

САНКТ-ПЕТЕРБУРГСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

На правах рукописи

Магомедова Дарья Курбановна

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ РАЗРУШЕНИЯ СПЛАВА СИСТЕМЫ AL-MG-SI В
КРУПНОЗЕРНИСТОМ И УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИИ**

Научная специальность 1.1.8 – механика деформируемого твёрдого тела

Диссертация на соискание учёной степени
кандидата физико-математических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук
Гундеров Дмитрий Валерьевич

Санкт-Петербург

2023

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	4
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	12
1.1. Сплавы системы Al-Mg-Si , Al-Fe.....	12
1.2. Механизмы упрочнения в сплавах системы Al-Mg-Si.....	17
1.2.1. Влияние термической обработки на сплавы системы Al-Mg-Si.....	21
1.2.2. Влияние интенсивной пластической деформации на структуру и свойства сплавы системы Al-Mg-Si.....	25
1.3. Разрушение металлических образцов при статическом растяжении.....	32
ГЛАВА 2. ЦЕЛИ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	42
2.1. Постановка задачи.....	42
2.2. Материал исследования.....	43
2.3. Методики обработки материала.....	44
ГЛАВА 3. СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА В РАЗЛИЧНЫХ СОСТОЯНИЯХ	49
3.1. Структура сплава Al-6101 в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состоянии.....	49
3.2. Механическое поведение сплава Al-6101 в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состоянии	56
3.3. Определение начального этапа разрушения – начала формирования пор.....	63
3.4. Определение изменения микротвёрдости сплава Al-6101 в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состоянии	66
ГЛАВА 4. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ИЗЛОМОВ И ОСЕВОГО РАЗРЕЗА ОБРАЗЦОВ ПОСЛЕ РАСТЯЖЕНИЯ	69
4.1. Исследование поверхности изломов образцов.....	69
4.2. Исследование осевого сечения образцов Al 6101, полученных при статическом растяжении до деформации $\epsilon \approx 40\%$	74
4.3. Исследование осевого разреза образцов Al 6101 после разрушения.....	81

ГЛАВА 5. ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ НАПРЯЖЁННО-ДЕФОРМИРУЕМОГО СОСТОЯНИЯ ПРИ СТАТИЧЕСКОМ РАСТЯЖЕНИИ ОБРАЗЦОВ AL 6101.....	89
5.1. Граничные условия и принятые допущения.....	89
5.2. Анализ роста истинного напряжения разрушения образцов для УМЗ состояния относительно его КЗ состояния.....	93
Заключение.....	99
Список литературы.....	101

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования

Динамичность современного мира и развитие различных его областей, таких, как тяжёлая и лёгкая промышленность, авиастроение, электротехника и др., предполагает более широкое применение алюминиевых сплавов. Алюминиевые сплавы имеют большое значение из-за сочетания следующих свойств материала: высокая проводимость, коррозионная стойкость, технологическая пластичность, высокая удельная прочность, термостойкость и др. [1] Сплавы системы Al-Mg-Si, которые применяются в промышленности, обладают высокой степенью технических характеристик после применения упрочняющей термической обработки закалкой и старением [2]. Сплав марки 6101 относится к числу сплавов данного состава. Катанка этого сплава, применяемая в российском производстве, это импортозамещающая инновационная продукция, предназначенная для изготовления проволоки, для электротехнических и других целей. Такие сплавы являются важным техническим элементом многих отраслей продукции, поэтому, естественно, повышение свойств этих материалов является одним из значимых направлений современного материаловедения [3].

Кроме методов закалки и старения, для улучшения свойств металлических материалов применяют различные методы ИПД [4-6]. Методы ИПД отличаются высоким уровнем изменения структуры, фазового состава, а также физико-механических свойств материала. Важная особенность этих методов – это значительное увеличение прочностных характеристик материалов, при условии сохранения высоких значений пластичности. Существует несколько методов ИПД, например, равноканальное угловое прессование (РКУП), многослойная прокатка ARB (аккумулируемая прокатка с соединением), совмещенная со сваркой в твердой фазе, всесторонняя ковка, «twist» процесс, сдвиговое волочение и сдвиговая прокатка [7]. Метод РКУП [8] был наиболее удобен для изготовления экспериментальных утрамелкозернистых (УМЗ) образцов. Существует большое количество современных исследований, посвящённых изучению свойств алюминиевых сплавов, включая сплав 6101, полученных методами ИПД, в т.ч. РКУП, в которых подтверждается улучшение прочностных характеристик после

применения данных методов [9-15]. Однако особенности механического поведения и характер разрушения при статических испытаниях УМЗ сплава 6101, полученного методами ИПД, на данный момент малоисследованы.

Непосредственно процесс разрушения крупнозернистых материалов при статических нагрузках изучен достаточно подробно и продолжает дополняться различными данными, более полно описывающими поведение материала на микро- и макроуровнях [16]. Менее изученным является процесс разрушения УМЗ сплавов, включая этап образования пор внутри материала, когда превышены пределы прочности, но само разрушение ещё не наступило. Изучение особенностей поведения материала на данном этапе разрушения важно для более полного описания свойств УМЗ материалов.

Целью данной работы является исследование особенностей разрушения УМЗ сплава Al-6101 и сравнение их с особенностями разрушения сплава Al-6101 после стандартных обработок, т.е. в КЗ состоянии.

Для выполнения цели исследования были поставлены **задачи**:

1. Изучение механического поведения образцов сплава Al 6101 с различной структурой: после искусственного старения и в УМЗ состоянии.
2. Численное моделирование напряжённо-деформированного состояния при статическом растяжении образцов Al 6101.
3. Исследование особенностей разрушения образцов в КЗ и УМЗ состояниях сплава Al-6101.
4. Исследование структуры по длине образцов после растяжения до различных степеней деформации для выявления момента зарождения пор/трещин в материале, как первого этапа процесса разрушения.

Научной новизной данного исследования является:

- 1) Определены истинные деформации до разрушения и истинное напряжение разрушения при растяжении $\sigma_{ист}$ для сплава 6101 в различных состояниях, включая УМЗ; и показано, что $\sigma_{ист}$ в УМЗ состоянии значительно выше истинного напряжения разрушения в КЗ состоянии, а истинные деформации до разрушения у всех состояний близки.

2) Предложено объяснение роста истинного напряжения разрушения образцов при измельчении зерна на основе компиляции закона Холла-Петча и модели Зинера –Строте.

3) Установлено, что в КЗ состоянии после искусственного старения областями преимущественного зарождения пор и последующего разрушения являются частицы Al-Fe, а в УМЗ состоянии данные частицы не играют основную роль в формировании пор.

4) Первая стадия процесса разрушения начинается при деформации $\varepsilon \approx 40\%$, что соответствует истинной деформации $e^* \approx 0,7$, в КЗ и УМЗ состояниях.

5) Показано, что воздействие метода равноканального углового прессования по схеме «Комформ» (РКУП-К) по выбранным режимам приводит к измельчению частиц Al-Fe: в КЗ состоянии размеры частиц составляют до 7 μm , в УМЗ – до 2 μm .

Практическая и теоретическая значимость работы:

Результаты работы имеют большую теоретическую значимость, поскольку могут быть использованы для описания процесса разрушения сплавов системы Al-Mg-Si. В работе предложен механизм повышения истинного напряжения разрушения УМЗ сплавов. Обобщение этих данных позволит создать новые модели разрушения и уточнить уже существующие с учетом строения сплавов. Результаты работы имеют большую практическую значимость, поскольку они могут быть использованы для получения прочных алюминиевых сплавов с высокой электропроводностью.

Предложена модель для объяснения повышения истинного напряжения разрушения УМЗ сплава, которая может быть использована для анализа механических свойств других сплавов в УМЗ состоянии.

Положения, выносимые на защиту:

1. Истинное напряжение разрушения сплава 6101 в УМЗ состоянии, с размером зерна 500 нм, полученном РКУП-К по выбранным режимам, на 50% выше истинного напряжения разрушения сплава в крупнозернистом состоянии после искусственного старения, а истинные деформации до разрушения у обоих состояний близки.

2. Рост истинного напряжения разрушения образцов при измельчении зерна объясняется на основе компиляции закона Холла-Петча и модели Зинера-Строте: при уменьшении размера зерна требуется большее внешнее напряжение для задания течения дислокаций.

3. Первая стадия процесса разрушения – появление пор - начинается при значениях деформации $\varepsilon^* \approx 40\%$, что соответствует истинной деформации $e^* \approx 0,7$, для КЗ и УМЗ состояний.

4. В зоне вблизи области разрушения после статического механического растяжения в образцах с УМЗ структурой формируются поры размером 1-2 μm , в образцах в КЗ состоянии – 3-7 μm .

Достоверность и надежность полученных результатов:

Высокий уровень качества и достоверности представленных результатов обеспечен применением современных методик и оборудования для изучения микроструктуры материала и механических свойств; хорошей корреляцией полученных экспериментальных результатов о связи структуры и механических свойств с теоретическими представлениями о механизмах деформирования и разрушении алюминиевых сплавов с различной структурой.

Надежность полученных результатов также подтверждается публикациями результатов исследований в рецензируемых научных изданиях из перечня ВАК, входящих в МБД (международные базы данных), Scopus и WoS, а также представлением полученных данных на тематических конференциях.

Личный вклад соискателя:

Соискатель принимала непосредственное участие в обсуждении и постановке задач исследования, получении и анализе результатов, написании статей. Она лично проводила прободготовку материалов, механические эксперименты и теоретические расчеты, участвовала в обработке данных СЭМ-анализа.

Обработка образцов методом РКУП-К проводилась в ИФПМ УГАТУ (Уфимской Государственный Авиационный Технический Университет) группой проф. Рааба Г.И.

Апробация работы.

Основные положения и результаты диссертационной работы были представлены на следующих конференциях: 27.11.2018 – 29.11.2018г., г. Москва, РФ, Четвертый междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии»; 29.01.2018 – 2.02.2018г., г. Санкт-Петербург, РФ, Восьмые Поляховские чтения: международная научная конференция по механике; 9.07.2018 – 12.07.2018 г., г. Париж, Франция, международная научная конференция THERMEC 2018; 25.09.2019 - 27.09.2019 г., г. Уфа, РФ The Sixth International Symposium "BULK NANOMATERIALS: from fundamentals to innovations. BNM-2019"; 1.10.2019 – 6.10.2019г., г. Дилижан, Армения, международная научная конференция TOPICAL PROBLEMS OF CONTINUUM MECHANICS; 9.10.2019 -11.10.2019 г., г. Белгород, РФ, Школа молодых ученых «Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов»; 14.10.2020 -16.10.2020 г., г. Белгород, РФ, Международная конференция и школа молодых ученых «Получение, структура и свойства высокоэнтропийных материалов»; 22.03.2021 -25.03.2021 г. Уфа, РФ, V Международная научно-техническая конференция «МАВЛЮТОВСКИЕ ЧТЕНИЯ»; 17.05.2021 – 20.05.2021г, г. Ялта, РФ, международная научно-практическая конференция "Материаловедение, формообразующие технологии и оборудование 2021"; 4.09.2021 – 8.09.2021 г., г. Цахкадзор, Армения, международная научная конференция VII INTERNATIONAL CONFERENCE ON TOPICAL PROBLEMS OF CONTINUUM MECHANICS; 26.09.2022-30.09.2022 г. Черноголовка, РФ, IV Международная школа-конференция «Перспективные высокоэнтропийные материалы»; 3.10.2022-7.10.2022 г. Уфа, РФ, открытая школа-конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы»

По теме диссертационной работы опубликованы 14 научных статей, 2 - в рецензируемых изданиях из перечня ВАК РФ, 9 - в сборниках Scopus/WoS:

1. Polyakov, A.V. Influence of grain boundary misorientations on the mechanical behavior of a near- α Ti-6Al-7Nb alloy processed by ECAP // Polyakova V.V., Semenova I.P., Polyakov A.V., Magomedova D.K., Huang Y, Langdon T.G.// Materials Letters. 2017. 190(4). pp 256-259. DOI 10.1016/j.matlet.2016.12.083.

2. Магомедова, Д. К. Распределение напряжений при статическом растяжении цилиндрических образцов из мелко- и крупнозернистого алюминиевого сплава 6101 / Магомедова Д.К., Чуракова, А. А. // Наноиндустрия. 2021. Выпуск 1. DOI 10.22184/1993-8578.2021.14.1.30.34
3. Gunderov, D.V. True fracture stress of UFG samples of Al 6101 alloy / Gunderov D.V., Gunderova S.D., Magomedova D.K. // Letters on Materials. 2022. 12(4s). pp. 24-427 DOI 10.22226/2410-3535-2022-4-424-427
4. Magomedova, D.K. Influence of grain size and second phase particles on the process of void initiation / Magomedova D.K., Murashkin, M. Y. // Journal of Physics: Conference Series. 2018. 991. 1. 012055. DOI 10.1088/1742-6596/991/1/012055
5. Magomedova, D.K. Technique development for conducting mechanical tests to study the pore formation process in case of material fracture / Magomedova D.K., Efimov M.A., Murashkin, M. Y. // AIP Conference Proceedings. 2018. 1959. 070021 DOI 10.1063/1.5034696
6. Магомедова, Д.К. Влияние размера зерна на процесс порообразования в Al-6101 / Магомедова Д.К. // Сборник материалов «Четвертый междисциплинарный научный форум с международным участием "Новые материалы и перспективные технологии"». 2018. Том 1. С. 319-321.
7. Магомедова, Д. К. Исследование механических свойств крупно- и мелкозернистого Al-6101 при статическом растяжении / Магомедова, Д. К., Ефимов, М. А., Рябоконт, Д. В. // Техническая программа и тезисы школы молодых учёных «Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов и покрытий». 2019 . С.43-44.
8. Magomedova, D.K. Mechanical behavior of coarse- and fine-grained Al-6101 samples of different geometry under tension / Magomedova D.K., Gunderov, D. V., Efimov, M. A. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2019. 672. DOI 10.1088/1757-899X/672/1/012037
9. Magomedova, D.K. Critical stresses determination in case of pores formation for coarse and ultra-fine grained Al-6101 under static tension / Magomedova D.K., Efimov, M. A., Churakova, A. A., Ryabokon, D. V., Gunderov, D. V. // Journal of Physics: Conference Series. 2020. 1474. 012027. DOI 10.1088/1742-6596/1474/1/012027

10. Магомедова, Д. К. Влияние геометрии и размера зерна на механические свойства Al 6101 при статическом растяжении цилиндрических образцов/ Магомедова Д.К. // Materials. Technologies. Design, г. Уфа. Том 3. № 2(4). С.20-24.
11. Magomedova, D.K. The dependence of mechanical properties of Al-6101 alloy on geometry of the samples with a groove during tensile tests / Magomedova D.K., Gunderov D. V. , Mavlutov A. M. // Journal of Physics: Conference Series. 2021. 1967(1). 012023. DOI 10.1088/1742-6596/1967/1/012023
12. Магомедова, Д. К. Исследование механических свойств и поверхности разрушения цилиндрических образцов Al-6101 при статическом растяжении / Магомедова, Д. К., Чуракова, А. А., Гундеров, Д. В. // Материалы VII международной конференции «Актуальные проблемы механики сплошной среды». 2021. С.167-171.
13. Magomedova, D.K. Investigation of mechanical properties and fracture surface of cylindrical samples Al-6101 under static tension / Magomedova D.K., Churakova A.A., Gunderov D. V. // Journal of Physics: Conference Series. 2022. 012023. DOI 10.1088/1742-6596/2231/1/012018
14. Магомедова, Д. К. Влияние структуры сплава Al 6101 на образование пор при статическом растяжении как на структурное изменение в процессе деформации / Магомедова Д.К. // Materials. Technologies. Design, г. Уфа. 2022. Том 4. №1(7). С. 24-29.

Структура и объем диссертации.

Диссертация состоит из введения и 5 глав, заключения, списка литературы, изложена на 110 страницах и содержит 52 рисунка и 13 таблиц.

Связь с научными проектами.

Автор проводила диссертационные исследования в Исследовательской лаборатории механики массивных перспективных наноматериалов для инновационных инженерных приложений СПбГУ и в Лаборатории «Динамика и экстремальные характеристики перспективных наноструктурированных материалов» СПбГУ.

Исследования проводились в рамках Гранта РНФ 17-19-01311 «Разработка принципов получения наноструктурных проводниковых материалов на основе

алюминия с повышенными механическими свойствами» (2017-2021 гг.) и при поддержке Мегагранта (Соглашение 075-15-2022-1114 от 30 июня 2022 г.)

Исследования структуры материала методами СЭМ были проведены в междисциплинарном ресурсном центре по направлению "Нанотехнологии" СПбГУ.

Изготовление образцов для механических испытаний было проведено в Центре прикладной аэродинамики СПбГУ.

Автор выражает глубокую благодарность к.т.н. Мурашкину М.Ю.(УУНиТ) к.т.н. Бобрук Е.В. (УУНиТ), д.ф.-м.н. Ресниной Н.Н. (СПбГУ) и д.ф.-м.н. Атрошенко С.А. (СПбГУ) за практическое содействие в работе и плодотворное обсуждение результатов.

Глава 1. Обзор литературы

Алюминий (Al) представляет собой один из наиболее распространённых элементов в нашем мире, его содержание в земной коре составляет примерно 8,8%. В чистом виде в природе он не встречается ввиду высокой химической активности. В современном мире алюминиевые сплавы являются одним из основных материалов для создания различных конструкций и/или элементов в области машиностроения, авиапромышленности, энергетики и др. [1]. Сплавы из алюминия очень ценятся за их эксплуатационные свойства (стойкость к атмосферной коррозии, хорошая электропроводимость, технологическая пластичность и др.) [1]. Современная техника активно развивается, как следствие возрастают требования и улучшаются качества сплавов. Al – это самый распространённым из цветных металлов, если оценивать по масштабу и объёму производства. Al обладает достаточно высокой скрытой теплотой плавления, относительно малой плотностью и низкой температурой плавления (658°C) [1]. Этот металл имеет высокую теплопроводность и электропроводность, прекрасно формуется. Ему свойственна высокая коррозионная стойкость как на воздухе, так и в других средах. Широко применяются алюминиевые сплавы как проводниковые материалы [1].

Проводниковые Al сплавы обладают и недостатком – по сравнению с медными сплавами они имеют гораздо меньшую прочность. Повышение свойств таких материалов, а также поиск способов для улучшения свойств материала, которые будут приемлемы в условиях тех или иных эксплуатаций, является актуальной задачей современного мира. Достигнуть повышения свойств алюминиевых сплавов можно различными способами, например, легированием различными компонентами, термообработкой и измельчением структуры материала [6,17,18].

1.1. Сплавы системы Al-Mg-Si, Al-Fe

Изначально в сплавах данного типа содержались только Mg и Si, позднее их стали легировать также другими элементами. В современном мире составляющие

промышленных сплавов данной группы (АД31, АВ, АД33, АД35) располагаются вблизи квазибинарного разреза Al-Mg₂Si и уместаются в пределы %: (0,4-1,4) Mg; (0,15-0,6) Cu; (0,3-1,2) Si; (0,5-0,9) Mn; (0,10-0,5) Cr [2]. Фаза Mg₂Si является главным упрочнителем в этих сплавах, именно она имеет высокую прочность и твёрдость. Растворимость этой фазы - переменная и зависит от температуры. Соотношение Mg/Si в фазе Mg₂Si равно 1,73. Если уменьшить это соотношение в структуре в литом состоянии, то, наряду с Mg₂Si, может присутствовать Si. Также сплавы содержат различное количество Mn, Cr, Cu и Fe; потому в структуре могут присутствовать интерметаллиды AlFeSi, AlCrFeSi, AlMnFeSi [19,20]. Если увеличить содержание Mg, то увеличатся прочностные свойства, но понизятся пластичность и деформируемость [21]. Если легировать сплавы медью, то она окажет аналогичное влияние. Для повышения механических свойств добавляют хром и марганец, которые нейтрализуют вредное влияние железа. Именно поэтому можно регулировать в широких пределах соотношение между прочностью и пластичностью, а также менять их за счёт степени, способа деформации, а также режима термической обработки: $\sigma_B=150-400$ МПа; $\sigma_{0.2}=60-300$ МПа; $\delta=10-30\%$ [21], в зависимости от состава сплавов. Характеризуются данные сплавы высокой коррозионной стойкостью, также они хорошо свариваются и восприимчивы к различным покрытиям.

Сплав 6101 относится к сплавам со значением прочности от среднего до высокого уровня; имеет хорошую коррозионную стойкость; хорошо деформируемый; термоупрочняемый; хорошо свариваемый (но с низкой прочностью в зоне сварки); обладает средней усталостной прочностью; хорошо формуруется в состоянии Т4 (естественное старение при 20 °С в течение не менее 8 суток после нагрева под закалку), но ограниченно формуется в состоянии Т6(закалка водой после нагрева под закалку при 540 °С и искусственное старение при 175 °С в течение 8 часов); это сплав является полным аналогом сплава АД33 (ГОСТ 4784-97) [2,22].

Сплавы 6101 применяются для изготовления линий электропроводов, также их в производстве грузовых автомобилей, рам велосипедов, пассажирских вагонов, конструкционных труб, каркасов сидений и бамперов автомобилей, спортивных

снарядов, а также различных конструкционных деталей, требующих повышенной прочности, высокой коррозионной стойкости и хорошей свариваемости.

Механические свойства сплава 6101

Нормированные механические свойства представлены в Таблице 1.1. [23]. Интервал температуры плавления 575 – 650°C. Стандартная температура закалки соответствует 530°C. Термическая обработка искусственным старением для катаных и тянутых изделий состоит в отжиге при 160 °C в течение 18 часов; - для прессованных или кованных изделий - 175 °C в течение 8 часов.

Таблица 1.1. Требования к механическим свойствам алюминиевого сплава 6101 по EN 573-3 [23].

Состояние	Толщина стенки, мм	Предел прочности при растяжении		Предел текучести 0,2 %		Удлинение А
		МПа				%
		мин.	макс.	мин.	макс.	мин.
T4 ¹⁾	≤ 25	180	-	110	-	14
T6 ¹⁾	≤ 5	260	-	240	-	9
	5 < e ≤ 25	260	-	240	-	10

1) Эти механические свойства могут быть получены с применением закалки на прессе

Закалка сплава 6101 обладает определёнными особенностями, которые легко определить, сравнив их с особенностям закалки, например, сплава 6060. Сплав 6060 является аналогом сплава АД31 (с минимальными содержаниями кремния и магния). Рисунки 1.1 и 1.2. схематично показывает различия требуемых скоростей охлаждения рассматриваемых сплавов, чтобы обеспечить закалку - создать твердый раствор Mg и Si посредством предотвращения выпадения частиц Mg₂Si [2,22,23].

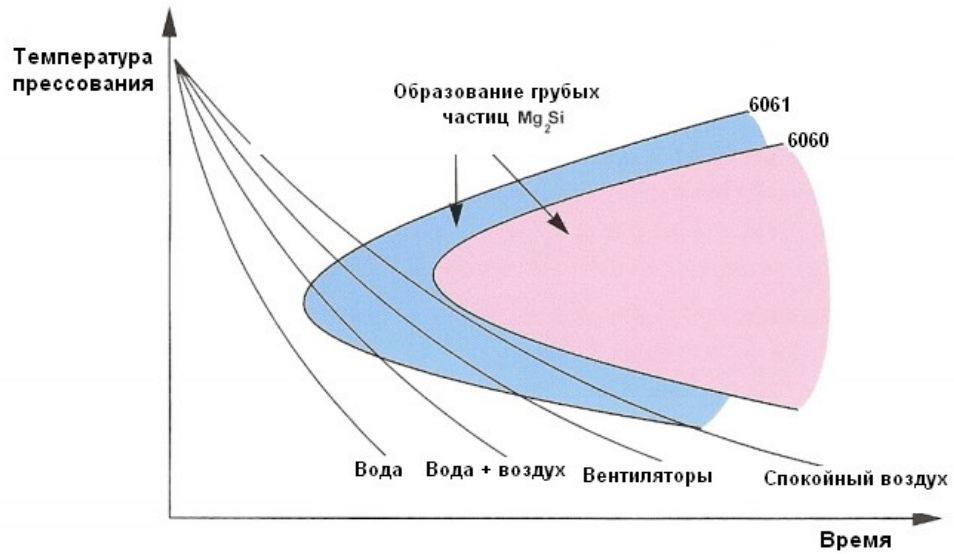


Рисунок 1.1. Схема необходимых режимов охлаждения и областей выделения частиц Mg_2Si (сплава 6060 и 6101) [22].



