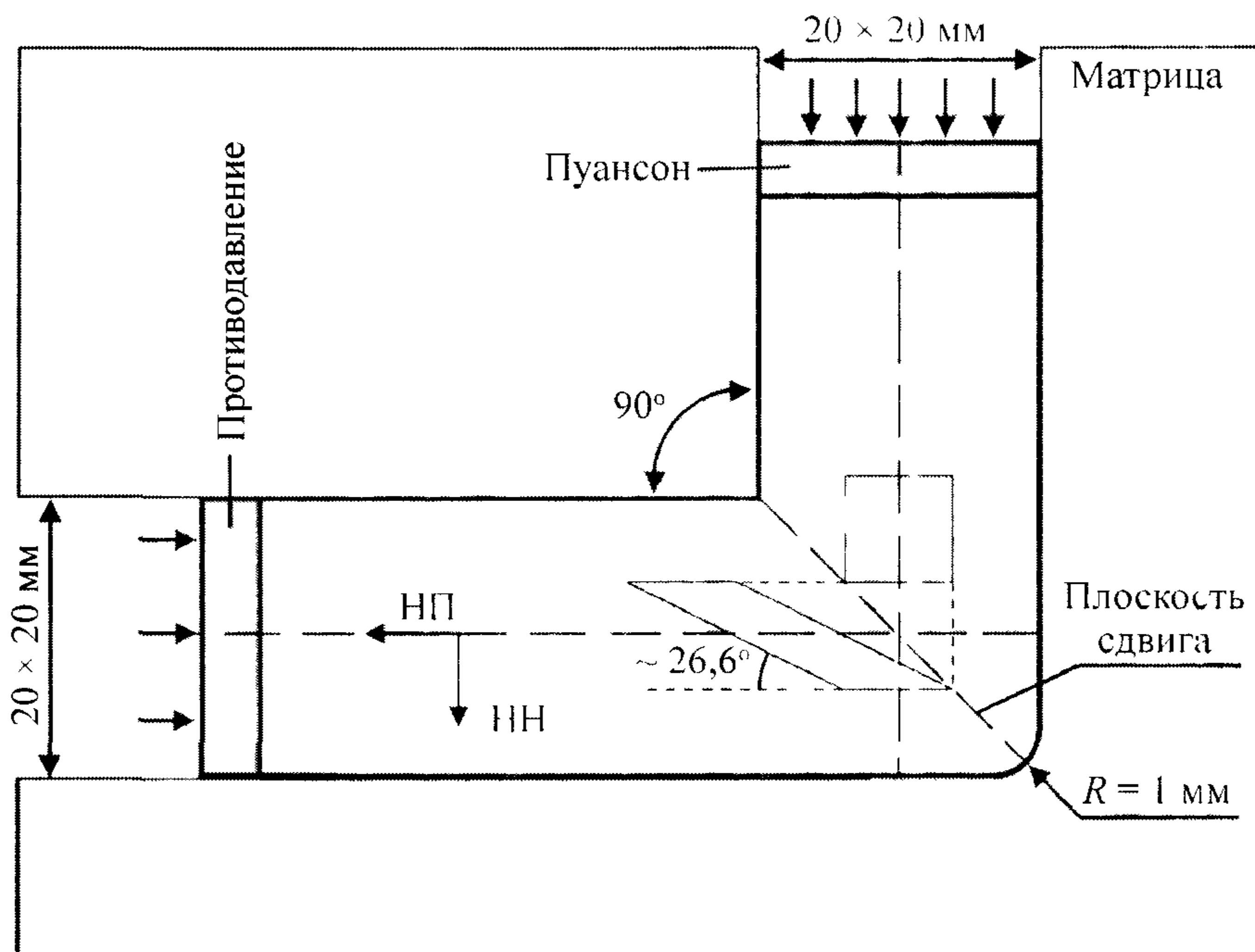


Рисунок 1. Схема РКУ прессования:  
НП – направление прессования; НН – направление нормали

Первоначально все полученные образцы шлифовали на алмазной пасте с уменьшением зернистости абразива до 3 мкм и далее полировали на суспензии OP-S ( $\text{SiO}_2$ ) до зеркального блеска. С целью выявления зеренной структуры полированную поверхность образцов травили в стандартном реактиве Келлера. Металлографический анализ проводили на оптическом микроскопе Olympus GX71.