Рисунок 1.2. Схема выделения частиц сплава 6101 разных фаз при старении ($t, \text{мин} - T, ^\circ$) [23].

Примеси железа присутствуют во всех Al сплавах, влияние железа необходимо рассмотреть более подробно и это можно сделать, рассмотрев собственно сплавы Al-Fe. В промышленных сортах алюминия железо составляет до нескольких десятых долей процента всего состава. Оно малорастворимо в твёрдых сплавах

алюминия. Растворимость железа составляет 0,052% (и даже меньше) при температурах ниже 650° С, а при 400-450° С оно практически нерастворимо. Твёрдость, а также предел прочности сплавов возрастают за счёт гетерогенизации структуры частицами-Al-Fe, но пластичность резко снижается. При увеличении содержания железа от 0,1 до 0,5% увеличивается коррозионность алюминия в кислой среде, а также снижается ударная вязкость. Именно поэтому примеси железа сложным образом влияют на свойства алюминиевых сплавов [24].

Интерметаллид $FeAl_3$ - это вторая фаза в эвтектике в системе Al – Fe; он выделяется в виде иголок или пластинок [25]. Фаза Al-Fe состоит из Fe (40,83%) и Al (59,17%) [24]. Плотность Al-Fe-фазы равна 3,811 кг/м³, её температура плавления 1158°С, а микротвёрдость - 9400 МПа.

У этих сплавов есть две особенности, востребованные в электротехнике. Первой является то, что, чтобы получить сплав, где железо будет являться основным легирующим элементов, не нужно дополнительно легировать сплав, т.к. железо до 30% содержится в бокситной руде в виде оксида железа Fe_3O_3 .

Второй – хорошая электрическая проводимость за счёт того, что сплавы этой системы почти не образуют твёрдых растворов, т.к. железо практически нерастворимо в состоянии равновесия при обычной температуре; его растворимость равна 0.025 вес.% [26]. Также железо очищает сплав от примесей кремния, объединяя его в частицы $AlFeSi$.

Сплавы системы Al-Fe активно изучаются и развиваются уже больше 30 лет, и за это время было проведено много исследований и внедрено множество применений на их основе [23,24,27-29]. В некоторых странах сплавы системы Al-Fe применяются в качестве материала для изготовления проводов в электросистемах автомашин [27,28]. Кроме сплавов Al-Fe, командой исследователей [20] был предложен сплав системы алюминий-железо, измененный цирконием: с содержанием Fe до 0.6 вес.% и содержанием Zr до 0.5 вес.% вышел значительно прочнее и пластичнее.

Структурные составляющие, в т.ч. морфология, химический состав распределение интерметаллидных частиц определяют основные свойства сплавов данной системы, т.е. прочность и электропроводность. В работах [21,30,31] ,

посвящённых сплавам этих систем, рассматриваются различные интерметаллидные соединения, которые проходят различные циклы превращений при разных условиях обработки материала: большая часть интерметаллидных фаз нестабильна и обладает коротким промежутком жизни. Различные факторы, например, температура и условия кристаллизации расплава [20,29,32], формируют определённую фазу. Сплав, исследуемый в данной работе, ранее также был рассмотрен в [33] и было подтверждено наличие частиц Si, Mg и Fe.

Кремнию в составе сплавов системе Al-Mg-Si свойственна высокая равновесная растворимость (1,65%) в алюминии при температуре эвтектики. Эвтектика переходит в жидкое состояние при нагреве металла для пластических деформаций, а это усложняет или делает полностью невозможной проведение пластической деформации, так как при деформировании на изделиях появляются трещины. Если же содержание Fe превысит содержание Si, то получится избежать появления трещин на изделиях – тогда образуются тройные соединения AlFeSi.

1.2. Механизмы упрочнения в сплавах системы Al-Mg-Si

Имеется два основных механизма упрочнения Al сплавов, которые могут стать взаимодополняемыми друг для друга: это деформационное упрочнение, а также термическое упрочнение (получаемое старением материала). Прочностные характеристики сплава в его состоянии после полного отжига являются начальным показателем для оценки возможного роста его прочности после термического и деформационного упрочнения. Если увеличить содержание атомов внедрения в твёрдом растворе Al сплава, т. е. увеличить содержание легирующих элементов, то увеличится прочность сплава, даже если рассматривать состояние полного отжига.

Для конструкционных материалов прочность оценивают как сопротивление пластической деформации при условии действия постоянных нагрузок. В процессе объёмной или поверхностной деформации металл упрочняется за счет искажения кристаллической структуры зерен, сопровождающегося повышением уровня остаточных напряжений. Если рассматривать дислокационный характер

упрочнения, при взаимодействии дислокаций друг с другом, а также с другими дефектами кристаллической решетки, происходит возрастание искажений решётки, т.е., следовательно, возрастает сопротивление деформации. Избыточные фазы, границы зерен, дислокации, чужеродные атомы, и другие дефекты решетки являются преградами для движения дислокаций.

Основные механизмы упрочнения, которые увеличивают напряжения пластических течений, в современных теориях дислокаций группируют следующим образом [27]: 1) упрочнение за счёт растворенных атомов внедрения или замещения; 2) упрочнение дислокациями, упрочнение за счёт границ зерен и субзерен; 3) упрочнение за счёт дисперсных частицам.

В работе [34] Э. Орован показал, что для упрочнённого материала предел текучести может быть представлен суммой:

$$\sigma_{0,2} = \sigma_0 + \Delta\sigma_{\text{тв.р.}} + \Delta\sigma_{\text{д.у.}} + \Delta\sigma_{\text{д}} + \Delta\sigma_{\text{з}}, \quad (1.2.1)$$

где σ_0 – это напряжение трения кристаллической решетки, $\Delta\sigma_{\text{тв.р.}}$ – это прирост предела текучести вследствие твёрдорастворного упрочнения, $\Delta\sigma_{\text{д}}$ – это прирост предела текучести вследствие дислокационного, или деформационного, упрочнения, $\Delta\sigma_{\text{з}}$ – это прирост предела текучести вследствие зернограничного упрочнения, а $\Delta\sigma_{\text{д.у.}}$ – это прирост предела текучести вследствие дисперсионного упрочнения.

Напряжение Пайерлса-Набарро, которое представляет собой напряжение трения в кристаллической решетке, рассчитывается по формуле:

$$\sigma_0 = [2G/(1 - \nu)] \exp[-2\pi/(1 - \nu)], \quad (1.2.2)$$

где ν – это коэффициент Пуассона, а G – это модуль сдвига матрицы [43].

Качественная зависимость напряжения пластического течения от плотности дислокаций описывается следующей формулой:

$$\Delta\sigma_{\text{д}} = \alpha m G b \sqrt{\rho_{\text{д}}}, \quad (1.2.3)$$

в которой α является параметром междислокационного взаимодействия, m – ориентационным коэффициентом, G – модулем сдвига матрицы и $\rho_{\text{д}}$ – плотностью дислокаций [34].

Как уже говорилось выше, границы зерен представляют собой преграды для перемещения дислокаций, именно поэтому при уменьшении размера зерна

увеличивается плотность границ зерен в поликристаллическом материале, что препятствует развитию пластических деформаций. Зернограничное упрочнение описывается законом Холла-Петча :

$$\Delta\sigma_z = k_3 d^{-m}, \quad (1.2.4)$$

где k_3 является коэффициентом зернограничного упрочнения, d - средним размером зерна и m - коэффициентом угла разориентировки.

Чтобы повысить прочностные свойства материала увеличивают искажения решётки твёрдого раствора посредством легирования материала, гетерогенизации структуры, а также измельчению зерна и избыточных фаз. Поэтому сплавы можно упрочнять различными способами.

Легирующие элементы и разные примеси, которые входят в состав твёрдого раствора, имеют атомные размеры, отличающиеся от атомного размера алюминия, и именно они могут менять силы межатомного взаимодействия, а также создавать области упруго-деформированных состояний в местах своего расположения, что будет являться препятствием для движения дислокаций. Природа и количество этих препятствий оказывают влияние на их торможение. Если рассматривать природу легирующих элементов со стороны их влияния на упрочнение сплавов, то основным критерием будет являться размер самого атома (так называемый размерный фактор). Чем выше различие между размерами атома алюминия и атомами других элементов, тем больше возмущений будет в кристаллической решетке, и, естественно, тем выше будет упрочнение. Чем больше количество растворенного вещества, тем больше будет количество искажений самой решётки - это концентрационный фактор. Качественно вклад в упрочнение твёрдого раствора сплава размерного и концентрационного факторов описывается уравнением Мота и Набарро:

$$\sigma_m = \sigma_0 + G_0 \frac{|r_1 - r_i|}{r_0} C_i \quad (1.2.5)$$

где σ_0 является пределом текучести основы сплава, G_0 - модулем сдвига основы сплава, r_0 и r_i - атомными радиусами основы и легирующего элемента, а C_i - атомной долей легирующего элемента.

Посредством легирования твёрдого раствора можно достичь относительно небольших искажений кристаллической решетки, потому значения прироста прочности невелики и равны 10-30% от общей прочности основы, и значения пластичности остаются высокими. Именно поэтому при создании сплавов, легкоподвергающихся пластическим деформациям, выгодно использование твердых растворов в качестве основ конструкционных материалов. Состояние твёрдого раствора, а также количества искажений в нём, вследствие чего и само упрочнение можно менять путем термической обработки, т.е. растворимостью элементов в алюминии при изменении температуры.

Если увеличить содержание легирующего элемента и превысить предел растворимости данного элемента в объёме сплава, то появятся обособленные включения, и их количество включений будет пропорционально увеличиваться количеству легирующих элементов. Прочностные характеристики материала могут аддитивно увеличиваться, но могут и снижаться, это зависит от свойств включений. Если прочность включений больше, чем прочность твёрдого раствора, то прочность сплава возрастает, если частиц менее прочные, то прочность сплава падает [34]. В этом случае упрочнение при легировании имеет механическую природу и не объясняется внесением дополнительных изменений в строение решетки. На прочность очень влияет размер включения - при большом размере и малом количестве включений наблюдаются большие расстояния между этими включениями. Тогда каждый элемент структуры деформируется под действием внешней нагрузки, и делает это независимо друг от друга. Дислокации, избегая посторонних включений, в большей степени движутся в зёрнах твёрдого раствора по большому количеству плоскостей скольжения[20,29]. Твёрдые включения, преимущественно с формой крупных иголок или пластинок, могут вызвать обратный эффект и понизить прочность – в этом случае эти включения будут являться концентраторами напряжений и станут инициировать зарождение трещин. Начиная с некоторых размеров включений, сказывается взаимодействие этих включений с основной кристаллической решёткой, что увеличивает искажения структуры и вызывает увеличение прочности. Пластичность сплавов также может увеличиваться при этом процессе [32].

Прирост предела текучести вследствие дисперсионного упрочнения рассчитывается следующим образом:

$$\Delta\sigma_{д.у.} = 0,85 \frac{Gb}{l-D}, \quad (1.2.7)$$

где b является вектором Бюргерса, l – это среднее расстояние между центрами частиц и D является средним размером частиц [34].

1.2.1. Влияние термической обработки на сплавы системы Al-Mg-Si

Открытие эффекта термического упрочнения за счёт выделения частиц Mg_2Si [1] дало толчок к разработке сплавов этой системы. Термическая обработка, искусственное и естественное старения дают серьёзное увеличение значений механических характеристик алюминиевых сплавов системы Al-Mg-Si [2].

Термической обработкой сплавов меняется растворимость разных промежуточных соединений в основном Al растворе [19]. Если понизить температуру, то раствор станет пересыщенным промежуточным соединением, выделяющимся в качестве отдельной фазы. С помощью быстрого охлаждения можно затормозить процедуру выделения избыточной фазы и, таким образом, получить при обычной температуре состояние сплава, в котором он находился ранее при высоких температурах – т.е. будто бы заморозить процесс. У полученного пересыщенного раствора будет неустойчивое состояние, в котором со временем начнут происходить внутренние процессы, вследствие которых будут изменяться механические свойства сплава. Это процесс называется старением. [22,23].

Старение называют естественным, если оно проходит при комнатной температуре, искусственным - при повышенной. Временное сопротивление сплава после старения очень возрастает относительно его временного сопротивления при свежезакалённом и отожженном состоянии [35]. Временное сопротивление сплавов не заметно повышается в начальный, или инкубационный, период старения. Если сплаву придать высокую пластичность, то его можно снова возвращать в свежезакалённое состояние.

Магний и кремний образуют соединения, которые растворимы в алюминии – к примеру, Mg_2Si , следовательно, благодаря им сплав упрочняется при термической обработке. Если увеличить количество магния в сплаве, то это повлечёт уменьшение пластичности сплава в горячем состоянии, а также усложнит его обработку давлением. Потому обычно в сплавах его содержится не более 0,8%. В некоторых сплавах доля магния достигает 1,8%, при этом ухудшаются технологические свойства сплава, но это ухудшение сопровождается повышением механических свойств.

Если в алюминиевом сплаве содержится медь в количестве 4,5—5,0%, то это влечёт повышение прочности сплава. При увеличении её содержания более 5% заметного повышения прочности уже не наблюдается, но резко снижается пластичность [21,24-26,31].

Закалка и последующие естественное или искусственное старение – это самый известный вид термической обработки, применяемый в промышленности. Закалка производится при температуре 520-530°C. Естественное старение происходит при комнатной температуре. Это влечёт повышение пределов прочности и текучести, а также увеличение твердости [19]. Естественное старение обычно протекает в течение 5-7 суток. Таким образом, естественное старение, по сравнению со свежезакалённым состоянием, даёт увеличение предела прочности при разрыве растяжением на 30-40% и увеличение предела текучести примерно на 50%.

Для получения максимальных σ_B и $\sigma_{0,2}$ сплавы подвергают закалке и последующему искусственному старению. Искусственное старение производят при температуре 160-170°C в течение 10-12 часов – это даёт дополнительное повышение прочности на 30-50%, относительно естественного старения.

Термическая обработка базируется на эффекте повышения растворимости соединения Mg_2Si в Al при увеличении температуры [35]. Если сплав содержит до 1,85% Mg_2Si , то его можно перевести в однофазное состояние благодаря повышению его температуры, и это состояние можно зафиксировать при комнатной температуре посредством закалки с высокой скоростью.

Структурные превращения при старении

Алюминиевые сплавы при старении претерпевают образование метастабильных и далее стабильных фазовых выделений, сложные процессы перегруппировки атомов в твердом растворе, а также рост, или коагуляцию, выделившихся фаз [35]. Первый этап старения - это перегруппировка внутри пересыщенного твердого раствора атомов, что приводит к образованию субмикроскопических областей с увеличенной концентрацией магния и кремния (зон Гинье – Престона (ГП)), которые также называют кластерами. Эти зоны проявляются в виде игл длиной до 100 А и диаметром 10-20 А, их плотность в матрице равна $(2-5) \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$. Зоны ГП не являются фазовыми выделениями. Они обладают кристаллической решеткой матрицы, которая немного искажена из-за увеличенной концентрации атомов с отличающимся по размеру радиусом, от радиуса атомов алюминия. Между матрицей и решетками зон соблюдается когерентная связь [34]. Зоны раствора вблизи зон ГП обеднены кремнием и магнием вследствие диффузии легирующих элементов в зоны ГП. Медленное упорядочение структуры ГП в виде игл протекает в течение естественного и искусственного старения при низкой температуре [34-].

Метастабильные β' -фазы, сохраняющие с решеткой матрицы когерентную связь образуются только при искусственном старении при температуре выше 200°C . Механизм образования этой фазы пока не понятен, возможно, в метастабильные фазы перестраивается часть зон ГП [34].

Зоны ГП и β' -фазы соблюдают когерентную связь с решеткой матрицы, их устойчивость обуславливается степенью соответствия их кристаллических решеток и чем больше это соответствие, тем устойчивее являются зоны ГП и β' -фазы. Легирующие элементы влияют на старение сплава аналогично: увеличивается устойчивость зон ГП и β' -фаз и уменьшается скорость старения, если легирование даёт уменьшение указанного несоответствия решеток [36].

Последней стадией распада твердого раствора является образование выделений стабильной фазы Mg_2Si , которая не имеет когерентную связь с решеткой матрицы. Равновесной формой стабильной фазы являются пластины, а не иглы. Дальнейшее увеличение температуры или длительности выдержки, приводит к

росту частиц, или их коагуляция. Частицы становятся крупнее, значит, уменьшится их плотность в матрице, следовательно, уменьшится их вклад в упрочнение, а сплав начинает переходить в равновесное состояние [18,36]. Если рассмотреть форму распада твердого раствора, то изначальные игольчатые зоны становятся стерженьками, а затем образуются выделения в качестве пластинок [35,36].

Изменение механических и физико-химических свойств обуславливаются изменениями, происходящими в структуре сплавов при старении [49,50]. Старение делают в большей степени для увеличения прочности сплава [36,37].

Постоянное увеличение σ_b и $\sigma_{0,2}$, а также небольшое понижение δ происходит при естественном (зонном) старении с течением времени. Если температура старения повышается, то повышается и диффузионная подвижность атомов, следовательно, этапы распада пересыщенного твёрдого раствора ускоряются и упрочнение происходит быстрее.

Упрочнение появляется на стадии образования зон ГП и метастабильной β' -фазы, при этом кристаллическая решётка искажается, и сплав упрочняется из-за наличия и когерентности зон ГП и β' -фаз. Для упрочнения не играет особой роли деформация решетки, но важно, вероятно, взаимодействие с атомами магния и кремния в β' -фазах дислокаций.

При температуре выше 250°C пропадает увеличение прочности, полученное в результате деформационного упрочнения как последствие, рекристаллизации, и прочность этого сплава переходит в значения изначального состояния. Температура рекристаллизации зависит от химсостава сплава и степени холодной пластической деформации, и, при отжиге до её значений потеря прочности не столь значительна [36,37].

До конца XX века подбор режимов старения производился экспериментально, что требовало больших материальных затрат, потому одноступенчатые режимы старения более распространены. Многоступенчатые режимы повышают прочностные свойства, но требуют серьёзных экспериментальных усилий, что препятствует внедрению таких режимов в производство [36,37]. Благодаря компьютерному моделированию получилось существенно понизить

эмпирическую трудоемкость. В последние годы заметно увеличилось количество работ по моделированию процессов старения, и не только по системе Al-Mg-Si, но также и по системам Al-Li, Fe-C, Ti-Ni, Al-Ni, Cu-Co, Al-Cu, Al-Zn-Mg, Al-Sc, Al-MgGe, Al-Mn-Mg. Все эти модели обладают ограничениями: рассматривают только одну упрочняющую фазу и используют изотермические режимы старения, а это не даёт учёта многостадийности процесса выделения и не получается описать упрочнение. Также применяются слишком грубые аппроксимации между изменениями структуры и механическими свойствами, а это вызывает большое расхождение с экспериментальными результатами, потому невозможно выбрать режим с максимальными прочностными свойствами.

1.2.2. Влияние интенсивной пластической деформации на сплавы системы Al-Mg-Si

В последние несколько десятилетий большое внимание уделяется созданию и исследованию новых материалов – наноматериалов [4,38,39]. Такие материалы характеризуются уникальными свойствами и кристаллической структурой и средним размером зерна до 100 нм. Методы интенсивной пластической деформации (ИПД) [5,6] формируют наноструктуры в объёмных металлических образцах путём измельчения их структуры до наноразмеров за счёт больших деформаций, проходящих при относительно низких температурах в условиях высоких давлений. Принцип методов ИПД основывается на формировании сильно фрагментированной и разориентрованной структуры с размерами зерна до 100 нм за счёт больших пластических деформаций ($\epsilon \geq 4-6$) [7,17,40].

Чтобы получить наибольшие изменения микроструктуры и максимальное повышение прочности, исследуемые сплавы перед проведением ИПД необходимо подвергнуть предварительной термической обработке. Помимо этого, эта предварительная термообработка термоупрочняемых сплавов после проведения ИПД даёт дополнительное упрочнение при последующем старении, обуславливаемое выделением упрочняющих наноразмерных фаз [16,41].

Метод ИПД, исходная микроструктура материала, режимы обработки, химический и фазовый состав определяют размеры зёрен и характер формирующейся структуры. Чтобы получить наноструктуру в объёмных заготовках, при применении методов ИПД, нужно придерживаться ряда требований. Главное требование - это способность формирования наноструктуры, в основе содержащей большеугловые границы - БУГ, ведь изменение свойств металлических материалов происходит благодаря БУГ [5,17,54,56]. Также необходима однородность получаемой структуры по всему объёму заготовки – это условие стабильности свойств. Также требуется, чтобы изначальная заготовка не имела механических повреждений или разрушений. Для обычных методик обработки давлением металлов эти требования не выполняются. Чтобы получить объёмные материалы с наноструктурой требуется использовать специальные схемы деформирования, которые дают возможность достигать больших пластических деформаций для относительно низких температур [39,41].

Интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) даёт наибольшее измельчение структуры (размер зёрен/ субзёрен примерно равен 80 нм) из применяемых методов ИПД [39,41]. Минусом этого способа является возможность получения образцов только небольших геометрических размеров. Всесторонняя ковка образует однородную структуру с равноосными зёрнами/ субзёрнами, и их размер составляет до 300-400 нм [19], в то же время как метод равноканального углового прессования (РКУП) даёт уменьшение размеров зёрен до 200 нм, при соблюдении разных режимов обработки [8,16,39,41,42-45].

Метод РКУП – это один из перспективных методов ИПД, применяемый для получения объёмной УМЗ структуры материала [8,42-46]. Метод РКУП был разработан В.М. Сегалом с соавторами [5] более 50 лет назад. Этот метод основан на деформации массивных заготовок простым сдвигом. Р.З. Валиев с соавторами использовал разработанный Сегалом метод для опытного получения УМЗ структур в начале 90-х годов [6]. Его исследования стали базой для создания объёмных наноструктурных материалов с улучшенными механическими и функциональными свойствами [6,46.]. Метод РКУП – это самый распространённый способом ИПД, с помощью которого можно получить УМЗ

структуру в объёмной заготовке металла. Метод РКУП обеспечивается многоцикловой обработкой прессованием одной и той же заготовки в оснастке с пересекающимися под углом Φ каналами (Рисунок 1.2.2.1).

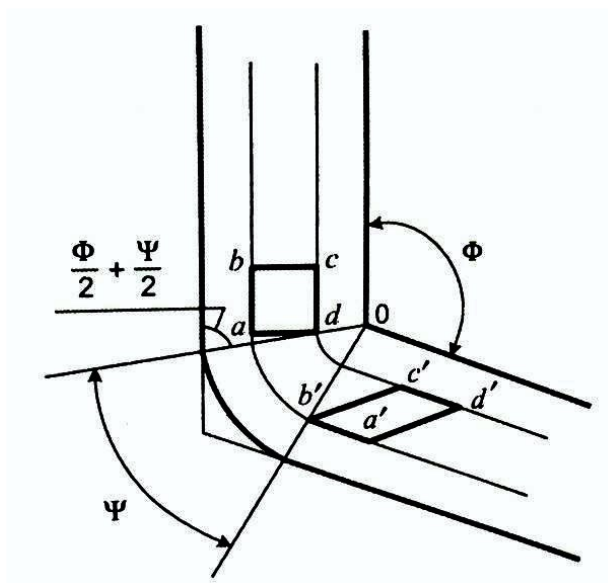


Рисунок 1.2.2.1 – Общая схема деформации методом РКУП [46].

При применении метода РКУП изначальная заготовка деформируется по схеме простого сдвига, и происходит деформация в условиях ротационного течения материала, и при системе действующих активных и реактивных сил (Рисунок 1.2.2.2). Механика процесса РКУП анализировалась и развивалась работами В. М. Сегала [8,44,45,47], также Г. И. Раабом с коллегами [18,38].

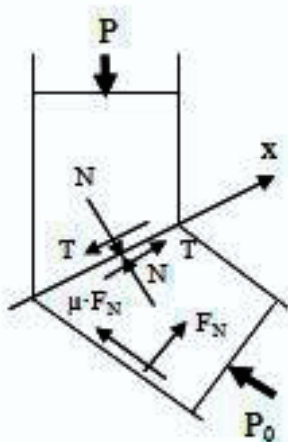


Рисунок 1.2.2.2. Схема действующих сил для метода РКУП [46].

Маршрут деформации играет одну из основных ролей для формирования УМЗ структуры в объёмных металлах при применении метода РКУП [18,43]. Маршрут деформации - это последовательность определенных углов поворота заготовки относительно продольной оси между проходами через оснастку прессования. Маршрут «А» определяется поворотом заготовки перед каждым последующим циклом деформации на угол, равный 0° , маршрута «В» - углом поворота заготовки на 90° , а маршрут «С» - на 180° [8,42-46]. Самый эффективный для формирования ультрамелкозернистой структуры в методе РКУП – это маршрут В[18,43]. Позднее маршрута В разделился на две разновидности: 1) «Ва» - это маршрут с поочередным поворотом на 90° между циклами влево (т.е. движение против часовой стрелки), смотря по направлению движения заготовки, и вправо (движение по часовой стрелке); 2) «Вс» - определяется поворотом заготовки каждый раз только в одну сторону. Наилучшее изменение плоскостей сдвига для немонокотной деформации в заготовке достигается при повороте на 90° перед каждым следующим проходом. Эффекты возврата при данном случае, например, Баушингера, проявляются не сильно, и увеличение дислокационной плотности структуры при таких параметрах происходит более активно. Если метод РКУП немонокотен, то происходит увеличение частоты межфрагментных сдвигов, а это даёт повышение вклада в деформацию линейных и ротационных мод, а также усиливается процесс формирования УМЗ структуры и высокоугловых границ [44]. Для обеспечения однородного и эффективного формирования УМЗ структуры в объёмных заготовках методом РКУП необходимо определить совокупность некоторых факторов: маршрут прессования, скорость и степень деформации (число циклов n), температуру обработки, геометрию и трибологические параметры оснастки, где происходит процесс РКУП. Традиционный способ РКУП в последние годы активно развивается. Главные направления этого развития - это повышение интенсивности и эффективности измельчения структуры, а также применение методов ИПД к труднодеформируемым материалам, создание бездефектных заготовок, повышение размеров получаемых объёмных заготовок, создание длинномерных

прутков, а также листовых заготовок, развитие процесса получения УМЗ-заготовок до промышленного производства [43,46].

Благодаря методу РКУП из массивных пластически деформируемых заготовок можно получать наноструктурированные материалы с высокой морфологической однородностью зерна. На Рисунке 1.2.2.1 показано как происходит сдвиговая деформация образца при пересечении им места контакта между каналами. При цикле РКУП (повторение процедуры n раз) будет происходить систематическое увеличение деформации, что будет приводить к постепенному уменьшению размера зерна - это объясняется формированием сетки сначала малоугловых, а после и высокоугловых границ. Именно поэтому методу РКУП можно подвергать даже труднодеформируемые металлы и сплавы, а не только пластичные. Метод РКУП также применим в управлении кристаллографическими текстурами объемных конструкционных материалов.

Метод РКУП-конформ (РКУП-К)

Данный метод имеет очень значительный инновационный потенциал [18]. Метод РКУП-К, с помощью которого также получают заготовки в качестве прутков и проволоки с УМЗ структурой, обладает некоторыми преимуществами, например, это возможность сделать процесс обработки непрерывным и использовать активные силы трения, задействованные на гравюре ротора. Схема представлена на Рисунке 1.2.2.3 ниже:

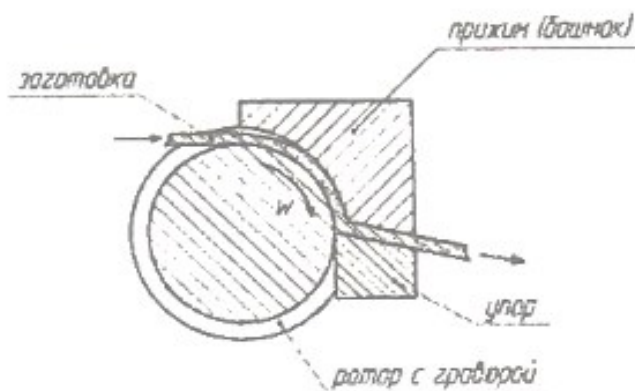


Рисунок 1.2.2.3. Схема РКУП-К [48].

Как показано на Рисунке 1.2.2.3, исходная заготовка в виде прутка отправляется в часть установки, в которой она обрабатывается по схеме РКУП. Входной и выходной каналы могут быть изменены по требуемому критерию, а это даёт возможность получить прутки разного профиля, также можно изменить сечение по дополненным запросам, а это может еще больше упрочнить материал. После 1 прохода в РКУП-Конформ [48] средний размер зерна в технически чистом Al равен 0.6-1.1 мкм – т.е. действительно метод пригоден для получения УМЗ структуры, более того, материал будет подходить и для дальнейшей деформационной обработки, к примеру, волочением. После исследования большого количества алюминиевых сплавов, подвергнутых РКУП-Конформ, было сделано заключение, что термически упрочняемые сплавы имеют более высокий инновационный потенциал, например, сплавы системы Al-Mg-Si, (6101, 6201, AA6101 ...) [9-12].

Существует некоторое количество работ, посвященное влиянию метода РКУП-К на сплав 6101, которому посвящена данная работа, например [9], в которой показано, что равноканальное угловое прессование улучшает твердость и прочность материала, как показали испытания на растяжение. Кроме того, были измерены два наиболее важных критерия обрабатываемости, а именно силы резания и шероховатость поверхности, чтобы выявить значительное снижение сил резания. Образцы, полученные с помощью этого процесса, действительно показали лучшую обрабатываемость, как того требуют критерии силы резания. Наконец, наблюдали значительное улучшение шероховатости поверхности образцов, полученных равноканальным угловым прессованием [12-15]. В работе [10] было показано, что для формирования УМЗ структуры в сплаве системы Al-Mg-Si происходит при непрерывной обработке методом РКУП-Конформ. Например, в сплаве 6101, применялся метод РКУП-Конформ при 130 °C количеством 6 циклов, и это способствовало получению однородной УМЗ структуры с размером зерна от 400 до 600 нм. Однако, измельчению зерна при РКУП-Конформ сопутствует динамическое старение, которое приводит к образованию метастабильных сферических частиц размером от 3 до 20 нм.

В более ранней работе [49] применяли анализ дифракции обратного рассеяния электронов (ДОЭ) для изучения эволюции зеренной структуры в процессе РКУП-К сплава Al-Mg-Si, аналогичного по химическому составу сплаву 6101. Показано, что сверхмелкая субструктура формируется после 1–2 проходов РКУП-К, а после четырех проходов РКУП-К трансформируется в УМЗ-микроструктуру с преобладанием большеугловых границ зерен и насыщается при дальнейшей обработке (Рисунок 1.2.2.4).

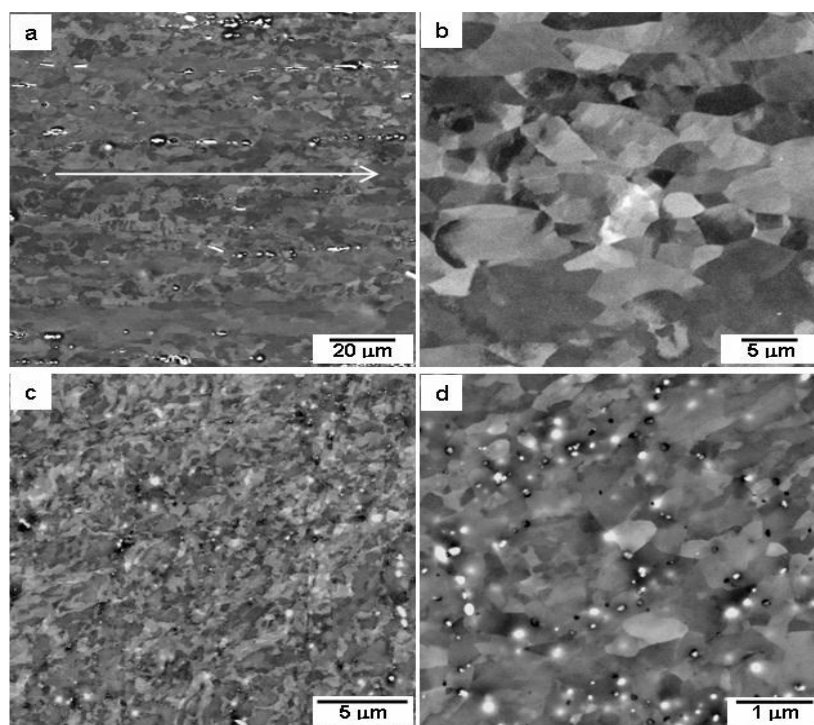


Рисунок 1.2.2.4. Электронные микрофотографии обратного рассеяния микроструктуры сплава Al 6101 катанка: а, б – исходное состояние (Т1); и (в, г) после РКУП-К (стрелкой указано направление деформации) [10].

Также существует метод мульти РКУП-К [46]. главной особенностью является совместное применение двух типов метода РКУП: 1) метод РКУП в параллельных каналах (РКУП-ПК); 2) РКУП-К. При проходе одного цикла обработки заготовки методом Мульти-РКУП-Конформ достигается истинная деформация $\epsilon > 2,5$, а также формируется смешанная структура, которая представляет собой вытянутые субзёрна в направлении сдвиговой деформации. Также в структуре формируются отдельные участки, содержащие равноосные зёрна со значением размера зерна около 460 нм. Было представлено, что

алюминиевая матрица измельчается, и образуются наноразмерные частицы вторичной упрочняющей фазы Mg_2Si . В работе [66] также было исследовано влияние метода РКУП-К на увеличение предела текучести исследуемого материала: условный предел текучести увеличился с 120 и 180 МПа до 221 и 243 МПа, а электрическая проводимость повысилась с 51.3 до 54.3% по сравнению с состоянием поставки (закаленное и искусственно состаренное). Существует ряд работ, в которых исследована микроструктура и были определены основные свойства заготовок после обработки методом Мульти-РКУП-Конформ сплава системы Al-Mg-Si.

1.3. Разрушение металлических образцов при статическом растяжении

Разрушение – это достаточно сложный, многостадийный процесс, на который влияет большое количество факторов. Процесс разрушения начинается с образования пор субмикроскопических размеров и заканчивается разделением образца или общей конструкции на отдельные части. Очень многие механические свойства металлов и их сплавов определяет их сопротивление разрушению, а также величину (работу) деформации до разрушения [16].

Профессором Старки была предложена система классификации [50] всевозможных видов разрушения на основании трёх определяющих факторов: 1) характера разрушения; 2) места разрушения; 3) причин разрушения. Характер деформации и разрушения разделяется на основные группы: упругая деформация; пластическая деформация; разрыв, т.е. разделение на части; изменение материала (металлургическое, химическое и ядерное). Также разбиваются на классы причины разрушения: время процесса; тип нагрузки; температура; воздействие окружающей среды. Разрушение бывает объёмным и поверхностным, и оно определяет тип места разрушения [51,52].

Вязкое, т.е. пластическое, разрушение – это разрушение, происходящее в результате процесса зарождения, слияния и распространения внутренних пор. Пластическое течение осуществляется под углом 45° по направлению к главным нормальным напряжениям под действием главных касательных напряжений.

Потому положение излома под 45° к направлению силы соответствует статическому разрушению в пластичных материалов [51,52]. Если рассматриваемый излом перпендикулярен действию силы, то разрушение считается хрупким. И будет происходить под действием нормальных напряжений (Рисунок 1.3.1.б). Иногда в изломе присутствуют обе составляющие.

Вязкому разрушению в металлах свойственно медленное распространение трещины, а также высокая энергоемкость, начиная со стадии зарождения трещины, ведь необходима значительная работа пластической деформации. Вязкому излому соответствует волокнистое строение и большая шероховатость. Металлического блеска нет. Излом представляет собой относительно плоскую центральную часть. Вне центральной части образуются губы среза. Рядом с поверхностью излома образуется утяжка, отражающая при вязком разрушении макропластическую деформацию образца. Возникновение вязкого разрушения в промышленных металлических материалах объясняется пористостью материала в области локализованной пластической деформации, или утяжки [5,52].

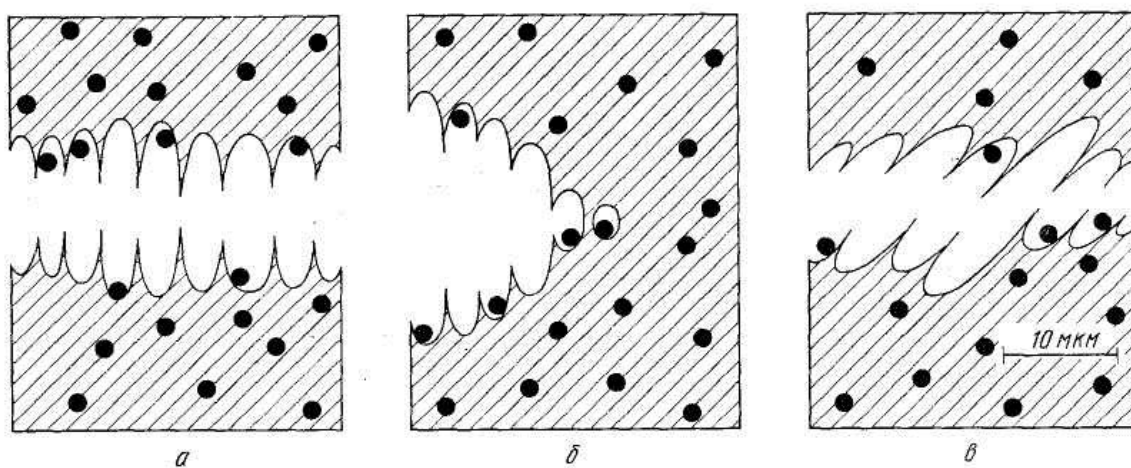


Рисунок 1.3.1. Схема вязкого разрушения с образованием ямочной поверхности разрушения при: а) одноосном растяжении, б) внецентренном растяжении, в) – ямки [53].

При пластическом течении микropopры чаще всего начинают зарождаться на включениях, границах зерен, нерастворенных частицах вторых фаз, в полосах деформации или других местах, в которых есть дефекты, приводящие к

концентрации пластического течения. Через частицу второй фазы или вдоль границы раздела “частица – матрица” может случаться отслойка материала в местах зарождения микропор. При возрастании пластической деформации растут и микропоры, а также образуются новые, уменьшается расстояние между крупными микропорами и узкие гребни, являющиеся границами микропор, разрываются, и после наступает разрушение (Рисунок 1.3.1).

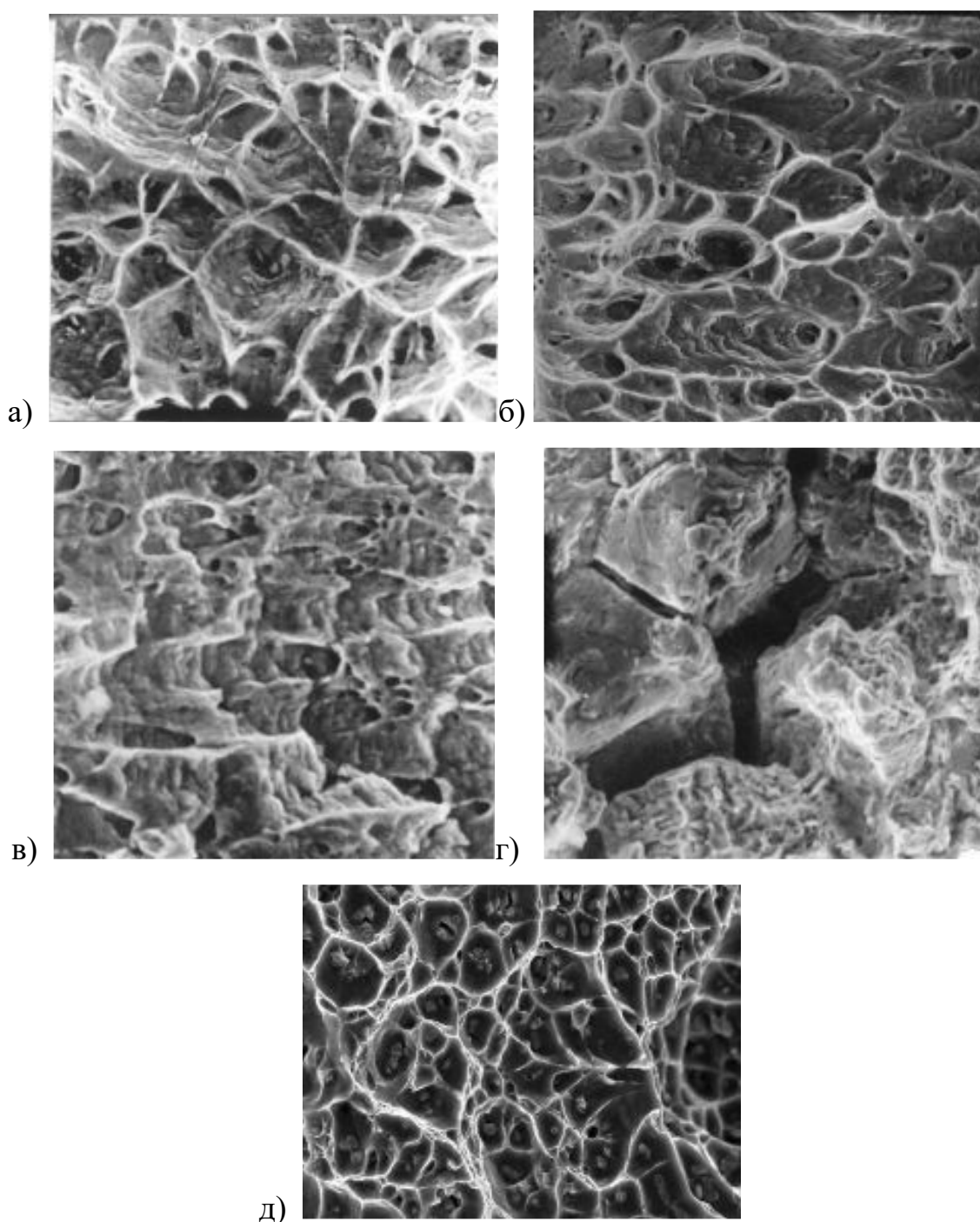


Рисунок 1.3.2. Микрорельеф ямок излома для поверхности материала с УМЗ структурой: а) равноосные ямки (рассматривается сталь Н26Т3), б) ямки сдвига

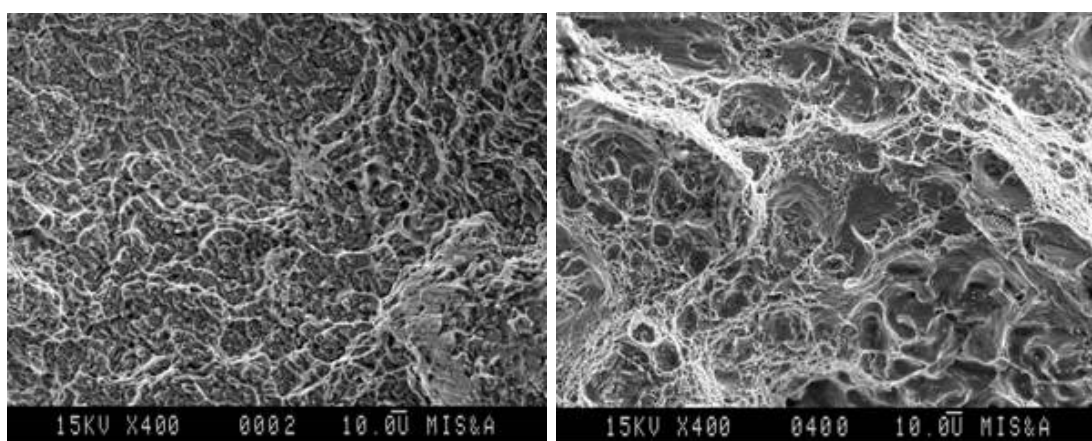
(для стали НЗ2Т3), в) ямки отрыва (для стали 40Х4Г18Н8Ф), г) межзеренное вязкое разрушение (для стали 40Г18Ф), д) ямки с включениями (у сплава АК4-1):
 $\times 1000$ [54-56].

Поверхности излома состоит из большого числа чашеподобных углублений – это ямки. Если излом вязкий, то размеры и формы ямок обычно неоднородные. Форму ямок определяет относительное направление максимального напряжения, которое вызывает разрушение [1,2]. На Рисунке 1.3.2 показаны типы ямок излома для УМЗ материала [2]. Например, на Рисунке 1.3.2.а показаны равноосные ямки, которые образуются, к примеру, в центре излома при одноосном растяжении. Рисунку 1.3.2.б соответствуют ямки сдвига – они вытянуты в одном направлении на поверхности разрушения (и в противоположном направлении на сопряжённой поверхности) и располагаются на поверхности губ среза.

На Рисунке 1.3.2.в показаны ямки отрыва, которые образуются в результате внецентренного напряженного состояния, которое соответствует, к примеру, образцам с надрезом, которые обычно испытывают на вязкость разрушения, а также ударную вязкость. Ямки отрыва образуются из растянутых микропор, а далее они формируют в очаге разрушения начальную область роста трещины. Число мест зарождения микропор и относительная пластичность матрицы определяют размер ямок. Поверхность ямок указывает на скольжение, волнистость или зону вытяжки, которые указывают на признаки деформации. Вязкое разрушение по большей части внутрезеренное, но может быть также и межзеренным (Рисунок 1.3.2, г). Можно увидеть включения внутри самих ямок (Рисунок 1.3.2, д). Вязкий излома всегда говорит о высокой энергозатратности разрушения и высоком сопротивлении развитию трещины материала.

Можно сделать вывод о механизме разрушения благодаря фрактографическому анализу, который активно применяется в последние годы. Рисунок 1.3.3 показывает типичную структуру вязких изломов алюминия. Ему характерен определённый рельеф из совокупности отдельных ямок. Их диаметр соответствует размерам 0,5 – 20 мкм. Размер глубины ямок доходит до несколько микрометров и характеризует размер области интенсивной пластической

деформации. Результат образования, роста и слияния большого количества микропор/пор – это ямки на поверхности излома. В глубине ямок располагаются частицы избыточных фаз, что доказывает возникновение или зарождение большинства микропор у этих включений. Сильно деформированные ямки и области без характерных особенностей структуры располагаются на «стенках» чашечного излома (Рисунок 1.3.3).



а)

б)

Рисунок 1.3.3. Типичная микроструктура вязких изломов алюминиевых сплавов [51].

При статическом растяжении испытывают образцы как с круглым и прямоугольным сечениями. Имеются определённые требования к созданию образцов: конкретная геометрии и способ резки материала. Нужна хорошая однородность диаметра, малая шероховатость, отсутствие дефектов поверхности, а также соосность по длине всего образца. Также нельзя перегревать материал и изменять его микроструктуру.

При круглом сечении образца обычно рассматривают его рабочую длину, равную четырём или пяти диаметрам (короткие образцы), или десяти диаметрам (нормальные образцы). Перед растяжением измеряется диаметр образца, чтобы рассчитать напряжение σ и относительное остаточное сужение после разрушения. Если применяется экстензометр, то длина рабочей части измеряется, и такие величины как деформация ϵ , а также относительное удлинение при разрушении

будут автоматически рассчитываться с помощью компьютера или самостоятельно из диаграммы $\sigma - \varepsilon$ [51,52].