Исследование микроструктурных изменений после различных режимов ТМО проводили с использованием растрового электронного микроскопа (РЭМ) FEI Quanta 600FFG, оснащенного приставкой для EBSD-анализа

и программным обеспечением EDAX OIM фирмы TexSem Lab Inc для автоматического индексирования картин дифракции обратно отраженных электронов (EBSD). На EBSD-картах малоугловые границы (МУГ) с углом разориентировки ( $\theta$ ) в интервале  $2-15^\circ$  обозначили белыми линиями, а большеугловые границы (ВУГ) с  $\theta > 15^\circ$  – черными линиями. Для изучения тонкой структуры образцов использовался просвечивающий электронный микроскоп (ПЭМ) FEI TECNAI-G2 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Образцы для EBSD-анализа и фольги для ПЭМ изготавливали с помощью электрополирующих

устройств Struers LectroPol-5 и TenuPol-5 соответственно. Электрополировку проводили при температуре  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  и напряжении 20 В, в качестве электролита был взят раствор 25%  $\text{HNO}_3$  и 75%  $\text{CH}_3\text{OH}$ .

### Результаты и обсуждение

**Микроструктура.** Типичная микроструктура сплава в исходном состоянии после закалки представлена на рисунке 2. Можно видеть, что в структуре наблюдаются вытянутые зерна, средний размер которых в продольном и поперечном направлениях равен  $\sim 48$  и  $\sim 30$  мкм соответственно. Также по границам зерен располагаются частицы вторичных фаз, средний размер и объемная доля которых составляют  $\sim 150$  нм и  $\sim 2.6\%$  соответственно. Следует отметить, что фазовый состав и микроструктура исследуемого сплава детально изучены в работе [8].

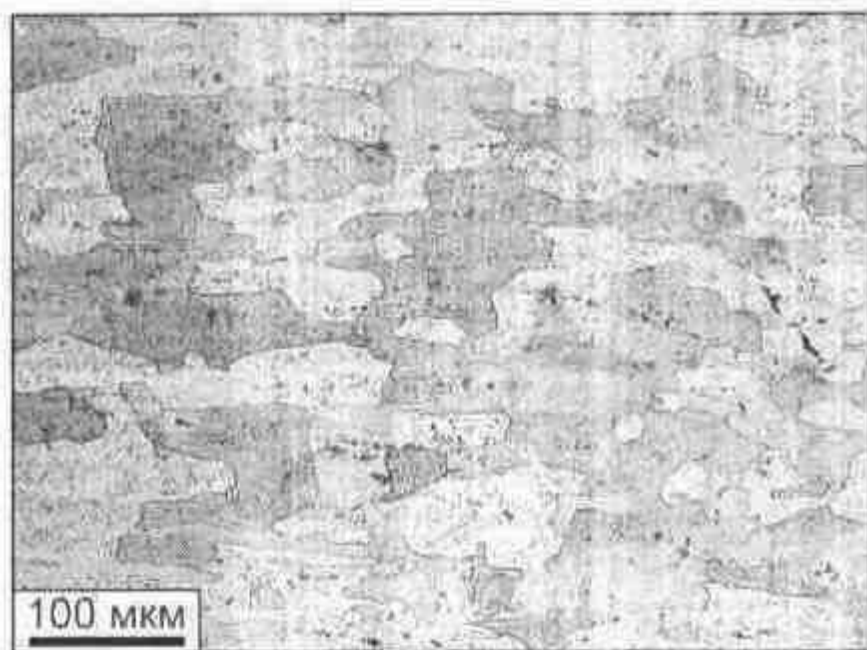


Рисунок 2. Микроструктура сплава после закалки

Микроструктура сплава после одного прохода РКУ прессования представлена на рисунке 3а. Видно, что наблюдается формирование однородной структуры, состоящей преимущественно из субзерен, вытянутых в плоскости сдвига матрицы (рис. 1) и окруженных как ВУГ, так и МУГ. Среднее расстояние между данными границами в поперечном направлении составляет  $\sim 10$  мкм. МУГ и ВУГ, вытянутые в продольном направлении, называют геометрически необходимыми границами (ГНГ), которые формируются при деформации образца, чтобы обеспечить локальное соответствие объемов материала поворотом кристаллической решетки [9]. Разориентировка МУГ в теле субзерен не превышает  $15^{\circ}$ . Более того, разориентировка данных МУГ изменяет-

ся постепенно и, по этой причине они могут быть интерпретированы как случайные дислокационные границы (СДГ) [9]. По сравнению с ГНГ, полученными в результате деформации РКУ прессованием при температуре  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$ , доля СДГ в структуре незначительна, поскольку их формирование связано с перестройкой дислокаций в результате переползания. Переползание дислокаций носит диффузионный характер и является термоактивируемым процессом [10].