В случае поликристаллических металлов на формирование ячеистой структуры большое влияние оказывает размер зерна. Это объясняется тем, что при одной степени деформации уменьшение размера зерна приводит к увеличению плотности дислокаций и сокращению длины пробега дислокаций. Оба этих фактора облегчают формирование ячеистой структуры, однако, в зёрнах менее 10^{-3} мм ячеистая структура не формируется [60].

Анализ данных, полученных различными авторами, показывает, что изменение размеров ячеек для моно- и поликристаллического железа в зависимости от температуры, скорости деформации, ориентировки, размера зёрен, вида нагружения находится в пределах 0,6–3 мкм. При деформации в шейке, по данным [47,60], для армко-железа размер ячейки уменьшается с 1,5 при $\psi = 0,21$ до 0,8–0,6 мкм при $\Psi = 0,50$. В условиях предельной локализации пластической деформации и исчерпания пластичности зарождение трещины происходит при достижении предельного искажения кристаллической решётки вследствие образования неблагоприятных, напряжённых объёмных скоплений дислокаций.

Кинетика вязкого разрушения

Для всех видов разрушения, контролируемых пластической деформацией, характерно наличие определённых стадий повреждаемости и пороговых напряжений, разделяющих одну стадию повреждаемости от другой. Эти стадии включают [53]:

1) инкубационный период, в процессе которого формируется ячеистая дислокационная структура;

2) период накопления обратимых повреждений, в процессе которого зарождаются несплошности, способные существовать в металле под нагрузкой, не исчезающие при снятии напряжения и не влияющие на удельную энергию деформации (A_p) материала (повреждения могут быть залечены термической обработкой);

3) период накопления необратимых повреждений, отвечающий возникновению дефектов, влияющих на A_p ;

4) макроразрушение, возникающее при исчерпании запаса вязкости материала в опасном сечении.

Для каждой стадии характерна специфическая эволюция дислокационной структуры и определённые особенности изменения структурночувствительных свойств с ростом деформации [62]. Долгое время накопление повреждений в условиях вязкого разрушения связывали с образованием пор, придавая при этом важное значение механизму повреждаемости. Данные, полученные при использовании более точных методик, позволяют заключить, что зародышевые трещины возникают уже в инкубационный период и становятся критическими когда их размер достигнет размера ячеек [5].

Первая стадия повреждаемости связана с накоплением кристаллографических трещин преимущественно в поверхностном слое деформируемого материала, т. е. повреждаемость определяется дислокационным механизмом. Эта стадия ограничивается двумя пороговыми напряжениями σ_k^c и σ_k^m , характеризующими образование кристаллографических трещин критического размера, равного размеру ячеек дислокационной структуры при $\sigma_k = \sigma_k^c$. Затем происходит образование в повреждённом поверхностном слое трещины критической величины, определяющий переход от дислокационного механизма повреждения (кристаллографические дислокационные трещины) к вакансионному механизму повреждения (образование пор) при $\sigma = \sigma_k^m$.

Во второй стадии повреждаемости на формирование пор и эволюцию дислокационной структуры большое влияние оказывают включения и наличие вторых фаз. Эта стадия фактически относится к периоду образования шейки; происходит деформационное упрочнение материала, не связанное с изменением напряженного состояния в шейке.

В работе [63] были исследованы особенности разрушения и появления трещин в чистом алюминии и алюминиевых сплавах при растягивающих напряжениях на плоских образцах с рабочей частью 37x3x2 мм с полированной поверхностью после некоторых пластических деформаций: на начальных этапах деформации появляются прямолинейные следы скольжения, ориентированные под 45° к напряжениям, и указывающие на сдвиги отдельных частей кристалла друг от

друга; при дальнейшем растяжении полосы скольжения появляются в кристаллографических плоскостях другой ориентации; при дальнейшем увеличении деформации возникает вторая система полос скольжения, пересекающих ранее образовавшиеся - деформация протекает последовательно или одновременно по нескольким направлениям легкого скольжения.

Разрушению большинства чистых металлов под действием растягивающих напряжений предшествует пластическая деформация с образованием шейки. В шейке возникают поры, которые сливаясь, образуют трещины, приводящие к разрушению образца. В высокочистом (примесей 0,01 %) крупнозернистом Al образование шейки не сопровождается появлением пор, а разрушение происходит при появлении пор, зарождающихся в полосах интенсивной деформации [18]. При больших степенях деформации происходит переориентация (поворот) зерен не благоприятной ориентации. Число полос скольжения при комнатной температуре растет с увеличением степени деформации. На границе зерна полосы тормозятся или продолжают в случае мало угловых разориентировок. Разрушение носит транскристаллитный характер [64]. Пластическая деформация в поликристаллическом Al протекает крайне неоднородно. Наблюдается локализация деформации в микробластях. Деформация в поликристаллическом чистом Al склонна к локализации. Разрушение связано с этими участками локализации деформации, и будущие участки разрушения предопределяются уже на начальных этапах деформации. Формирование оптически видимых трещин в Al не наблюдалось до деформаций, близких к разрушению образца. В СЭМ при деформации 25 % внутри зерен уже наблюдаются микротрещины в местах пересечения полос скольжения. Согласно работе [63], микротрещины вязко тормозятся на недеформированных участках в чистом Al.

В малолегированных твердых растворах Al стадии деформации аналогичны чистому Al - появляются прямолинейные следы скольжения [63]. При дальнейшем растяжении полосы скольжения появляются в кристаллографических плоскостях другой ориентации, далее возникает вторая система полос скольжения, пересекающих ранее образовавшиеся. При больших степенях деформации происходит переориентация зерен не благоприятной ориентации.

В малолегированных твердых растворах до 3% Mg нет четкой зависимости распределения деформации по объему зерна и по приграничным областям. В пересыщенных твердых растворах (9,5% Mg) распределение деформации по объему зерна характеризуется меньшим разбросом, чем по границе (на границе зерна распределение деформации более неоднородно). Это касается крупнозернистых Al- сплавов на основе высокочистого Al. В деформированных сплавах распределение деформации более однородно, чем в литых. В деформированных сплавах Al-Mg, в отличие от литых, зарождение трещин более вероятно по объему зерен, а в сплавах Al-Cu-Mg после термической обработки зарождение трещин равновероятно по объему и границам зерен. В высоколегированных литых сплавах границы зерен охрупчиваются за счет распада твердого раствора, в границах перед разрушением появляются хрупкие трещины.

В однородных твердых растворах отсутствуют структурные составляющие, на которых могут зарождаться трещины на ранних стадиях деформации. И трещины не появляются до деформаций, близких к разрушению. В однородных твердых растворах, как и в чистом Al, участки повышенной деформации возникают уже на ранних стадиях деформации и далее не перераспределяются, а в процессе дальнейшего деформирования на этих участках возникают зародышевые трещины [90]. В пересыщенных твердых растворах участки повышенной деформации перераспределяются на разных стадиях деформации (деформация более однородна). Однако с момента появления трещин удлинение происходит за счет раскрытия трещин.

С повышением легированности повышается неоднородность протекания деформации по границам по сравнению с объемом зерна для литых сплавов. Для деформированных сплавов картина обратная: полосы скольжения более равномерно распределены по объему зерен, чем в литых.. Деформация протекает преимущественно по объему зерен. Это повышает вероятность интеркристаллического разрушения для литых сплавов, (легированных с $>1,5\%$ Mg) и транскристаллитного – для деформированных.

В бинарных литых сплавах Al-Fe (0,5-1,8 % Fe) кристаллы интерметаллидов (Al_3Fe) располагаются в виде эвтектики по границам зерен. Пластинки эвтектических частиц имеют толщину до 30 мкм. В сплавах Al-Fe с составом, близким к эвтектическому (1,8 % Fe), можно наблюдать отдельные ромбовидные частицы размером до 100 мкм. Структура сплавов Al-0,3 и 0,5 % Fe представляет собой Al с отдельными выделениями. Деформация локализуется в грубых полосах скольжения в зернах Al [95]. С повышением содержания Fe прочность растет, пластичность падает. Локальная деформация в микрообъемах в сплавах Al-0,3 и 0,5 % Fe протекает весьма неравномерно (как и в чистом Al и в малолегированных сплавах). Разрушению предшествует образование нескольких очагов повышенной локальной деформации (29-30 %). Один из таких очагов, развиваясь, приводит к разрушению образца при локальной деформации 60 % и при средней деформации 20 %. Разрушение интеркристаллическое. Частицы выделений тормозят протекание деформации, повышая прочность, но не могут препятствовать локализации деформации в микрообластях. В сплавах Al-0,3 и 0,5 % Fe деформационный микрорельеф характеризуется наличием глубоких складок вдоль направления нагрузки [63]. При увеличении количества Fe количество складок уменьшается.

Глава 2. Материал и методы исследования

Чистый алюминий обладает достаточно малой прочностью и не применим как конструкционный материал. Если его легировать другими элементами, применить термическую и механическую обработки, то его прочность увеличится. Различные алюминиевые сплавы имеют высокую механическую прочность при условии малой плотности, поэтому их рассматривают как конструкционные материалы.

2.1. Постановка задачи

Обзор литературы показал, что Al сплавы 6101 в полученном УМЗ состоянии представляют большой интерес. Процесс разрушения УМЗ сплавов 6101, включая процесс образования пор в материале при критических деформациях перед разрушением, остается малоисследованным. Изучение особенностей разрушения и структуры материала на этапах разрушения важно для более полного описания свойств УМЗ материалов. В связи с этим **целью** работы явилось изучение особенностей механического поведения и разрушения образцов сплава Al-6101, относящегося к линейкам сплавов серий Al-Mg-Si в зависимости от его структурного состояния: в УМЗ состоянии и после стандартной термической обработки.

Для выполнения цели исследования были поставлены **задачи**:

1. Изучение механического поведения образцов сплава Al 6101 с различной структурой: после искусственного старения и в УМЗ состоянии.
2. Численное моделирование напряжённо-деформированного состояния при статическом растяжении образцов Al 6101.
3. Исследование особенностей разрушения образцов в КЗ и УМЗ состояниях сплава Al-6101.
4. Исследование структуры по длине образцов после растяжения до различных степеней деформации для выявления момента зарождения пор/трещин в материале, как первого этапа процесса разрушения.

2.2. Материал исследования

В качестве материала исследования был выбран технический термоупрочняемый алюминиевый сплав 6101, относящийся к системе Al—Mg—Si, его химический состав приведён в Таблице 2.1.1.

Таблица 2.1.1. Химический состав сплава Al 6101 (wt.%)

Марка	Предел	Si	Fe	Cu	Mg	Zn	B	Al	Ti+V+Cr+Mn
6101	Max	0,60	0,30	0,01	0,60	0,02	0,01	ОСНОВА	0,015

Диаграмма состояния системы Al-Si-Mg была разработана Хансеном и Гейлером [65]. Квазибинарный разрез Al - Mg_2Si делит алюминиевый угол этой диаграммы на две вторичные системы (Al-Si- Mg_2Si и Al - Mg_2Si - Al_3Mg_2) эвтектического типа с ограниченной и изменяющейся растворимостью компонентов в твердом растворе.

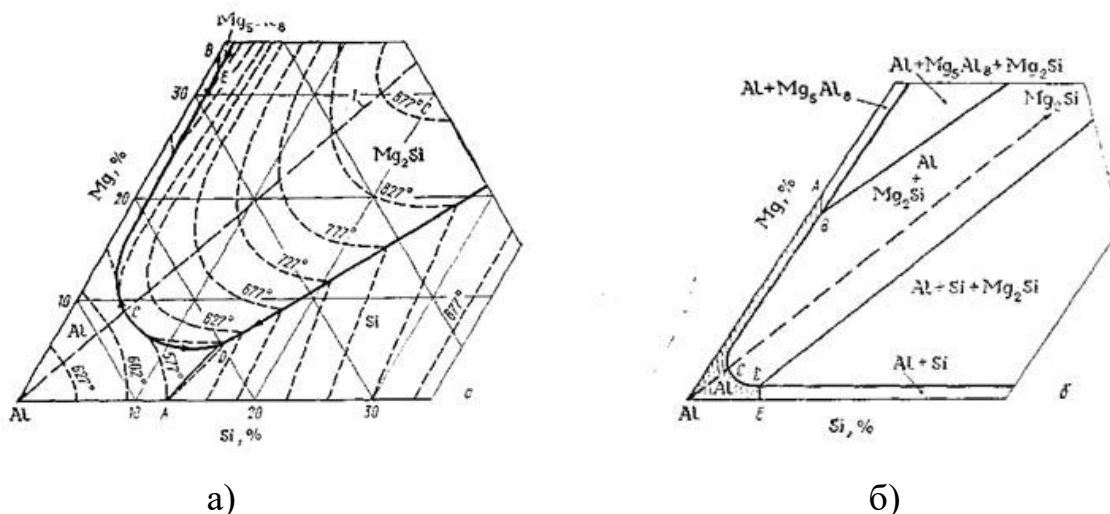


Рисунок 2.1.1. Алюминиевый угол диаграммы Al—Mg—Si: а) проекция поверхности ликвидус; б) распределение фазовых областей в твердом состоянии.

В системе Al-Si- Mg_2Si [21], в которой расположены сплавы АЛ9, АЛ34 (ВАЛ5), АЛ4 [1], образуется тройная эвтектика $\alpha+Mg_2Si+Si$ с температурой плавления 550°C, ограничивающая температуру нагрева под закалку [19]. Эти сплавы

значительно упрочняются при термической обработке за счет образования при нагреве под закалку пересыщенных твердых растворов магния и кремния в алюминии и последующего распада при охлаждении и старении с выделением мелкодисперсных частиц фазы Mg_2Si .

Растворимость Mg_2Si и Si в твердом растворе алюминия практически одинакова, но образование и выделение ультрадисперсных частиц фазы Mg_2Si происходит достаточно медленно, в несколько стадий. При понижении температуры уменьшается растворимость магния и кремния, это является основой термического упрочнения. Содержание Mg_2Si по большей мере определяет значение механических свойств, но наличие магния и железа даёт дополнительное упрочнение [24,30].

Из-за малой растворимости Si в Al при низких температурах ($200\text{ }^{\circ}C$) сплав имеет в равновесных условиях гетерогенную структуру. Таким образом, фазовый состав состоит из двух фаз ($\alpha+Mg_2Si$). При температуре $550\text{ }^{\circ}C$ сплав гомогенен, что делает возможным его упрочнение старением [64].

Термическая обработка

Сплавы исследуемой системы термоупрочняются при помощи режимов:

- закалка (происходит нагрев до $510\text{--}550\text{ }^{\circ}C$ с последующим охлаждением в воде) + естественное старение (ЕС) (время 10–15 суток);
- закалка (происходит нагрев до $510\text{--}550\text{ }^{\circ}C$ с последующим охлаждением в воде) + искусственное старение (ИС) (нагрев до $160\text{--}170\text{ }^{\circ}C$ в течение 10–12 часов).

2.3. Методики обработки материала

Исследуемый материал относится к термоупрочняемым, и в изначальной модификации (без термообработки) не применяется в производстве, поэтому рассматривали два способа его обработки, которые повышают прочностные свойства данного сплава: 1) *искусственное старение* (ИС)- отжиг при температуре $550\text{ }^{\circ}C$ 2 часа с последующей закалкой в воде комнатной температуры, далее на протяжении 12 часов материал подвергался старению

путем отжига при температуре 170°C [35,37]; 2) *обработка методом РКУП-конформ* для получения УМЗ состояния [10,46].

Экспериментальные образцы изготавливали из катанки, полученной горячей прокаткой, производства РУСАЛ, в виде прутков диаметром 10 мм. Исходные прутки подвергались обработке методом РКУП-конформ по следующему режимам - отжиг 550° С на 2 часа, закалка в воде комнатной температуры, и сразу проводилось 4 цикла РКУП-конформ при комнатной температуре по маршруту Вс (поворот заготовки каждый раз только в одну сторону), угол сопряжения каналов 130°[18,43]. Сплав подвергался РКУП-конформ в свежезакаленном состоянии твердого раствора и далее претерпевал естественное старение.



Рисунок 2.2.1. Общий вид заготовок после обработки 4 цикла методом РКУП-К при 130°C по маршруту Вс.

Таким образом, часть исходных катанок подвергалась обработке для получения экспериментальных образцов в КЗ состоянии, вторая часть подвергалась обработке для получения УМЗ структуры. Полученные образцы использовались для изучения влияния типа структуры на механические свойства, а также для изучения влияния структуры на особенности разрушения материала.

Методика исследования структуры

В данной работе исследование посвящено влиянию микроструктуры на свойства материала, поэтому для её изучения использовали сканирующую электронную микроскопию (СЭМ), и использовали электронный микроскоп Zeiss Supra 40VP.

Проводили исследование поверхности разрушенных механическим статическим растяжением описанных выше цилиндрических образцов с целью получения изображений поверхности с высоким пространственным разрешением и идентификации химического состава частиц. Применяли: режим secondary electrons (SEI) и обратно отраженных электронов (BSE). Режим secondary electrons (SEI) чувствителен к рельефу поверхности образца, поэтому он применялся для изучения морфологии поверхности образцов. Режим обратно отраженных электронов (BSE) чувствителен к композиционному контрасту, т.е. компоненты образца, имеющие разный состав, будут иметь разные оттенки в градациях серого на BSE-изображениях. Это позволяет визуализировать разницу в составах между составляющими образца.

Поверхности осевых срезов были предварительно отшлифованы и отполированы, т.к. после получения срезов на электро-эрозионном станке их поверхность была непригодна для СЭМ -исследований, ввиду большой шероховатости поверхности, что не позволило бы увидеть саму структуру материала. С помощью методов СЭМ изучали поверхность изломов и содержание многочисленных чашеподобных углублений (ямок), что позволило не только наблюдать включения, но и идентифицировать их состав.

Метод ПЭМ даёт возможность характеризовать структуру образца в объёме и на поверхности, также позволяет определить качественный фазовый состав образца и определить ориентационные соотношения между элементами структуры образца. Для исследования тонкой микроструктуры с большим увеличением использовался ПЭМ (просвечивающий электронный микроскоп) JEOL JEM2100. Для ПЭМ были подготовлены прозрачные для пучка электронов фольги. Для этого вырезались пластинки с размером 5 на 3 на 0,6 мм. Далее пластинки механически утонялись с помощью абразивной бумаги, чтобы достичь

толщины 0,10-0,15 мм. Для исследований тонкой структуры полученные пластинки подвергались методике струйной полировки на специальной установке «Тепирол-5», помещаясь в раствор из 20 % HNO₃ и 80 % метанола, температура составляла - 25°C и соответствовало напряжению 15-20 В.

Методика механических испытаний

Механические испытания на растяжение осуществляли для определения качественных и эксплуатационных характеристик материала, в том числе прочности и пластичности. Свойства, определяемые при этих испытаниях, приведены в многочисленных стандартах по техническим условиям на материалы [51,52].

Для исследования брали образцы, общий вид которых приведён на Рисунок 2.2.2. с круглым сечением с рабочей базой L 5 мм D мм. Данная база значительно отличается от базы образцов по ГОСТ (ГОСТ 1497-84, ИСО 6892-84, СТ СЭВ 471-88). Данная геометрия образцов была выбрана, поскольку ее использование позволяло проще фиксировать этап образования пор при растяжении методом СЭМ (после продольной резки образца после растяжения до некоторого ε^*). Образцы закрепляли в лабораторной машине Shimadzu AG-50kNX и растягивали с постоянной скоростью $1,4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при комнатной температуре. В процессе испытаний материала фиксировались изменение деформации с помощью видеоэкстензометра, которым оснащена испытательная машина.

На станках ЧПУ из полученных катанок (прутков диаметром поперечного сечения 10 мм) изготавливались цилиндрические образцы, общий вид которых изображён на Рисунке ниже:

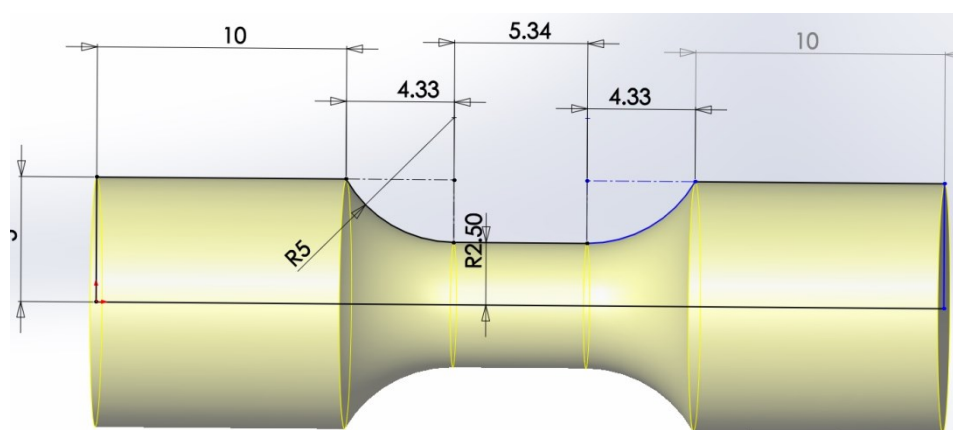


Рисунок 2.2.2. Инженерное изображение типа исследуемых образцов.

После изготовления образцы подвергались термической обработке и далее проводились испытания на статическое механическое растяжение. По сечению образца создается однородное напряженное состояние, материал находится под действием нормальных и касательных напряжений. Растягивающее усилие создает напряжение в испытываемом образце и вызывает его удлинение. После механических испытаний образцы исследовались методами СЭМ.

Публикации по теме исследования:

[66] Magomedova, D.K. Influence of grain size and second phase particles on the process of void initiation / Magomedova D.K., Murashkin, M. Y. // Journal of Physics: Conference Series. 2018. 991. 1. 012055.

[67] Magomedova, D.K. Technique development for conducting mechanical tests to study the pore formation process in case of material fracture / Magomedova D.K., Efimov M.A., Murashkin, M. Y. // AIP Conference Proceedings. 2018. 1959. 070021.

Глава 3. Структура и механические свойства сплава в различных состояниях

Механические свойства и поведение материала при нагрузках определяются структурой исследуемого материала. Именно поэтому перед проведением механических испытаний изучали структуру исследуемого алюминиевого сплава.

3.1. Структура сплава Al-6101 в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состоянии

Микроструктура сплава в исходном КЗ состоянии была исследована с помощью СЭМ и ПЭМ. Исходный сплав, обработанный по традиционной технологии закалки и старения, согласно СЭМ имел микроструктуру со средним размером зерна 100 мкм, светлые точки – интерметаллидные частицы первичной фазы Al-Fe на основе примесного Fe кристаллизационного происхождения, размер ≈ 5 мкм. (Рисунок 3.1.1.а).

Также в структуре исследуемого сплава были обнаружены интерметаллические кристаллические включения (светлые частицы) размером от 0,5 до 7 мкм (Рисунок 3.1.1.б) - это распределённые интерметаллические частицы на основе Al-Fe характерные для данных алюминиевых сплавов [64]. Данные частицы – это как раз интерметаллидные частицы кристаллизационного происхождения на основе Al-Fe, на которых, как будет показано далее, происходит образование пор и разрушение при нагружении. Эти частицы не растворяются и не трансформируются при нагреве под закалку, т.е. производимые в используемом интервале температур термообработки на них практически не влияют (более подробно частицы будут рассмотрены ниже).

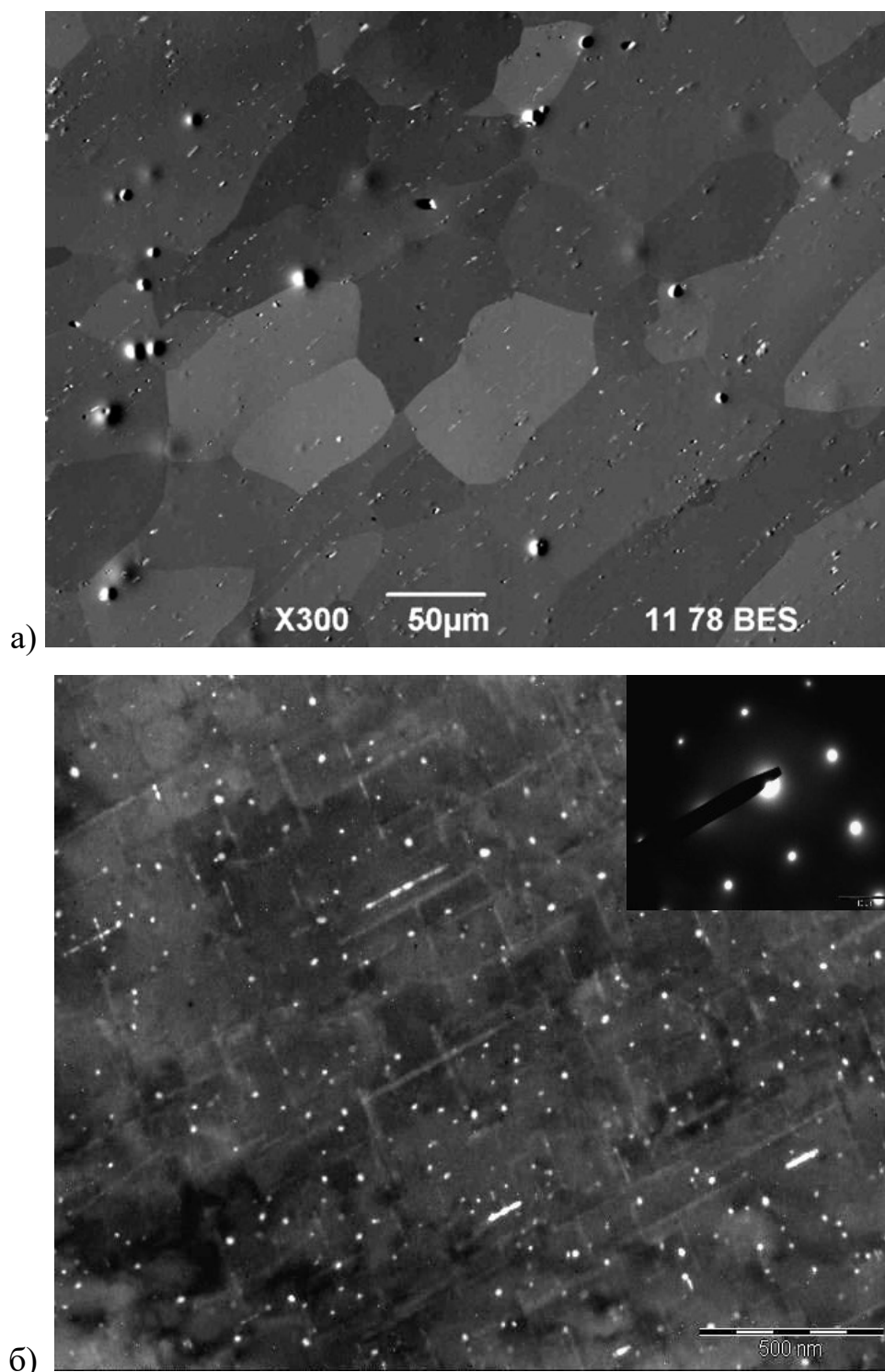


Рисунок 3.1.1. а) СЭМ- и б) ПЭМ-изображения микроструктуры сплава после закалки и последующего искусственного старения при 170°С.

Исследования с помощью ПЭМ сплава в КЗ состоянии выявили также очень мелкие дисперсные частицы размером от 3 до 20 нм (Рисунок 3.1.2). Данные частицы – дисперсные частицы вторичной упрочняющей β' -фазы Mg_2Si , образовавшиеся в результате закалки со старением. Анализ электронограммы

подтверждает, что наблюдаемые частицы – это частицы вторичной фазы β' -фазы Mg_2Si (Рисунок 3.1.2.), известные для сплавов данной системы [68].

Выделения упрочняющей фазы Mg_2Si в направлении (001) в крупнозернистом сплаве 6101 после стандартной обработки Т6 (ПЭМ), отмечены выделением игольчатой метастабильной β'' -фазы.

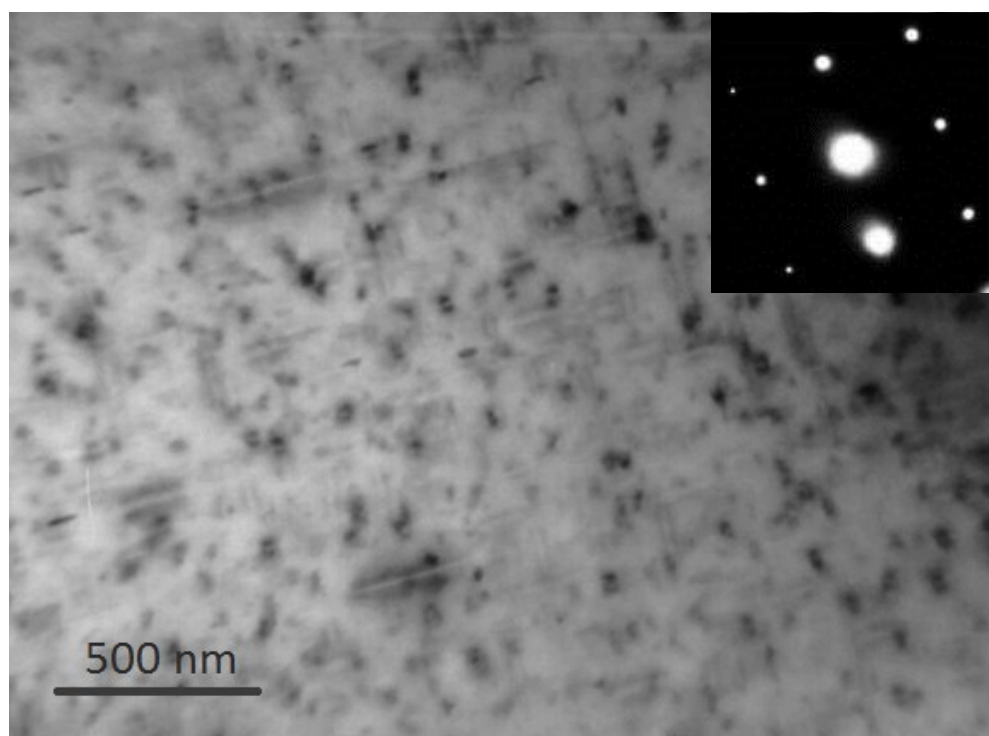


Рисунок 3.1.2. Микроструктура сплава (ПЭМ) после закалки и последующего искусственного старения при $170^{\circ}C$ (SST+ $170^{\circ}C$) с частицами игольчатой метастабильной упрочняющей фазы $\beta''Mg_2Si$.

Согласно данным ПЭМ (Рисунок 3.1.3) в результате РКУП-К в сплаве сформировалась УМЗ структура с размером зерна Al-матрицы от 400 до 600 нм. Формирование УМЗ-структуры при РКУП-К сопровождалось распадом твердого раствора и формированием дисперсных частицы второй фазы также размером от 3 до 20 нм за счет динамического старения (ДС). Динамическое старение наблюдалось ранее в различных сплавах Al-Mg-Si при ИПД как при повышенной [10,12,15,41,69-74], так и при комнатной температуре [62,68,71]. Согласно исследованиям [10,12,15,41,69-74] в процессе РКУП-К формирование ультрамелкозернистой структуры в сплаве сопровождалось процессом распада

твердого раствора - динамическим деформационным старением (ДДС). Проявление этого процесса характерно для закаленных алюминиевых сплавов, подвергаемых деформационной обработке и ИПД [68-70].

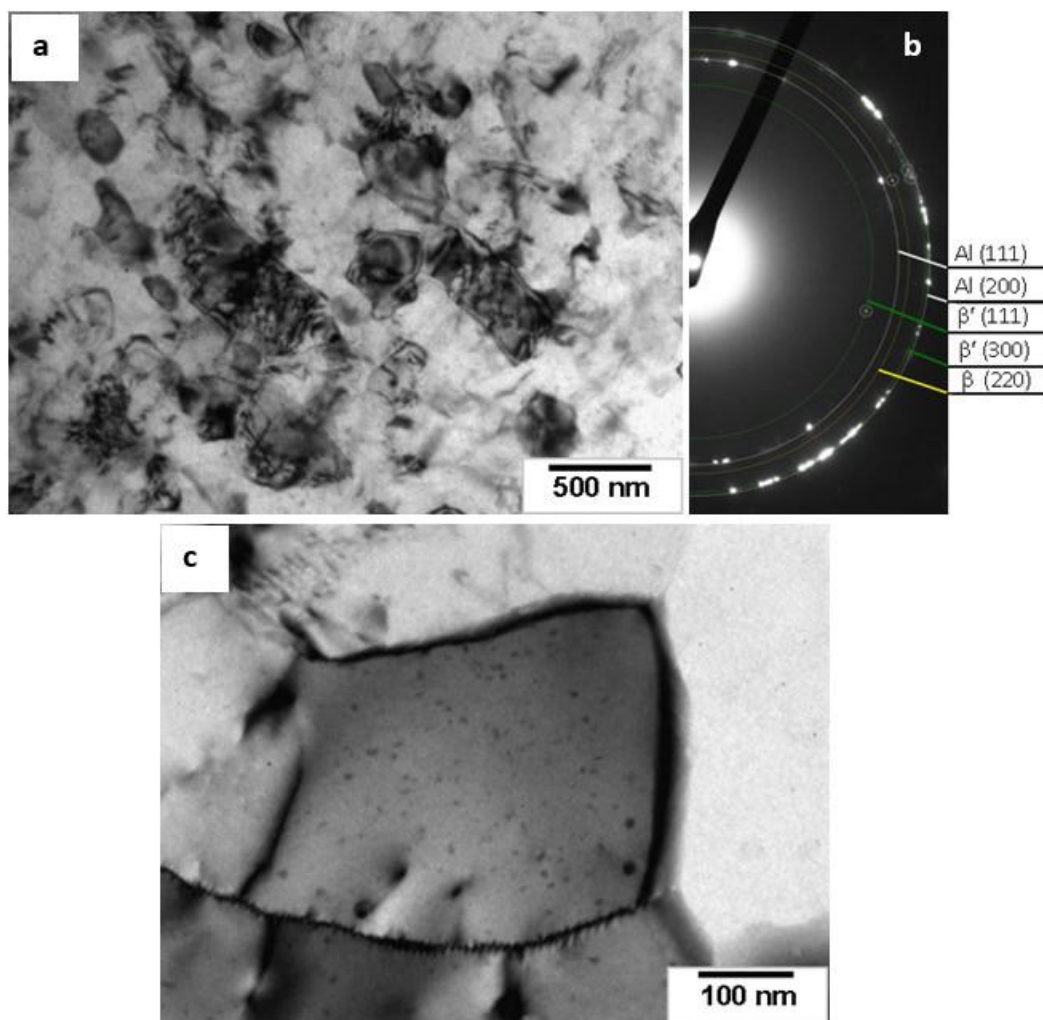


Рисунок 3.1.3. (а) Микроструктура (ПЭМ) и (б) картины сплава Al 6101 после РКУП-К; и (в) вид упрочняющих выделений второй фазы, образовавшихся в матрице алюминиевого сплава после обработки РКУП-К [10].

СЭМ-исследования частиц Al-Fe

Структура поверхности осевого сечения образцов исследовалась с помощью электронной микроскопии методами СЭМ. Образцы разрезались вдоль оси на электро-эрозионном станке ARTA 123-PRO с прецизионной точностью 1-2 мкм. Далее поверхность среза шлифовалась и полировалась до шероховатости поверхности в 50 нм.

СЭМ исследование частиц Al-Fe образцов с КЗ структурой

На Рисунке 3.1.4. представлена область образца с белыми частицами, которые представляют собой частицы на основе железа. Данное утверждение сделано на основе рентгеновской энерго-дисперсионной спектроскопии, результаты которой представлены в Таблице 3.1.1, которые указывают на повышенное содержание частиц железа по светлым областям, указанным на Рисунке 3.1.4.

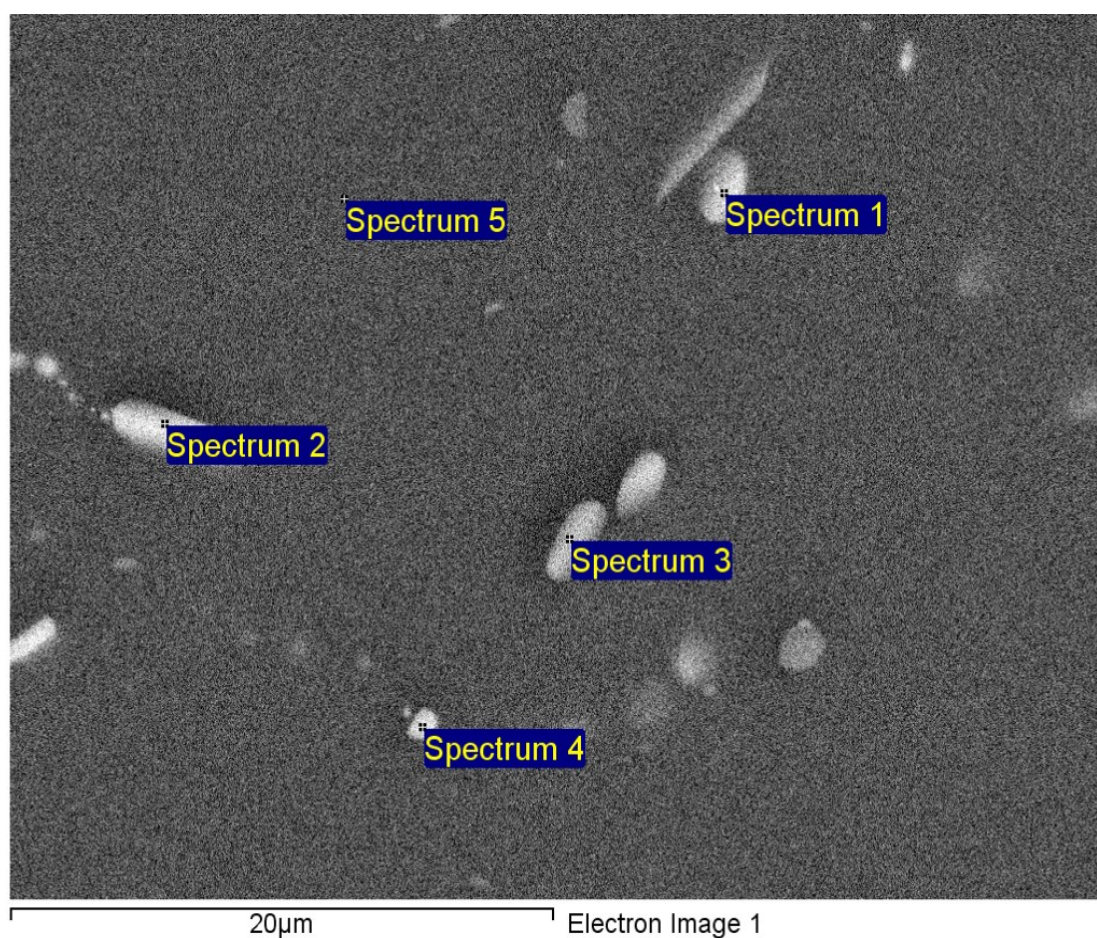


Рисунок 3.1.4. Поверхность осевого среза образца с КЗ структурой.

EDX – анализ (аналитический метод элементного анализа твёрдого вещества) частиц показал наличие в частицах повышенного относительно матрицы содержания Fe, Si (Таблица 3.4.1). Такой состав характерен для частицы интерметаллидов на основе Al-Fe в алюминиевых сплавах системы Al-Mg-Si, не содержащих Mn и/или Cr [75]

Таблица 3.1.1. Содержание элементов по областям образца, представленным на Рисунок 3.1.4.

Spectrum	Mg (wt.%)	Al (wt.%)	Si (wt.%)	Fe (wt.%)
Spectrum 1	0.57	85.92	7.67	5.83
Spectrum 2	0.75	86.57	7.62	5.07
Spectrum 3	0.68	88.54	6.93	3.85
Spectrum 4	0.69	91.92	3.20	4.19
Spectrum 5	0.81	98.51	0.69	0.00
Mean	0.70	90.29	5.22	3.79

Скорей всего, интерметаллид образуется как тройное соединение $AlFeSi$, с учетом что содержание кремния в частицах (в сканируемых областях) так же заметно повышено относительно среднего по сплаву (0,60 %). Данные частицы не растворяются и не изменяются в процессе отжига под закалку и не изменяются при последующих термообработках (отжигах на старение) [29]. Далее данные частицы мы для сокращения будем называть интерметаллидами на основе железа или $Al-Fe$. Это подтверждает, что наблюдаемые частицы – это частицы интерметаллидов на основе $Al-Fe$. Спектр №5 не соответствует области с белыми частицами, и, как показывает анализ, этот спектр также не содержит Fe . Размеры частиц $Al-Fe$ в КЗ имеют размеры до 7 μm .

СЭМ исследование частиц $Al-Fe$ образцов с УМЗ структурой

Аналогичный вышеописанному анализ поверхности осевого среза был подготовлен для УМЗ образцов, полученных методом РКУП-К. Частицы $Al-Fe$ выделяются на поверхности и можно также оценить их расположение и размеры. Предыдущий анализ показал, что светлые частица на осевых срезах являются интерметаллидами железа, поэтому для УМЗ образцов достаточно оценить размеры данных частиц (Рисунок 3.1.6).

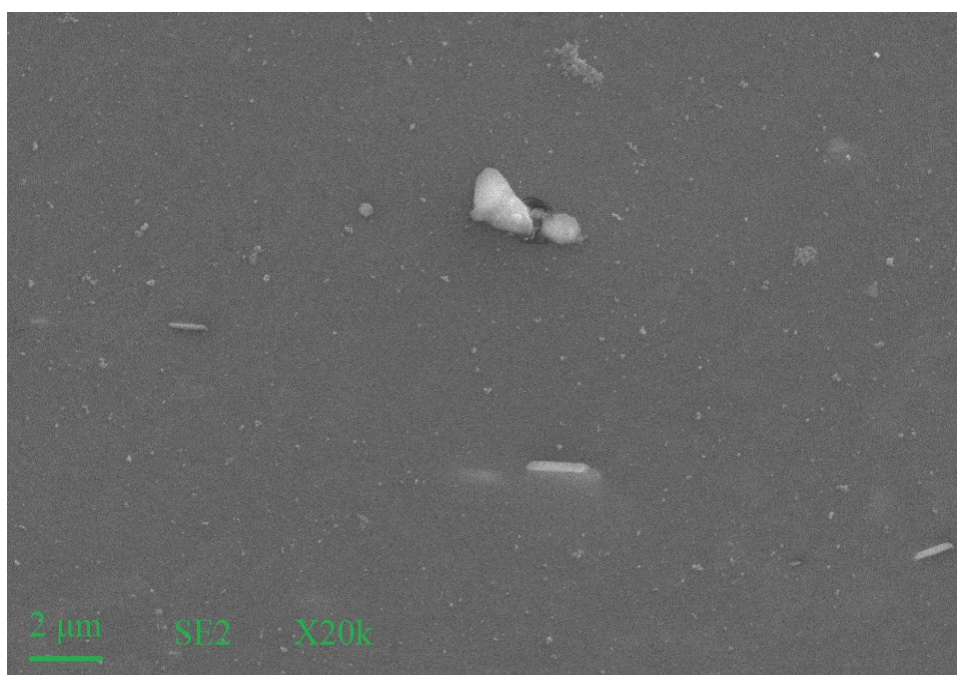


Рисунок 3.1.5. Поверхность осевого среза образца с УМЗ структурой и геометрическими метками для частиц Al-Fe.

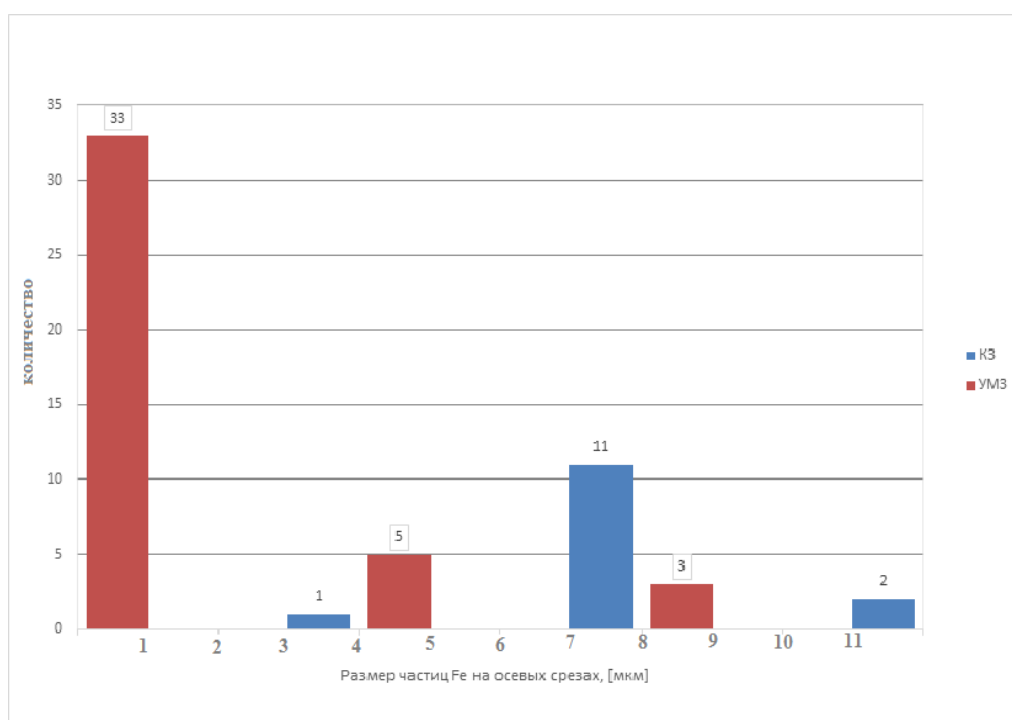


Рисунок 3.1.6. Гистограмма распределения размеров частиц Al-Fe в КЗ и УМЗ образцах.

На основе данных, полученных для УМЗ структуры, можно сделать вывод, что размеры частиц Al-Fe в УМЗ материале имеют размеры до 2 μm . Объединив с

данными для КЗ материала, можно утверждать, что обработка методом РКУП-К приводит к измельчению частиц Al-Fe от 7 до 2 μm в сплаве 6101.

3.2. Механическое поведение сплава Al-6101 в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состоянии

На Рисунке 3.2.1.а-в представлены диаграммы σ (ϵ) для образцов разного структурного состояния. По диаграммам разрушения вычисляются основные прочностные характеристики материала, которые представлены в Таблице 3.2.1.