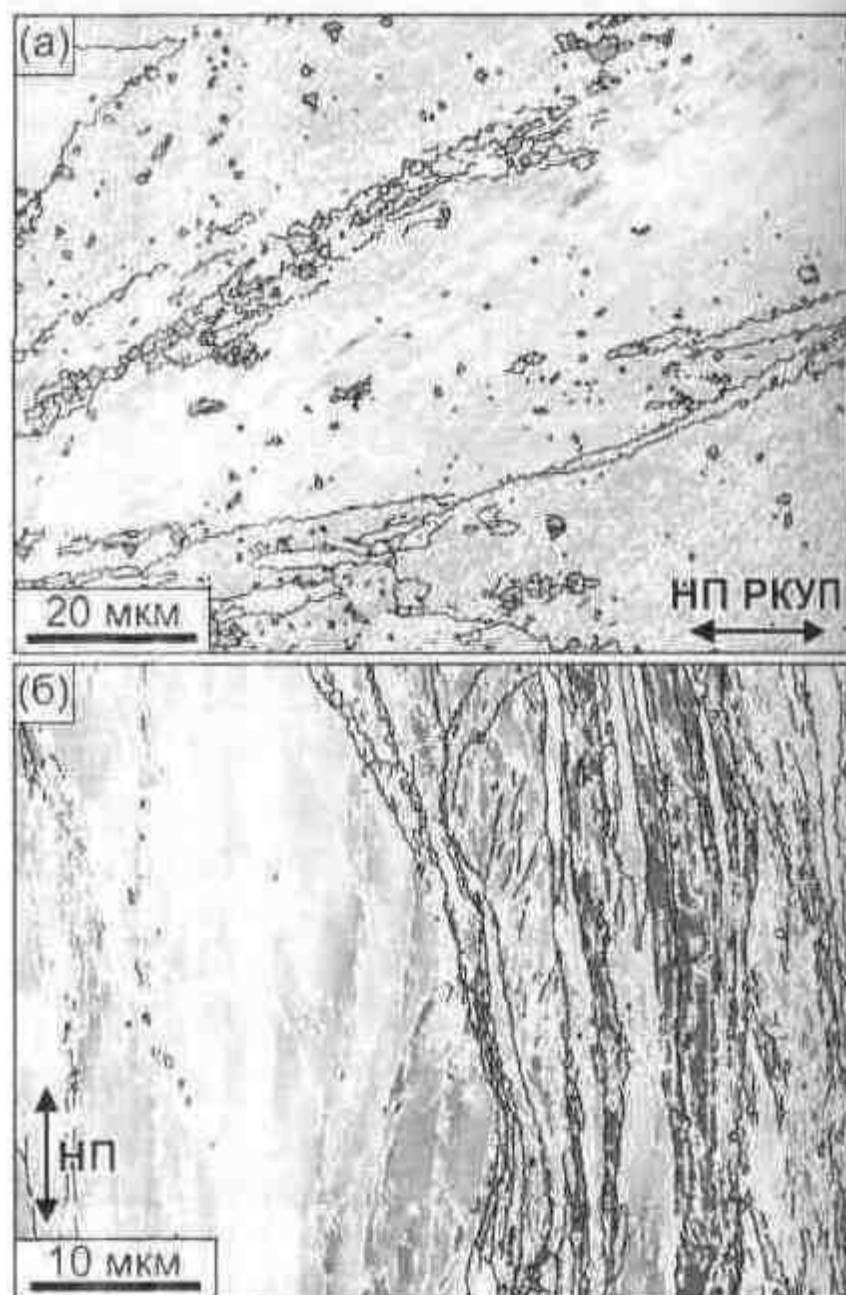
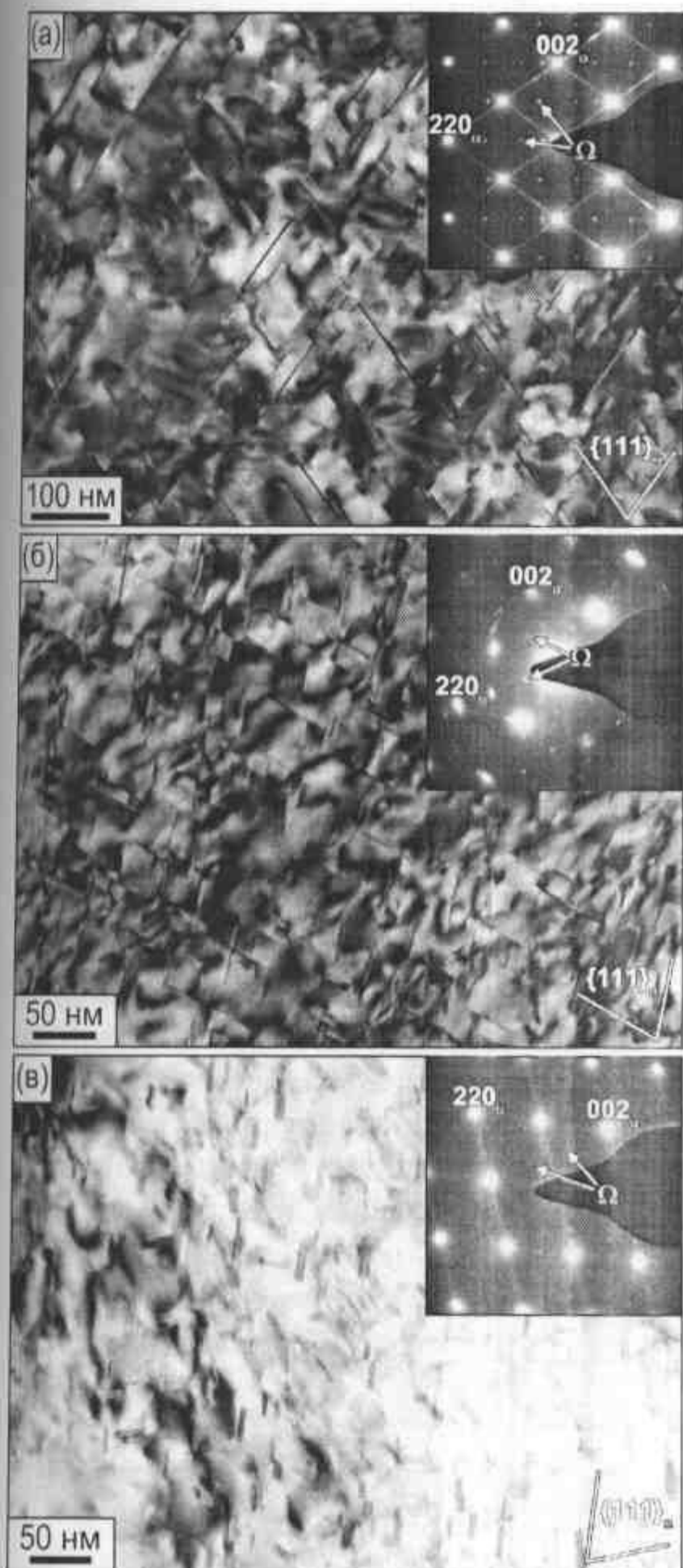