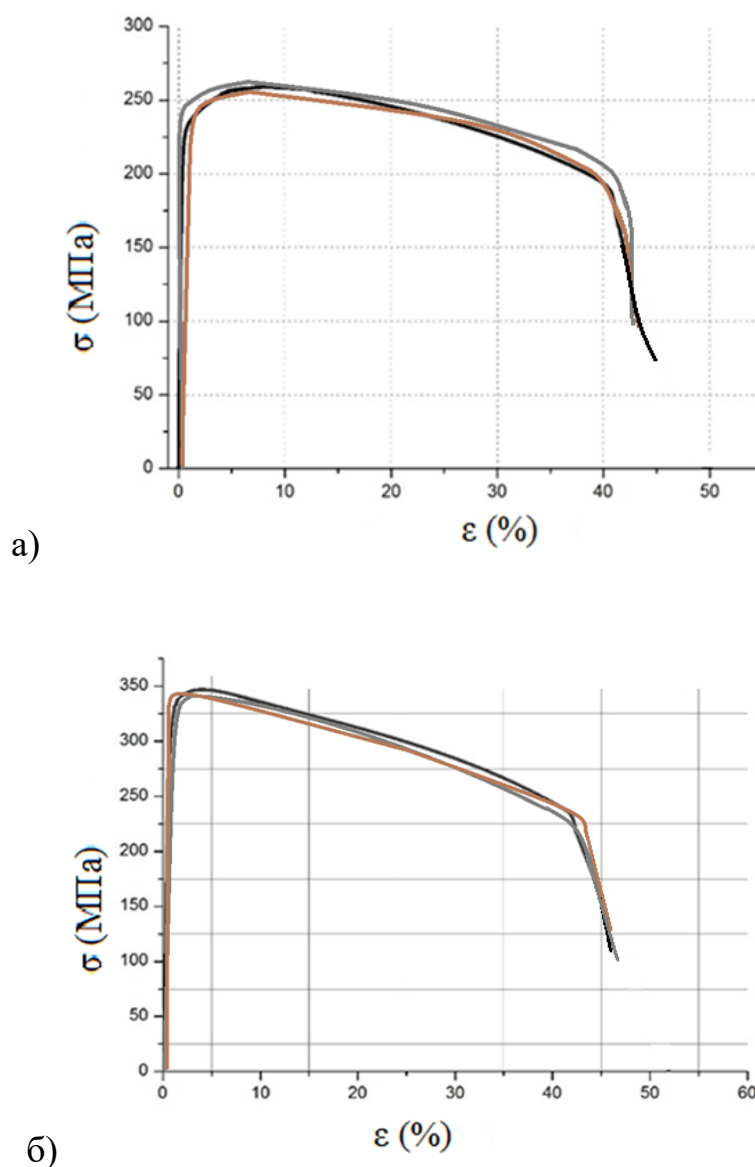


Рисунок 3.2.1. Диаграммы деформирования, полученные при растяжении образцов с а) КЗ, б) УМЗ структурой.

Таблица 3.2.1. Средние значения пределов текучести и прочности для: а) КЗ и б) УМЗ образцов.

Тип структуры	Предел текучести, МПа		Предел прочности, МПа		Относительная деформация, %	
		ср. знач.		ср. знач.		ср. знач.
КЗ	220	230±10	255	265±10	46	45±5
	230		266		43	
	240		274		44	
УМЗ	315	304±10	341	351±10	46	44±5
	303		150		47	
	294		362		48	

Можно сделать вывод, что образцы КЗ и УМЗ структуры сплава 6101 обладают примерно одинаковой относительной деформацией удлинения до разрушения ~50%.

Для сравнения международный стандарт [23] описывает механические свойства сплава 6101 в следующих значениях:

- 6101-О (отожженный, нагревают при 415 ° С в течение 2-3 часов): максимальный предел прочности на растяжение не более 150 МПа и максимальный предел текучести не более 83 Мпа, относительное удлинение (растяжение до полного разрушения) 10–18%;
- 6101-T4 (растворенный и искусственно состаренный): предел прочности на разрыв не менее 180 МПа и предел текучести не менее 110 МПа, относительное удлинение 10-16%;
- 6101-T6 (растворенный, растянутый без напряжения и искусственно состаренный): предел прочности на растяжение не менее 290 МПа и предел текучести не менее 240 МПа, удлинение 8% или более.

Можно отметить, что полученные значения пластичности (около 50 %) заметно выше, чем данные ГОСТ для КЗ состояния и данных [55,68] для УМЗ состояния.

Это объясняется тем, что в нашем эксперименте для исследования выбирали образцы с «короткой» рабочей базой L 5 мм D 10 мм по сравнению с образцами ГОСТ.

Образцы с УМЗ структурой показали прочность на 25 % выше, чем образцы в КЗ состоянии. Ранее в работах [29,30,68] были указаны примерно такие же значения прочности для сплава 6101, обработанным методом РКУП-Комформ, для испытаний, проводившихся на цилиндрических образцах по ГОСТ. Увеличение прочности и предела текучести в результате РКУП-К объясняется уменьшением размера зерна сплава. Зернограничное упрочнение - результат измельчения зерна при РКУП-конформ складывается с дисперсионным упрочнением (являющимся результатом естественного старения после РКУП-конформ).

Построение диаграмм истинная деформация – истинное напряжение [106]

При испытаниях на растяжение образцов на универсальной испытательной установке записывается так называемая машинная (она же условная) диаграмма деформирования «усилие P – перемещение захвата Δl_{Σ} » (Рисунок 3.2.2). В результате определялись следующие характеристики:

- σ_B – предел прочности, Н/мм²;
- $\sigma_{0,2}$ – условный предел текучести, Н/мм²;
- δ_5 – относительное удлинение после разрыва, %.

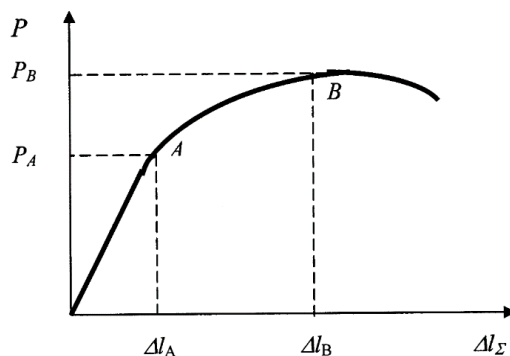


Рисунок 3.2.2. Схема машинной диаграммы деформирования.

Условные диаграммы деформирования материалов в координатах «напряжение σ - деформация ε » получали путем пересчета машинных диаграмм

деформирования «усилие P – перемещение захвата Δl_{Σ} ». Однако условные диаграммы растяжения, а также параметры, определяемые из них, не совсем корректно показывают поведение материала, поскольку в условной диаграмме: 1) есть еще вклад, вносимый деформацией испытательной машины; 2) в условных диаграммах при растяжении напряжения рассчитываются из соотношения:

$$\sigma = P/S_0, \quad (3.2.1)$$

где S_0 – исходная площадь сечения образца, однако при растяжении площадь сечения образца меняется. Для корректной записи описания механического поведения материала рассматривается диаграмма истинная деформация – истинное напряжение, и ниже описана методика их построения.

Деформация машины состоит из двух частей: упругой Δl_M^Y и пластической $\Delta l_M^П$, при этом упругая деформация линейно зависит от приложенной нагрузки, а пластическая деформация обусловлена только пластическим деформированием образца.

Первым шагом для пересчета кривой является определение $\Delta l_{\text{зазоры}}$. После определения $\Delta l_{\text{зазоры}}$ из значения Δl_{Σ} (перемещение захвата) каждой точки кривой отнимается $\Delta l_{\text{зазоры}}$

$$\Delta l_{\Sigma} - \Delta l_{\text{зазоры}} = \Delta l'_{\Sigma} \quad (3.2.2)$$

Относительная деформация:

$$\varepsilon = \Delta l/l, \quad (3.2.3)$$

Истинные деформации:

$$e = \ln(S_0/S_t) = \ln(l+\Delta l)/l_0, \quad (3.2.4)$$

где S_t – текущее сечение образца.

Для построения истинных диаграмм деформирования материалов использовались координаты «истинные напряжения σ_i – истинные деформации e ». Значения σ_i и e рассчитывались по формулам 3.2.5 и 3.2.6:

До момента локализации деформации (т.к. объем постоянный) напряжение рассчитывалось по формуле:

$$\sigma_i = \sigma S/S_0 = \sigma d^2/d_0^2 = \sigma l_0/l \text{ или } \sigma_i = \sigma(1 - \varepsilon_1), \quad (3.2.5)$$

где σ – условное напряжение,

$$e_i = e_1 = \ln(1 + \varepsilon_1) \quad (3.2.6)$$

Формулы (3.2.5) и (3.2.6) применимы лишь до момента локализации деформации. После образования шейки деформация определяется с учётом изменения площади поперечного сечения:

$$e = \ln(S_0/S_t) \quad (3.2.7)$$

где S_0 - начальная площадь образца, S_t – текущая площадь образца в шейке.

Истинное напряжение разрушения находится по формуле:

$$\sigma_{\text{иразруш}} = \sigma_{\text{разруш.}} S_0/S_p \quad (3.2.8)$$

Для решения задачи диссертации в первом приближении считаем, что участку от $\sigma_{\text{ив}}$, т.е. с начала локализации деформации, до разрушения соответствует линейное увеличение истинного напряжения с ростом истинной деформации.

На кривой истинная деформация - истинное напряжение указываем точку $\sigma_{\text{иразруш}}$. Соединим точки $\sigma_{\text{ив}}$ и $\sigma_{\text{иразруш}}$ и получим кривую на участке локализации деформации для первого приближения.

В результате получаем искомую диаграмму истинная деформация – истинное напряжение. В тот момент, когда напряжение превзойдет прочность образца, он разорвется.

Для исследования закономерностей разрушения Al сплавов 6101 актуально построение истинных кривых деформация - напряжение при статическом растяжении, а также их анализ для выявления причин повышенного истинного напряжения разрушения.

После разрушения были получены по 2 симметричных части исходных образцов, которые далее были использованы для микроструктурного анализа поверхности разрушения нашего материала во всех структурных состояниях.

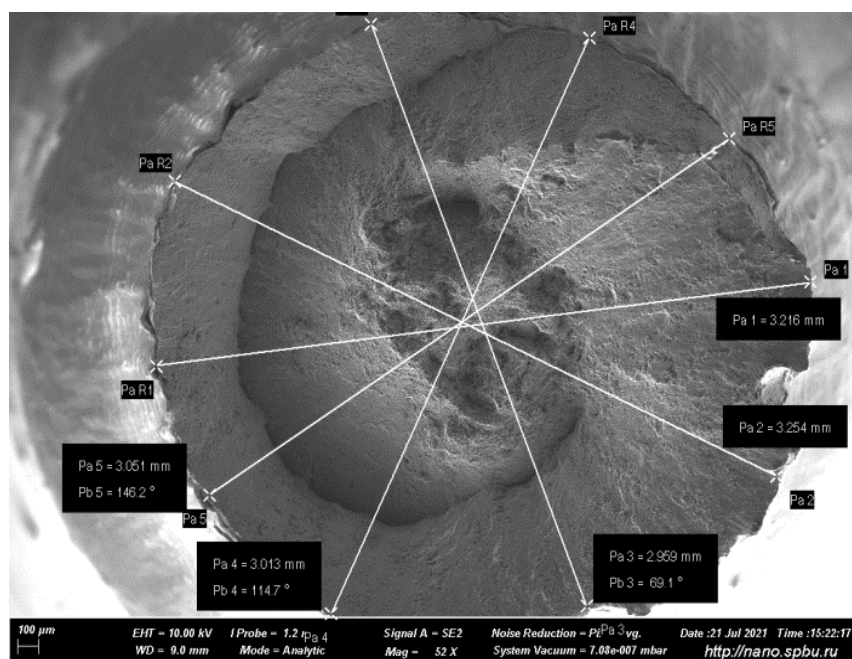


Рисунок 3.2.3. Общий вид поверхности отрыва образца с УМЗ структурой для определения площади сечения образца при разрушении.

Для расчёта истинных деформаций до разрушения образцов в различных состояниях был измерен диаметр в сечении шейки (Рисунок 3.2.3, 3.2.4) на СЭМ в режиме secondary electrons (SEI).

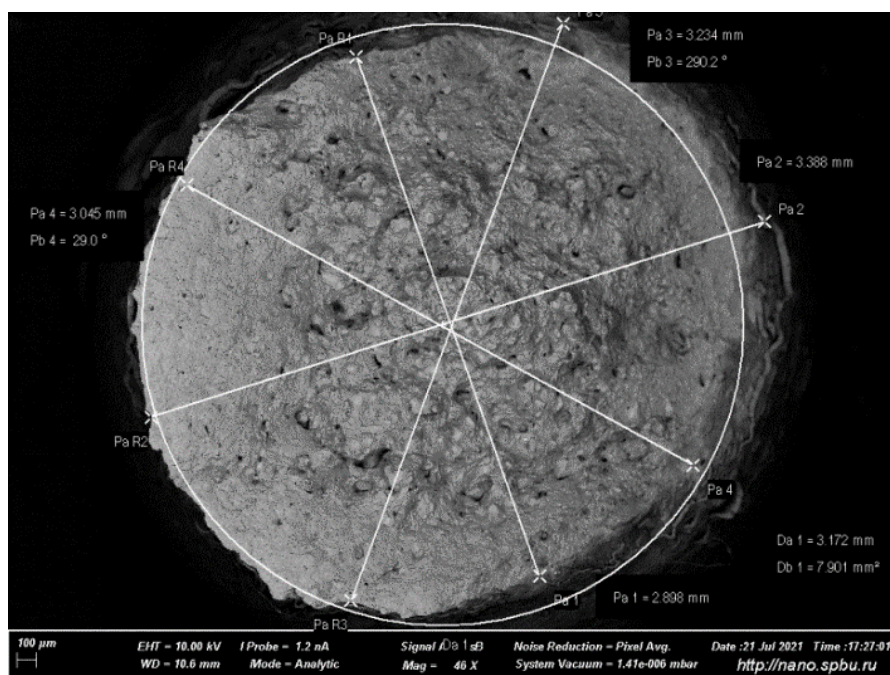


Рисунок 3.2.4. Общий вид поверхности отрыва образца с КЗ структурой для определения площади сечения образца при разрушении.

По представленным выше условным диаграммам растяжения (были выбраны по одной типичной кривой испытаний на каждое состояние) и с учетом определенной по снимкам выше площади разрушения были построены диаграммы истинного напряжения от истинных деформаций для каждого состояния, которые приведены на Рисунке 3.2.5.

Условные диаграммы растяжения для УМЗ и КЗ состояний представлены на Рисунке 3.2.1. По полученным условным диаграммам растяжения, с учетом площади образцов после разрушения (определено по СЭМ снимкам) по описанной выше методике были построены истинные диаграммы растяжения КЗ и УМЗ состояний.

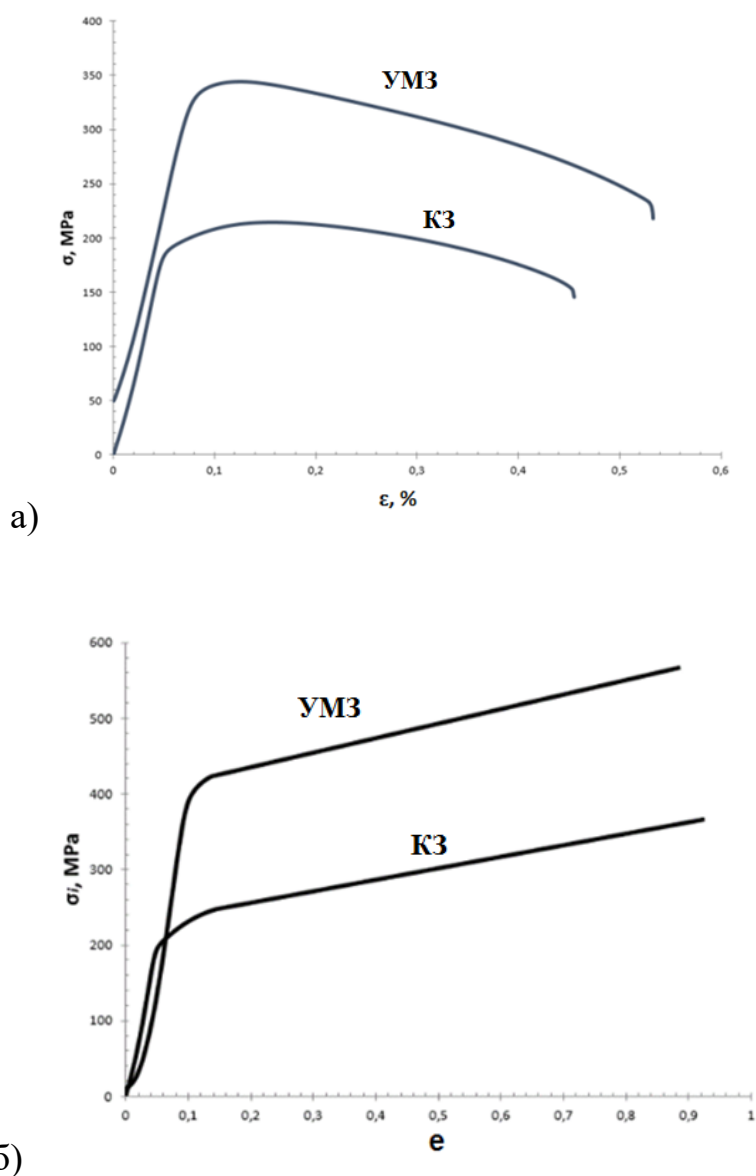


Рисунок 3.2.5. Истинные диаграммы, соответствующие состояниям образцов без учёта изменения сечения.

Таблица 3.2.2. Механические характеристики сплава.

Состояние структуры	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{в}$, МПа	$\epsilon_{рав}$, %	ϵ , %	$\sigma_{iразруш}$, МПа	$\epsilon_{разр}$
КЗ	230	265	2	45	365	0,92
УМЗ	304	351	5	46	565	0,95

где $\delta_{рав}$ (%) - равномерная деформация.

В Таблице 3.2.2 представлены определенные по кривым значения механических характеристик для КЗ и УМЗ структур. Экспериментальные данные показали увеличение прочности и предел текучести на 25 % материала с УМЗ структурой относительно крупнозернистого материала. Аналогичные результаты экспериментальных исследований для сплава 6101 после применения метода РКУП-К был представлен в работах [18,19]. Также можно сделать вывод о равенстве истинных деформаций до разрушения сплава 6101 в ультрамелкозернистом и в крупнозернистом состояниях, при условии учёта погрешности измерений, а также о повышенном значении истинного напряжения разрушения УМЗ образцов относительно образцов в КЗ состоянии.

3.3. Определение начального этапа разрушения – начала формирования пор

На начальном этапе был проведен эксперимент по установлению первой стадии разрушения, на которой появляются поры внутри материала. Для этого образцы в разных состояниях растягивались до различных значений напряжений, т.е. экспериментальным путём определяли напряжения/деформации, при которых образцы начинали разрушаться путём образования пор внутри них, без образования трещин.

Первоначально наличие пор было оценено методом оптической микроскопии и, если поверхность среза была без дефектов, следовательно, поры ещё не

образовались, и выбранный режим остановки механического испытания не подходил для поставленной задачи. Далее увеличивали напряжение на 50 МПа с каждым шагом до тех пор, пока не обнаружались дефекты в виде пор при осмотре осевых срезов на микроскопе. После этого осевые срезы детально исследовались методами СЭМ.

Если растяжение проводили до $\sigma_{\text{макс}}$ и эксперимент останавливали, а внутри не обнаружили поры, значит, образцы ещё не достигли первой стадии процесса разрушения. Если же растяжение проводили до $\varepsilon^* \approx 40\%$ что в пересчете на истинную деформацию составляет $e^* \approx 0,7$, то образцы ещё не разрушались, но внутри образцов уже образовывались трещины, что символизировало собой вторую стадию разрушения – когда поры уже объединились/слились в трещины. В результате был установлен режим растяжения, при котором фиксировали появление пор внутри материала: на Рисунке 3.3.1 и Рисунке 3.3.2 приведены диаграммы, соответствующие испытаниям с остановкой растяжения при ε^* (e^*).

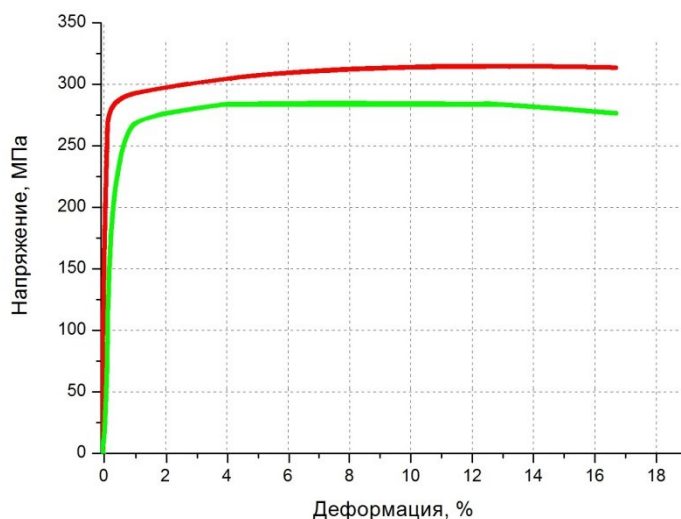


Рисунок 3.3.1. Диаграмма напряжение-деформация для образцов КЗ структуры при нагружении не до разрушения.

Чтобы обнаружить наличие и оценить размеры и положение пор в структуре материала после механических испытаний продеформированные образцы разрезались вдоль оси на электроэрозионном станке ARTA 123-PRO с прецизионной точностью 1-2 мкм. Поверхность осевого среза шлифовалась и

полировалась до шероховатости поверхности в 50 нм. Структура поверхности осевого сечения образцов исследовалась методом СЭМ.

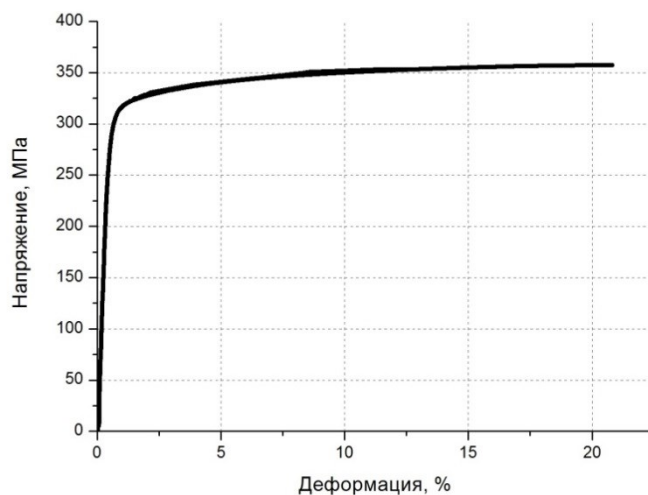


Рисунок 3.3.2. Диаграмма напряжение-деформация для образцов УМЗ-структуры при нагружении не до разрушения.

В результате эксперимент проводился следующим образом: сначала проводилось растяжение до разрушения, на основе полученных данных экспериментально определялась ε^* : в режиме контроля достижения данной деформации, останавливался эксперимент по растяжению для каждого вида образца. Если разрушение наступало при $\varepsilon \approx 45\%$, то рассматривали $\varepsilon^* < 45\%$, т.е. для начала $\varepsilon^* \approx 44\%$, но либо были зафиксированы трещины внутри материала, либо образец разрушался при снятии с креплений установки. При $\varepsilon^* \approx 40\%$ удалось не только остановить эксперимент до разрушения образцов и убрать их из захватов машины, но также зафиксировать образованные поры, которые ещё не слились в трещины, которые, в свою очередь, символизируют собой вторую стадию процесса разрушения.

3.4. Определение изменения микротвёрдости сплава Al-6101 в крупнозернистом и ультрамелкозернистом состоянии

Были проведены исследования микротвёрдости образцов сплава в различных состояниях после растяжения до разрушения. Измерялась микротвёрдость непосредственно рядом с областью разрушения (где деформация достигала максимума $\varepsilon=0,5$), в области 1.5 мм от излома, и на недеформированных захватах образцов. Исследования показали, что значение микротвёрдости в области захватов образцов наибольшее в УМЗ состоянии, а при КЗ значения несколько меньше (порядка 100 единиц) и в пределах погрешности измерения примерно равны. В области середины рабочей базы микротвёрдость у всех образцов повышается, поскольку здесь происходит некоторый наклеп в материалах, в связи с деформацией. Максимальное повышение микротвёрдости для всех состояний наблюдается в области, приближенной к излому, где соответственно происходит максимальная деформация сужения. Микротвёрдость в области излома возрастает для всех состояний примерно на 10 единиц (около 10 %), по сравнению с недеформированной областью. Это отражает наклеп (деформационное упрочнение после превышения предела текучести) и упрочнение материала при деформации до разрушения растяжением, причем наклеп и упрочнение КЗ и УМЗ материала происходит примерно в равной степени.