Рисунок 3. EBSD-анализ микроструктуры образцов после РКУ прессования (а) и ИП (б). НП – направление прессования/прокатки

По сравнению с РКУ прессованием, изотермическая прокатка при больших степенях деформации приводит к образованию неоднородной микроструктуры (рис. 3б). Анализ EBSD-картин показывает, что происходит образование ГНГ, вытянутых как вдоль, так и под углом  $45^{\circ}$  к направлению прокатки (НП) [10]. К данным ГНГ относятся ВУГ и МУГ. Аналогично с РКУ прессованием, формирование СДГ затруднено вследствие относительно низкой температуры прокатки. Следует также отметить, что в результате формирования не-

однородной микроструктуры может наблюдаться локальное изменение морфологии и фазового состава частиц, выделяющихся во время окончательной термообработки, что скажется на прочностных свойствах сплава.



**Рисунок 4.** Снимок ПЭМ структуры  $\Omega$ -фазы после ИС (а), РКУП+ИС (б) и ИП+ИС (в)

Процесс выделения частиц. Снимки ПЭМ и локальные дифракционные картины образцов сплава после различных режимов деформации и искусственного старения представлены на рисунке 4. Анализ снимков ПЭМ не выявил влияние режима термомеханической обработки на фазовый состав выделяю-

щихся частиц. Как после РКУ прессования, так и после изотермической прокатки во время искусственного старения наблюдается высокая плотность пластин, имеющих когерентные границы и выделяющихся в плоскостях  $\{111\}_\alpha$  (рис. 4). Эти пластины были идентифицированы как частицы  $\Omega$ -фазы [3, 5–8]. Наличие когерентности межфазных границ и несоответствия кристаллических решеток частицы  $\Omega$ -фазы и алюминия вызывает большие поля напряжений в матрице вокруг этих частиц [11].

Результаты исследования влияния режима деформации на морфологию частиц, выделяющихся при искусственном старении, представлены на рисунке 5. Видно, что после старения соотношение диаметра и толщины частиц как для РКУ прессования, так и изотермической прокатки отличается от стандартной термообработки (ИС,  $T = 190^\circ\text{C}$ ,  $\tau = 5$  ч.), при которой происходит выделение пластин  $\Omega$ -фазы со средними размерами 28,1 нм в диаметре и 2,2 нм в толщину. Следует отметить, что после стандартной термообработки выделяющиеся частицы сильно отличаются по диаметру. После термообработки, включающей как РКУ прессование, так и изотермическую прокатку, наблюдается существенное уменьшение диаметра пластин  $\Omega$ -фазы. Их влияние на толщину неоднозначно: в случае РКУ прессования происходит уменьшение до  $\sim 1,4$  нм, тогда как продолжительная изотермическая прокатка при повышенной температуре приводит к увеличению до  $\sim 4$  нм. Это связано с тем, что деформация ускоряет распад пересыщенного твердого раствора [11] и приводит к однородному выделению когерентных пластин метастабильной  $\Omega$ -фазы. Наличие сегрегаций серебра и магния на поверхности  $(001)_\Omega // (111)_\alpha$  уменьшает в перпендикулярном направлении к плоскости пластин  $\Omega$ -фазы уровень напряжений и тем самым замедляет скорость их сферодизации и коагуляции при температурах  $T < 300^\circ\text{C}$  [7, 8]. Известно [7, 8, 11], что скользящие в матрице дислокации перерезают и приводят к сдвигу отдельных участков пластин  $\Omega$ -фазы. При сдвиге на плоской поверхности пластин происходит образование ступенек, а также связанной с ними антифазной границы (рис. 6). Вокруг образовавшихся ступенек антифазной границы формируется большое поле напряжений, повышающих их энергию [7, 8, 11]. Однако по сравнению

е комнатной температурой, при повышении температуры происходит миграция ступенек в результате перераспределения слоев серебра с магнием и диффузии меди из твердого раствора [7, 8]. В случае выхода ступенек на торцевую поверхность исчезает энергия, связанная с антифазной границей, а следовательно, это является термодинамически выгодным процессом.