Таблица 3.4.1. Данные изменения микротвёрдости на образцах в различных состояниях после растяжения до разрушения

Состояние	База	1,5 мм от излома	Излом
КЗ	94,0	111	130
	94,8	99,4	116
	91,8	104	112
	90,9	102	111
	91,5	109	129

	92,4	98,1	112
	91,8	95,8	128
	93,6	98,9	115
Средн.	93	102	119
УМЗ	128	129	140
	129	129	134
	126	133	137
	128	134	132
	121	131	133
	126	131	141
	129	130	140
	126	129	113
Средн.	127	130	134

Выводы по Главе:

- Относительная деформация до разрушения составляет ~50 % и не зависит от типа структуры сплава.
- Образцы с ультрамелкозернистой структурой, полученные методом РКУП-К, показывают прочность выше на 25 %, чем образцы в крупнозернистом состоянии после стандартной термической обработки.
- Повышение прочности связано с изменением прочности за счет измельчения зерна при РКУП-К, которое складывается с изменением прочности за счет дисперсионного упрочнения (являющимся результатом естественного старения после РКУП-К).
- Повышенное истинное напряжение разрушения УМЗ состояния определяет его повышенную устойчивость к формированию трещин.
- Истинная деформация, испытываемая материалом до формирования /раскрытия трещин и дальнейшего разрушения образцов сплава 6101 как в КЗ состоянии, так и в УМЗ состоянии с учетом погрешности измерений одинакова, и равна $\epsilon^*=0,7$.

Публикации по теме исследования:

[76] Магомедова, Д. К. Исследование механических свойств крупно- и мелкозернистого Al-6101 ПРИ СТАТИЧЕСКОМ растяжении / Магомедова, Д. К., Ефимов, М. А., Рябоконт, Д. В. // Техническая программа и тезисы школы молодых учёных «Структура и свойства высокоэнтропийных сплавов и покрытий». 2019 . С.43-44.

[77] Magomedova, D.K. Mechanical behavior of coarse- and fine-grained Al-6101 samples of different geometry under tension / Magomedova D.K., Gunderov, D. V., Efimov, M. A. // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2019. 672.

[78] Магомедова, Д. К. Распределение напряжений при статическом растяжении цилиндрических образцов из мелко- и крупнозернистого алюминиевого сплава 6101 / Магомедова Д.К., Чуракова, А. А. // Наноиндустрия. 2021. Выпуск 1.

[79] Магомедова, Д. К. Влияние геометрии и размера зерна на механические свойства Al 6101 при статическом растяжении цилиндрических образцов/ Магомедова Д.К. // Materials. Technologies. Design, Вестник УГАТУ, г. Уфа. Том 3. № 2(4). С.20-24.

[80] Magomedova, D.K. The dependence of mechanical properties of Al-6101 alloy on geometry of the samples with a groove during tensile tests / Magomedova D.K., Gunderov D. V. , Mavlutov A. M. // Journal of Physics: Conference Series. - 2021.- 1967(1).- 012023.

Глава 4. Результаты исследования поверхности изломов и осевого разреза образцов после растяжения методами СЭМ

4.1. Исследование поверхности изломов образцов

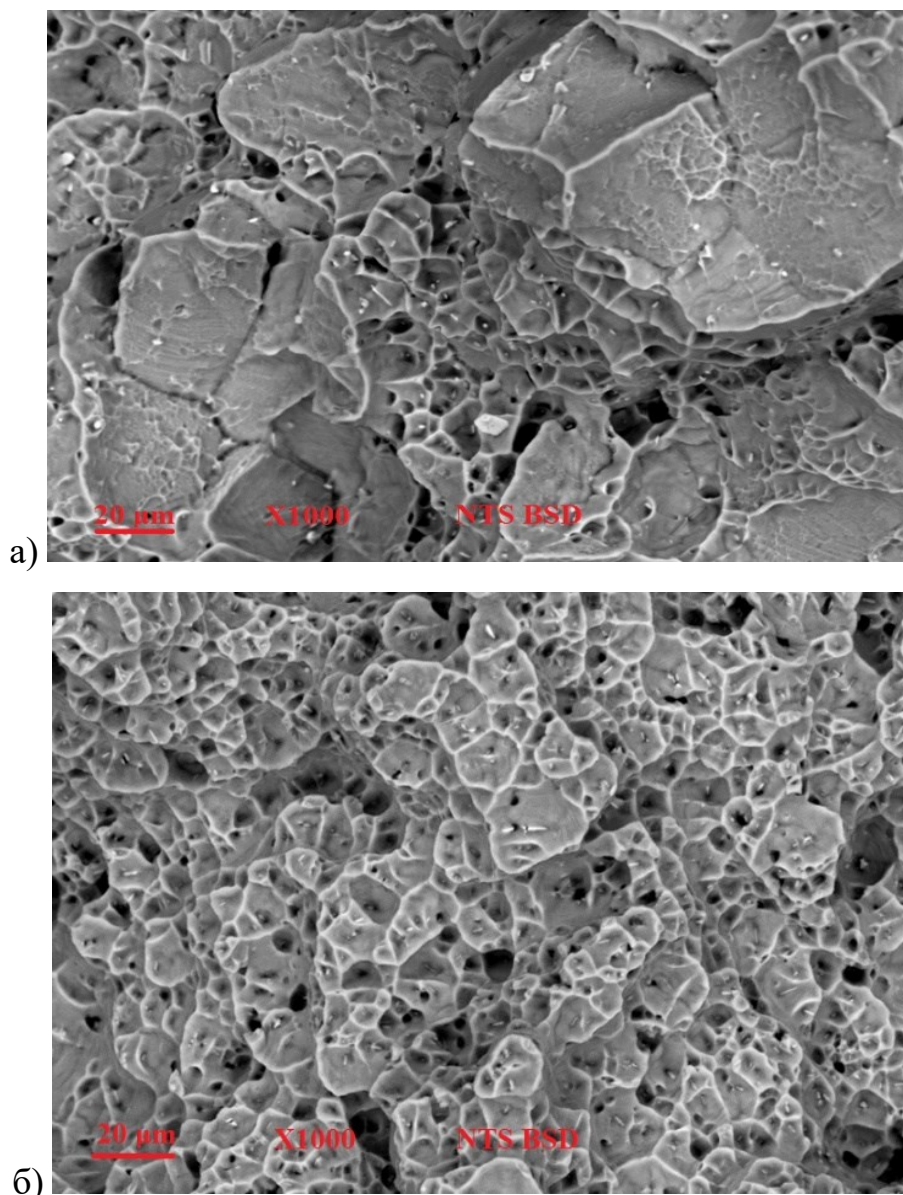


Рисунок 4.1.1. Общий вид области разрушения образцов с: а) КЗ; б) УМЗ структурой.

Как видно из изображений, представленных на Рисунке 4.1.1, поверхность излома образцов после статического растяжения при комнатной температуре образована ямками и носит преимущественно вязкий характер. Изломы имеют в

целом однородную структуру. На Рисунке 4.1.2. представлена гистограмма диаметра ямок изломов КЗ и УМЗ структур.

Ямки представляют собой места первичного образования пор при растяжении материала, которые в дальнейшем объединялись и образовывали трещины, которые сливались в большие трещины, по которым образцы и разрушились. Ямки излома являются центрами зарождения «разрушения» и их исследование представляет особый интерес.

Для выявления содержания частиц вторичных фаз и/или интерметаллидных частиц Al-Fe в ямках поверхности разрушения проводили химический анализ в режиме обратно отраженных электронов (BSE).

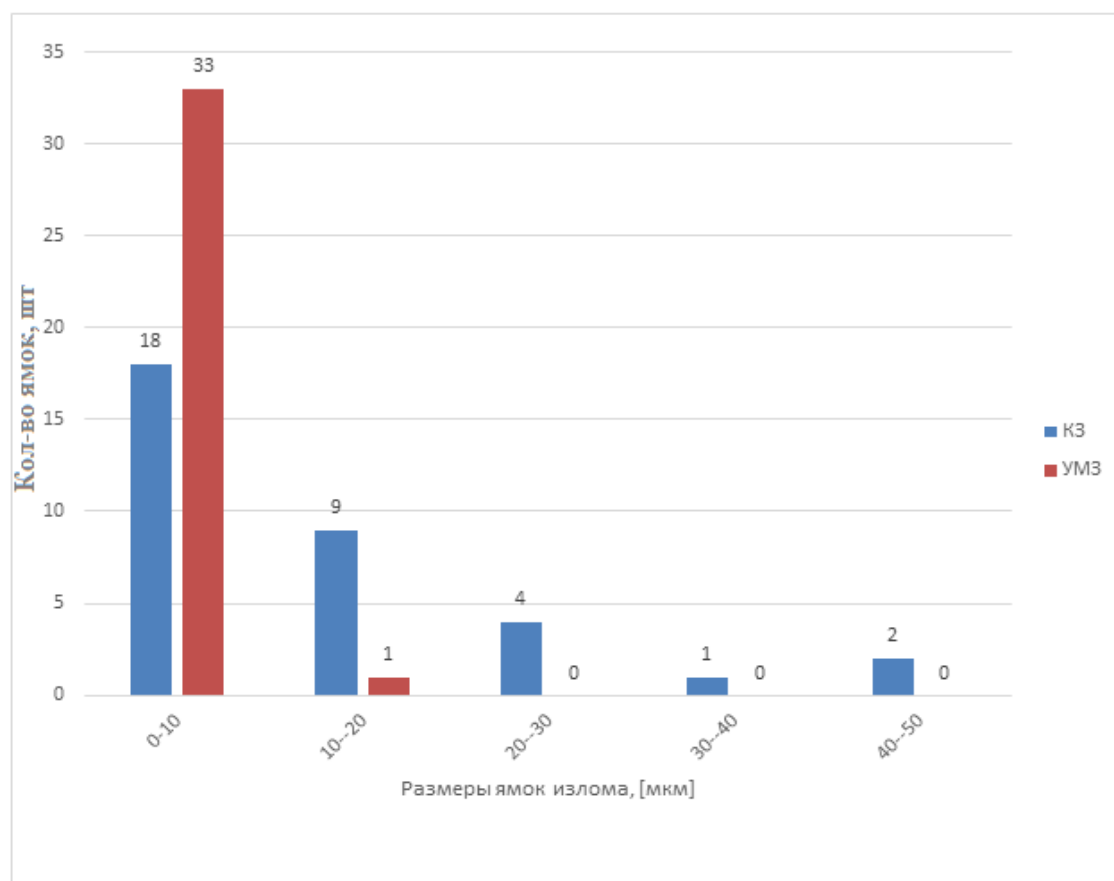


Рисунок 4.1.2. Гистограмма для диаметра ямок изломов КЗ и УМЗ структур.

Ни рисунках ниже представлены примеры выбранных областей на поверхностях разрушения и таблицы со средними значениями содержания соответствующих элементов (режим обратно отраженных электронов (BSE)).

В Таблице 4.1.1. приведены средние значения элементов, соответствующие представленным спектрам на Рисунке 4.1.3.и Рисунке 4.1.4 соответственно их структурным состояниям.

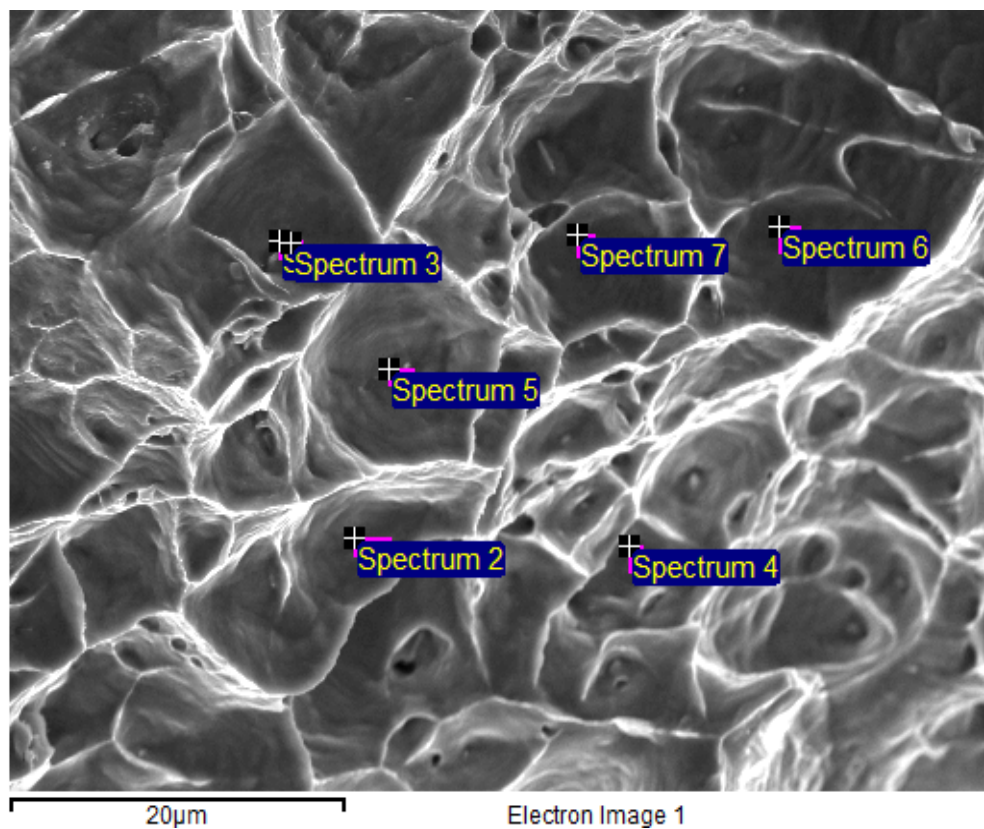


Рисунок 4.1.3. Поверхность излома образца с КЗ структурой.

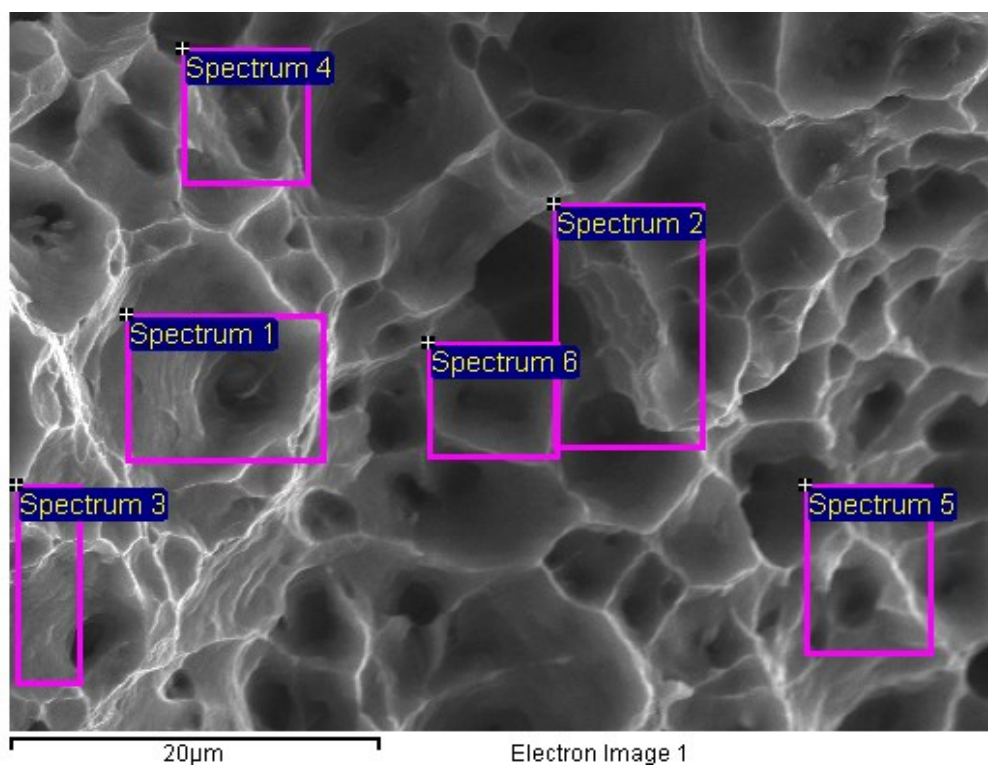


Рисунок 4.1.4. Поверхность излома образца с УМЗ структурой.

Таблица 4.1.1. Среднее содержание элементов в ямках излома КЗ и УМЗ образцов по данным спектрального анализа по основным элементам на Рисунках 4.1.3 и 4.1.4. соответственно.

	Mg (wt.%)	Si (wt.%)	Fe (wt.%)
Среднее содержание элементов в КЗ материале	1,5	2,97	4,74
Среднее содержание элементов в УМЗ материале	0,93	0,46	0,45

Анализ спектра поверхности разрушения показывает (Таблицы 4.1.1), что поверхность разрушения в КЗ состоянии содержит большой процент Fe. В большинстве точек измерений химического состава изломов образцов в КЗ повышено содержание Fe. Fe в алюминиевой матрице не растворяется, это примесь, ее количество небольшое, но на основе Fe и формируются крупные выделения микронных размеров. Крупные (размером несколько мкм) частицы интерметаллидов Al-Fe, образовавшиеся еще на этапе литья, являются областями зарождения пор и последующего разрушения Al сплавов после ИС при

растяжении. Соответственно, эти интерметаллидные частицы в большом содержании находятся на поверхности разрушения в глубине ямок, и спектр изломов показывает повышенное содержание Fe, многократно превышающее среднее содержание Fe в сплаве. В то же время при анализе химсостава поверхности разрушения РКУП видно, что состояние заметно отличается от химсостава для ИС: содержание Fe на поверхности излома РКУП заметно ниже. Предположительно это объясняется тем, что после РКУП меняется характер разрушения, т.к. областями зарождения пор и последующего разрушения могут являться другие элементы структуры, например, области более высокой плотности дислокаций, дефекты, сформированные при РКУП, и интерметаллиды железа уже не играют определяющую роль на формирование поверхности разрушения, либо они также несколько измельчаются при РКУП, что и приводит к их меньшему вкладу в разрушение.

Анализ снимков поверхности разрушенных образцов, представленных на Рисунках 4.1.1, 4.1.3, 4.1.4, соответствует описанию вязкого разрушения – ямки соответствуют одноосному растяжению с включениями.

Выводы по разделу:

1) Поверхность изломов носит ямочный характер и имеет однородную структуру;

2) Размер ямок на поверхности изломов у образцов КЗ структурой можно оценить размером до 10 μm , у образцов с УМЗ структурой – до 5 μm . Это свидетельствует, что в УМЗ состоянии при разрушении было задействовано сразу большое количество центров зарождения микродефектов, относительно состояния КЗ.

3) Поверхность разрушения КЗ состояния содержит большой процент Fe, превышающий среднее содержание Fe в сплаве. Крупные частицы интерметаллидов Fe-Al являются областями зарождения пор и последующего разрушения КЗ состояний при растяжении, и интерметаллидные частицы на основе Fe в большом содержании находятся на поверхности разрушения.

4) Содержание Fe на поверхности излома УМЗ состояния заметно ниже, чем в КЗ состоянии, следовательно центрами зарождения пор и «источником»

разрушения будут являться в большей степени другие дефекты/элементы структуры.

4.2. Исследование осевого сечения образцов Al 6101, полученных при статическом растяжении до деформации $\varepsilon \approx 40\%$

Чтобы более полно оценить влияние структуры на процесс разрушения, было проведено исследование структуры растянутых до значений истинной деформации ($\varepsilon^* = 0,7$) исследуемых образцов. Образцы, растянутые до ε^* , разрезались вдоль оси на электро-эрозионном станке ARTA 123-PRO с прецизионной точностью 1-2 мкм. Поверхность среза была подвергнута шлифовке и полировке до шероховатости поверхности в 50 нм и далее исследовалась с помощью электронной микроскопии. В данном случае представляла интерес опять структура материала, но уже внутри самого образца.

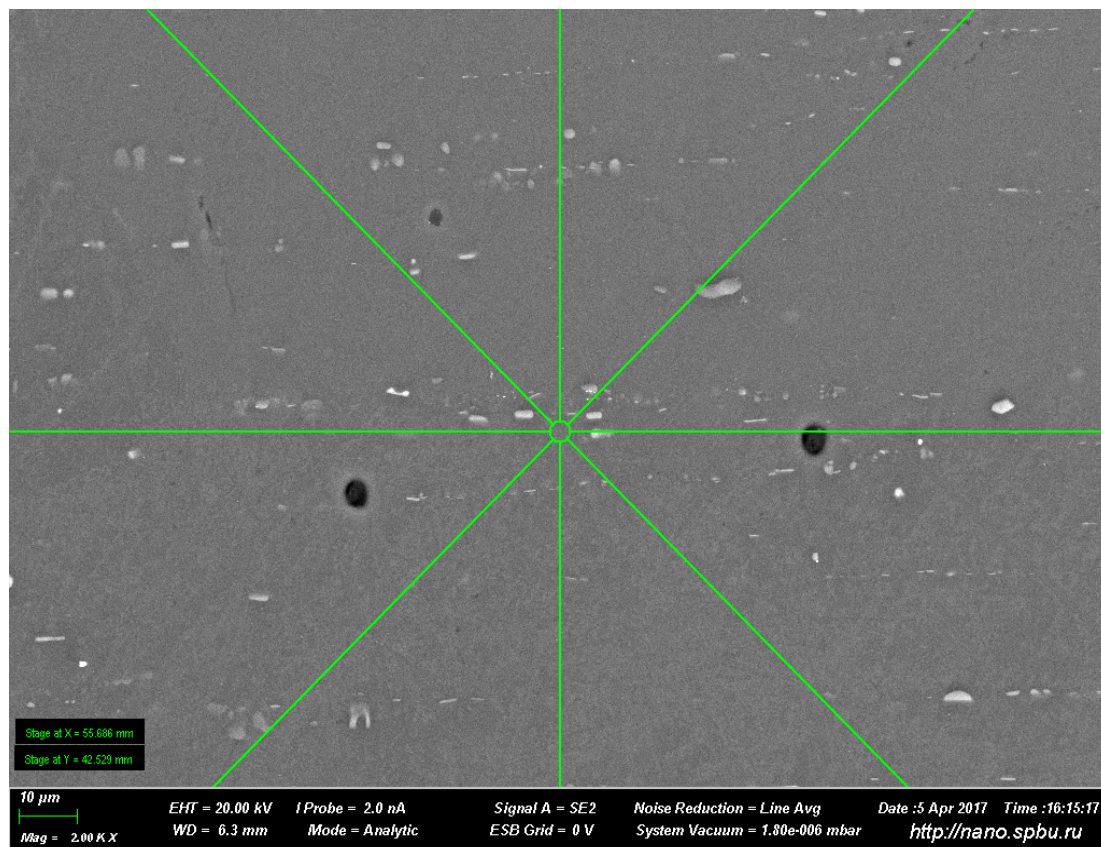


Рисунок 4.2.1. Снимок осевого сечения образца с КЗ структурой после растяжения до ε^* .

Рисунок 4.2.1. представляет собой полученное с помощью СЭМ изображение осевого сечения для КЗ образца. Ниже представлен снимок поверхности осевого среза КЗ образца с нанесёнными размерами пор на соответствующие места.