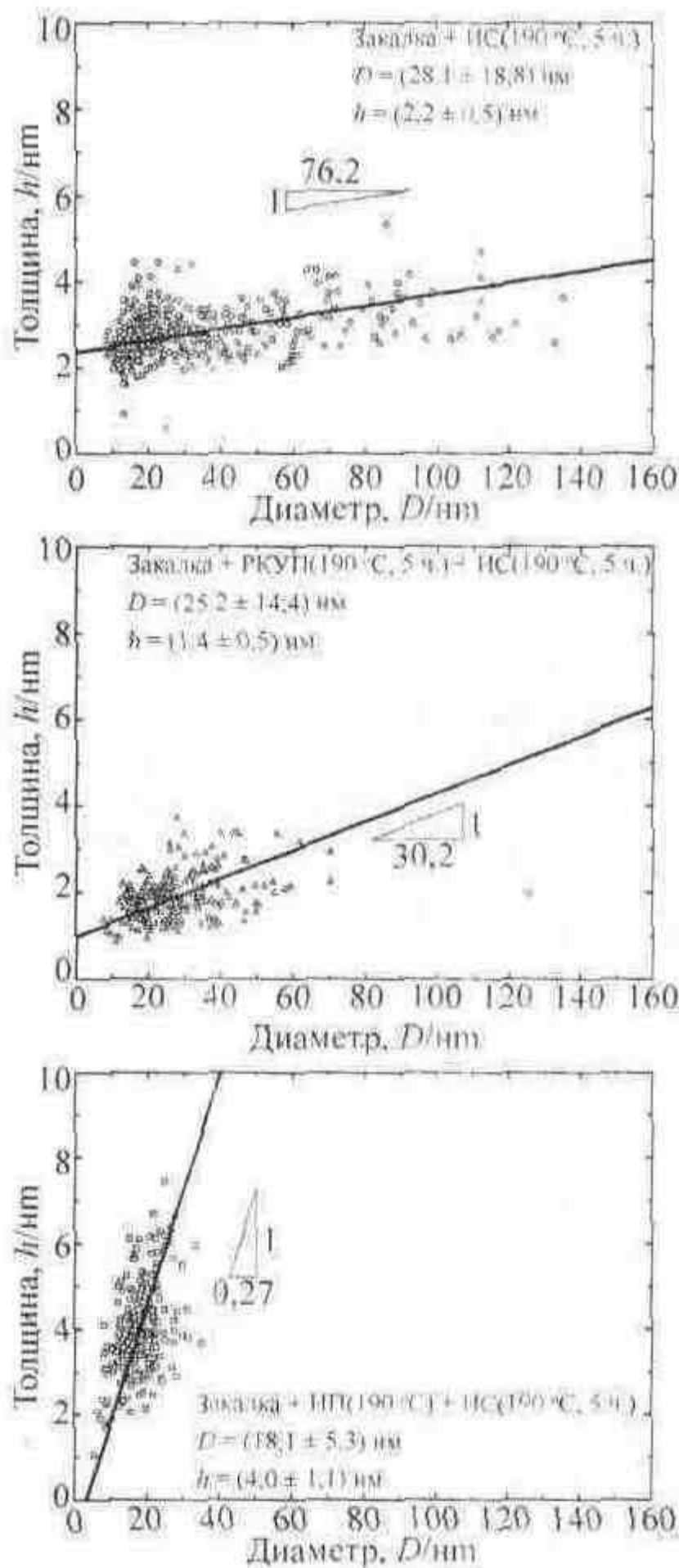


Рисунок 5. Распределения размеров пластин  $\Omega$ -фазы после различных режимов ТМО

При увеличении степени деформации увеличивается количество дислокаций [10], которые перерезают и приводят к сдвигу пла-

стин  $\Omega$ -фазы. Как было сказано выше, в результате сдвига происходит образование двух ступенек на плоских поверхностях пластины. Высота ступенек и их плотность имеют тенденцию к росту с увеличением степени деформации [7]. Межоперационная выдержка при повышенной температуре приводит к миграции образовавшихся ступенек вдоль плоской поверхности и, следовательно, к существенному утолщению пластин  $\Omega$ -фазы.



Рисунок 6. Схема процесса роста пластин  $\Omega$ -фазы во время деформации при повышенной температуре [8]

Существенное увеличение толщины пластин  $\Omega$ -фазы при прокатке и последующем старении приводит к снижению твердости образцов сплава. Данный эффект является нежелательным результатом при продолжительной деформации в условиях повышенных температур (рис. 7).

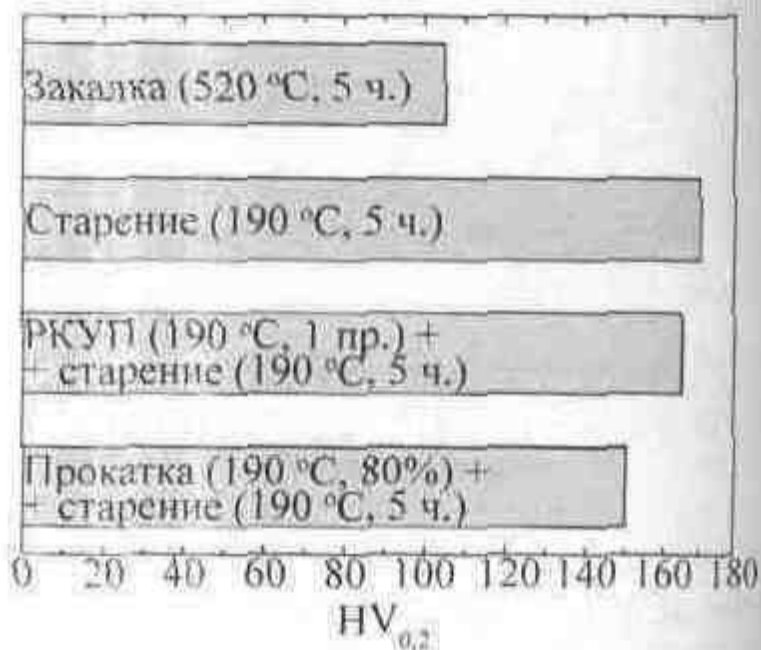


Рисунок 7. Распределение твердости ( $HV_{0.2}$ ) образцов сплава после различных режимов ТМО

## Заключение

В результате выполненной работы было установлено, что режим промежуточной деформации не влияет на фазовый состав сплава, однако оказывает существенное воздействие на морфологию частиц  $\Omega$ -фазы после искусственного старения. Степень деформации, а также ее длительность приводят к огрублению пластин  $\Omega$ -фазы, которое связано с образованием ступенек на плоской поверхности в результате сдвига пластин при деформации и их миграцией вдоль этой поверхности во время промежуточного отжига между циклами деформации. Режимы ТМО, включающие монотонную продолжительную деформацию при температуре старения, не применимы для оптимизации выделения частиц  $\Omega$ -фазы в сплаве Al-Cu-Mg-Ag. Данные режимы ТМО приводят к неизбежному уменьшению эффекта дисперсионного упрочнения.

*Работа была выполнена в рамках гранта Российского фонда фундаментальных исследований (проект № 12-02-31013 мол\_а «Исследование закономерностей выделения дисперсных частиц с полукогерентными и некогерентными границами при искусственном старении в пластически деформированных алюминиевых сплавах системы Al-Cu-Mg-Ag») Автор выражает благодарность центру коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» Белгородского государственного национального исследовательского университета за предоставленное оборудование для проведения структурных исследований.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Sabirov I., Murashkin M. Yu., Valiev R. Z. Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.020>.
2. Shih H.-C., Ho N.-J., Huang J. C. Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys // Metallurgical and Materials Transactions. – V. 27A. – 1996 – P. 2479–2494.
3. Gazizov M., Teleshov V., Zakharov V., Kaibyshev R. Effect of ECAP on mechanical properties of an Al-Cu-Mg-Ag-Sc alloy // Materials Science Forum. – V. 667–669. – 2011. – P. 967–972.
4. Prados F. F., Sordi V. L., Ferrente M. The effect of Al<sub>2</sub>Cu precipitates on the microstructural evolution, tensile strength, ductility and work-hardening behavior of a Al-4 wt. %Cu alloy processed by equal-channel angular pressing [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2012.09.038>.
5. Chester R. J., Polmear I. J. Precipitation in Al-Cu-Mg-Ag alloys // The metallurgy of light alloys: Springer residential conference. – London The institution of metallurgist, 1983. – P. 75–81.
6. Muddle B. C., Polmear I. J. The precipitate  $\Omega$ -phase in Al-Cu-Mg-Ag alloys // Acta Metallurgica. – V. 37. – 1989. – P. 777–789.
7. Hutchinson C. R., Fan X., Pennycook S. J., Shiflet G. J., On the origin of the high coarsening resistance of plates in Al-Cu-Mg-Ag alloys / Acta Materialia. – V. 49. – 2001. – P. 2827–2841.
8. Gazizov M. R., Kaibyshev R. O. Effect of over-aging on the microstructural evolution in an Al-Cu-Mg-Ag alloy during ECAP at 300 °C // Journal of Alloys and Compounds. – V. 527. – 2012. – P. 163–175.
9. Hughes D. A., Hansen N. High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms // Acta Materialia. – V. 45. – 1997. – P. 3871–3886.
10. Humphreys F. J., Hatherly, Recrystallization and related annealing phenomena, second ed. – Oxford : Elsevier, 2005.
11. Porter D. A., Easterling K. E., Sherif M. Y. Phase transformations in metals and alloys, third ed. – CRC Press Inc, 2009

*Газизов Марат Рашифович, аспирант, инженер, ФГБОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет» Россия 308015 г. Белгород, ул. Победы 85*

*Тел (915) 571-17-42  
E-mail gazizov@bsu.edu.ru*