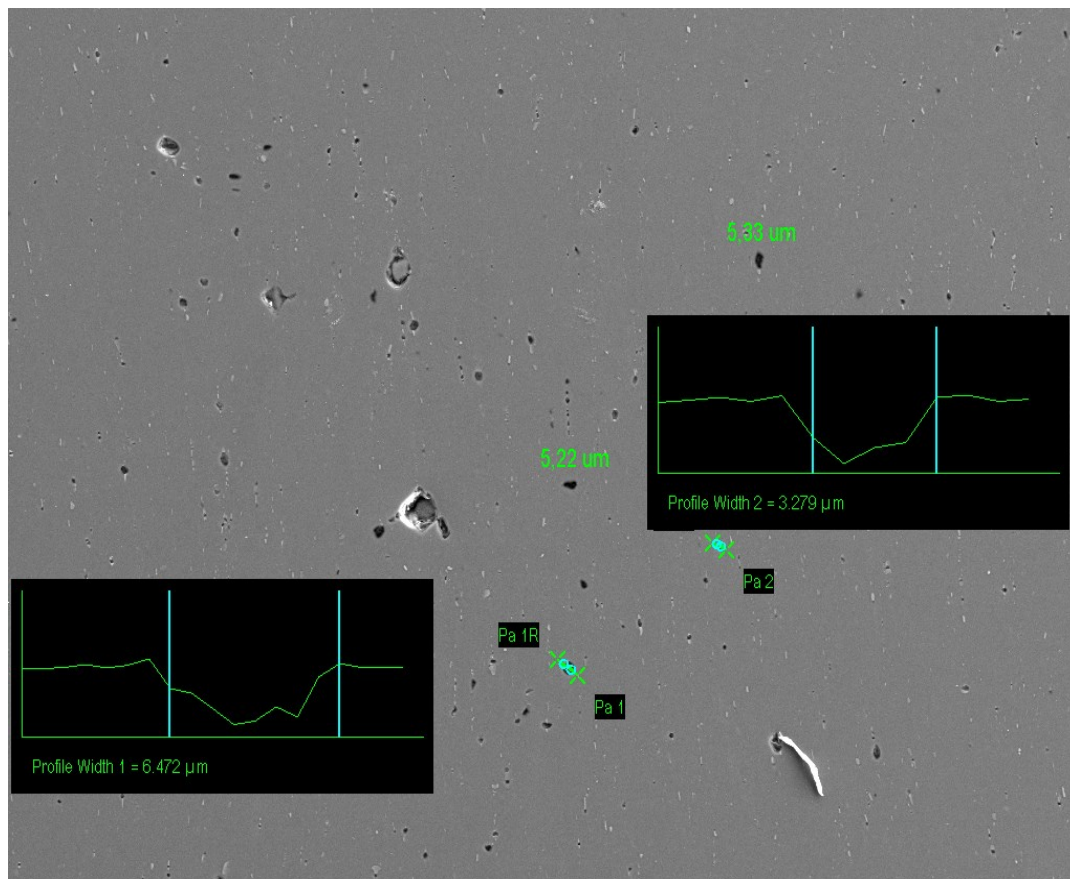


Рисунок 4.2.2. Снимок осевой поверхности образца с КЗ структурой с размерами пор после растяжения до ϵ^* (поставлены автоматические маркеры по изменению расстояния и глубины измеренного дефекта).

Аналогично рассматривали образцы с УМЗ структурой. Для сравнения на Рисунке 4.2.3 представлено два снимка: для образца с КЗ структурой и образца с УМЗ структурой. Хорошо видно наличие и расположение пор в обоих типах структур, а также различие их размеров, согласно маркерам.

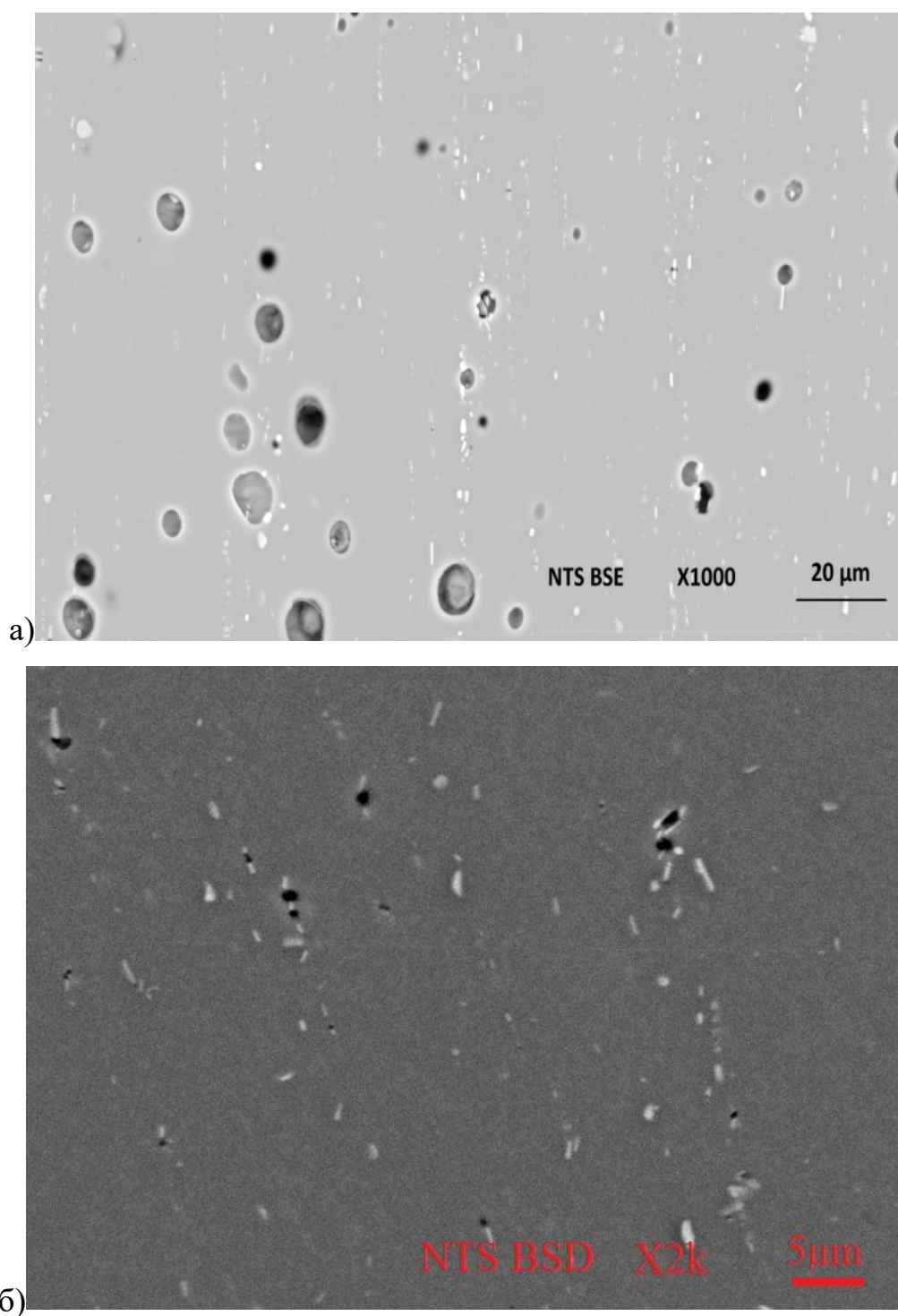
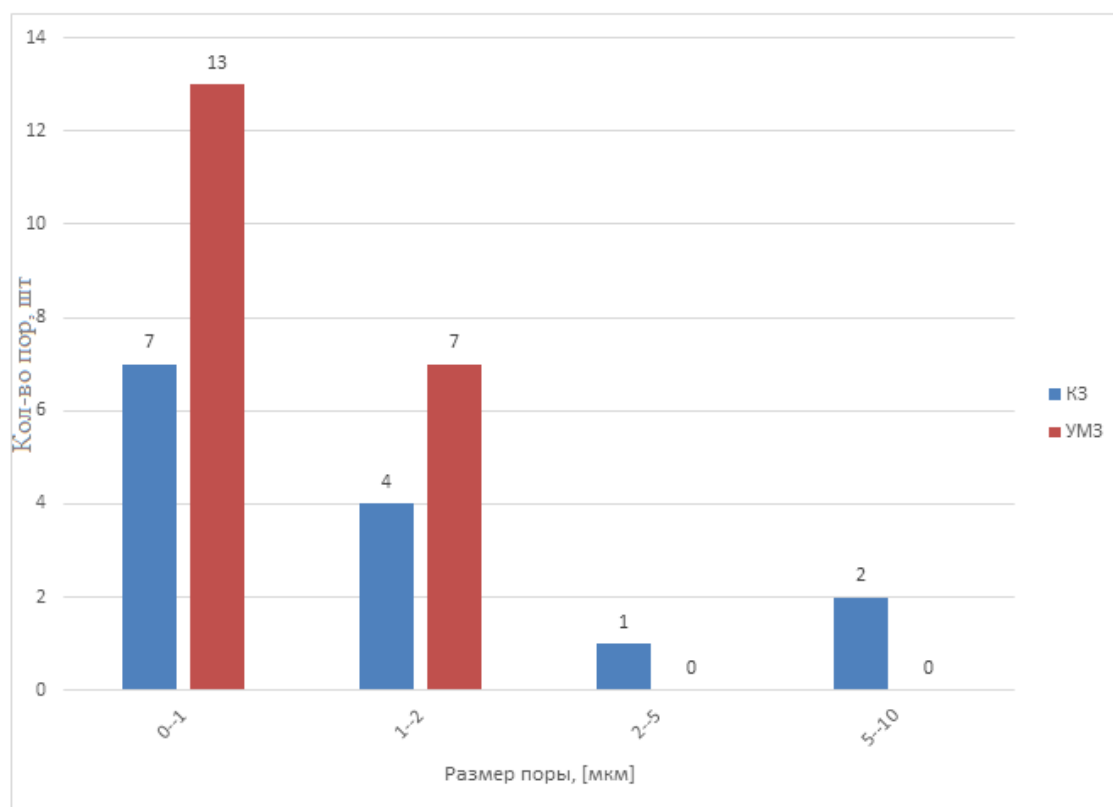


Рисунок 4.2.3. . Снимок осевой поверхности образца с: а) КЗ, б) УМЗ структурой с порами после растяжения до ε^* .

В результате были определены средние размеры пор на стадии деформации ε^* , при которой они фиксировались. Полученные данные были объединены и представлены в Таблице 4.2.1 и на Рисунке 4.2.4.

Таблица 4.2.1. Средний размер пор для материала с КЗ и УМЗ структурой.

Тип структуры	Размер пор при растяжении до ε^* , мкм
КЗ	3-7
УМЗ	1-2

Рисунок 4.2.4. Гистограмма распределения пор в КЗ и УМЗ образцах после растяжения до ε^* .

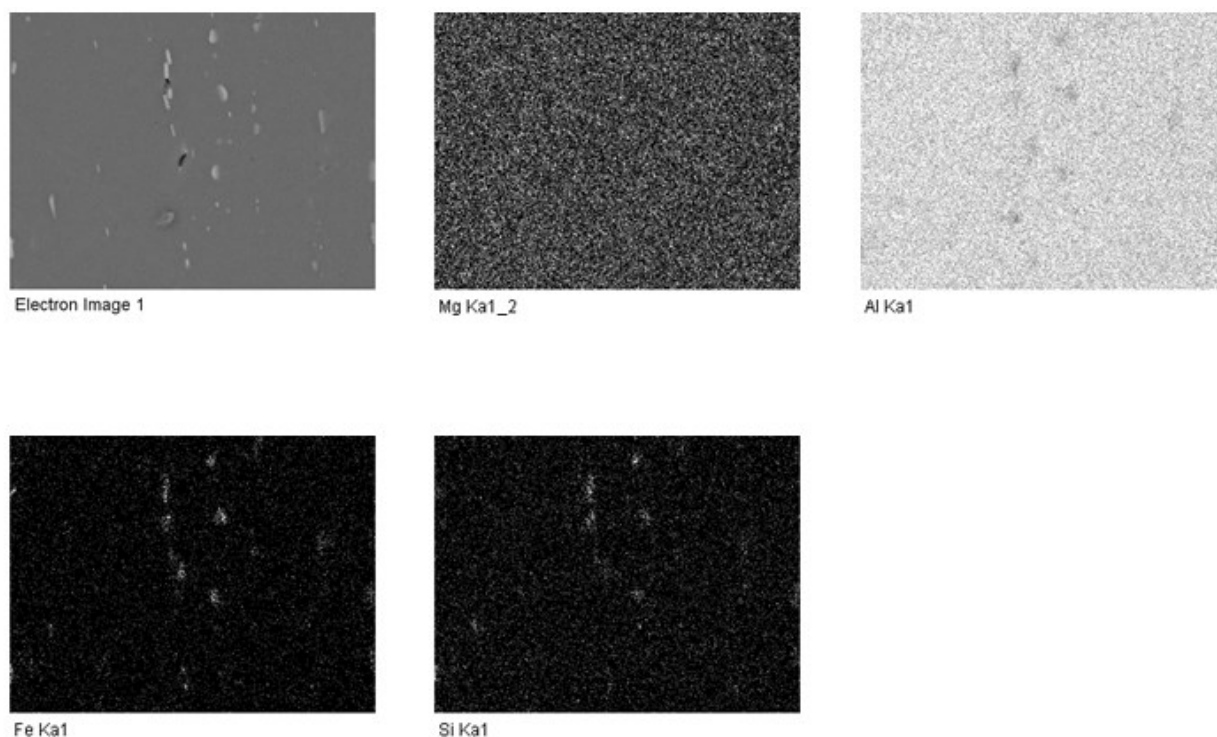


Рисунок 4.2.5. Электронная карта распределения элементов по поверхности осевого среза образца с КЗ структурой.

Для определения центров зарождения пор проведён химический анализ поверхности осевых срезов образцов трёх типов структур (Рисунок 4.2.5 и Рисунок 4.2.6). В Таблице 4.2.2 приведены значения, соответствующие спектрам, представленным на Рисунке 4.2.6:

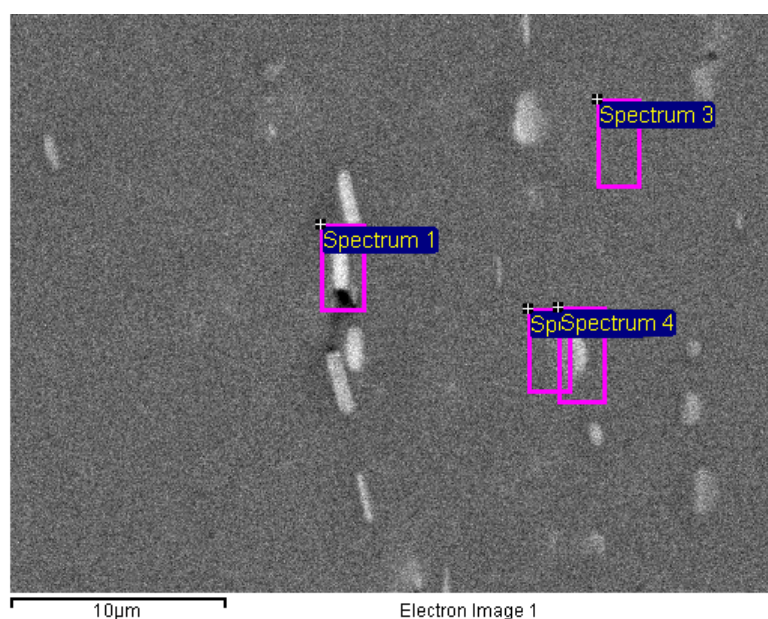


Рисунок 4.2.6. Поверхность осевого среза образца с КЗ структурой и соответствующими спектрами после растяжения до ϵ^* .

Таблица 4.2.2. Содержание элементов по ограниченной зоне образца, представленной на Рисунок 4.2.6.

	Mg (wt.%)	Si (wt.%)	Fe (wt.%)
Spectrum 1	0.72	3.56	1.76
Spectrum 2	0.78	2.35	1.87
Spectrum 3	-	-	-
Spectrum 4	0.95	2.31	1.44

Спектры 1,2,4 соответствуют области пор, а спектр 3 – вне поры и значения измеряемых характеристик были ниже чувствительности прибора. Как видно из таблицы, действительно наблюдается наличие частиц Al-Fe в области сформированных пор, что подтверждает сделанный ранее вывод.

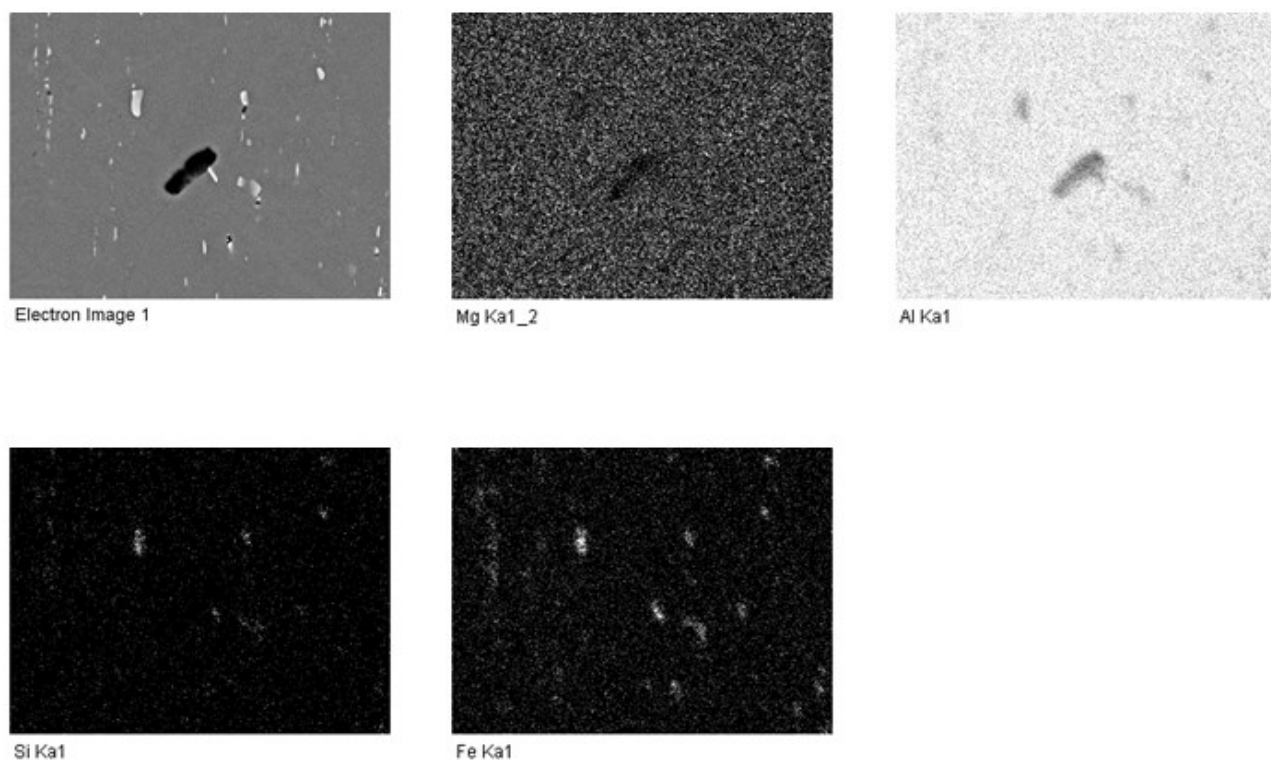


Рисунок 4.2.7. Электронная карта распределения элементов по поверхности осевого среза образца с УМЗ структурой после растяжения до ϵ^* .

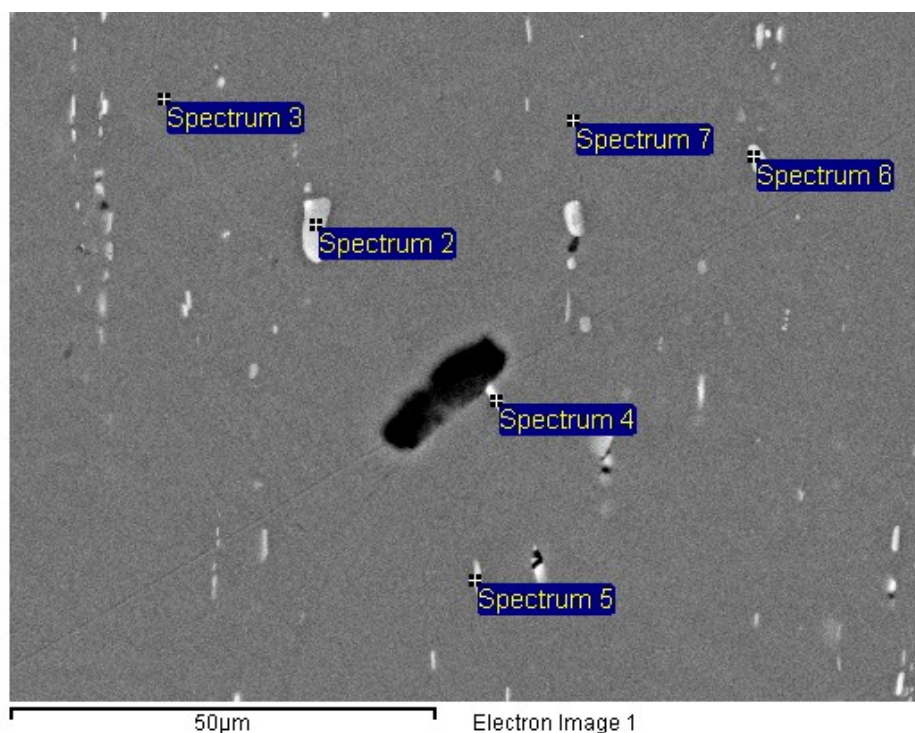


Рисунок 4.2.8. Поверхность осевого среза образца с УМЗ структурой и соответствующими спектрами после растяжения до ϵ^* .

Аналогично исследовались образцы с УМЗ структурой (Рисунок 4.2.7. и Рисунок 4.2.8). В Таблице 4.2.3. приведены значения, соответствующие спектрам, представленным на Рисунке 4.2.8.

Таблица 4.2.3. Содержание элементов по ограниченной зоне образца, представленной на Рисунок 4.2.8.

	Mg(wt.%)	Si (wt.%)	Fe (wt.%)
Spectrum 1	0.66	0.40	0.09
Spectrum 2	0.62	6.97	4.61
Spectrum 3	0.76	-	-
Spectrum 4	0.71	1.06	1.74
Spectrum 5	0.83	0.64	-
Spectrum 6	0.83	0.63	-
Spectrum 7	0.81	-	-

Спектры 2 и 4 соответствуют частицам, которые лежат вне явно заметных пор. Также по рисунку 4.2.8 видно, что частицы Fe не расположены в порах. Что также подтверждает сделанное ранее предположение, что частицы Fe-Al с меньшей вероятностью являются областями формирования пор при разрушении и, соответственно, с меньшей вероятностью залегают в ямках поверхности разрушения.

Выводы по разделу:

1. Наибольшая концентрация пор располагается в центре образца, что соответствует области концентрации максимальных напряжений.
2. Крупнозернистому состоянию соответствуют поры размером 3-7 мкм, для ультрамелкозернистого – 1-2 мкм.
3. Как видно из анализа химического состава поверхности деформированных образцов, в сплаве наблюдаются частицы Fe в в порах сплавов с КЗ состоянием.
4. Частицы Al-Fe в порах сплава с УМЗ состоянием, фиксируются реже, чем в КЗ состоянии. Следовательно, причиной установленной разницы в содержании Fe может являться следующее: при обработке сплава РКУП происходит перераспределение и измельчение интерметаллидных частиц Fe-Al в алюминии, и частицы Fe-Al с меньшей вероятностью являются областями формирования пор при разрушении и, соответственно, с меньшей вероятностью залегают в ямках поверхности разрушения.

4.3. Исследование осевого разреза образцов Al 6101 после разрушения

Чтобы более полно оценить влияние структуры на процесс разрушения, было также проведено исследование структуры исследуемых образцов после растяжения непосредственно до разрушения.

Разрушенные образцы, разрезали вдоль оси на электроэрозионном станке ARTA 123-PRO с прецизионной точностью 1-2 мкм. Также удалялась область, соответствующая области захвата - рассматривалась рабочая часть образца (длиной 5-7 мм). Поверхность среза далее шлифовалась и полировалась до шероховатости поверхности в 50 нм. В данном случае представляла интерес опять

же структура материала, но уже внутри самого излома. Структура поверхности осевого сечения образцов исследовалась с помощью электронной микроскопии методами СЭМ.

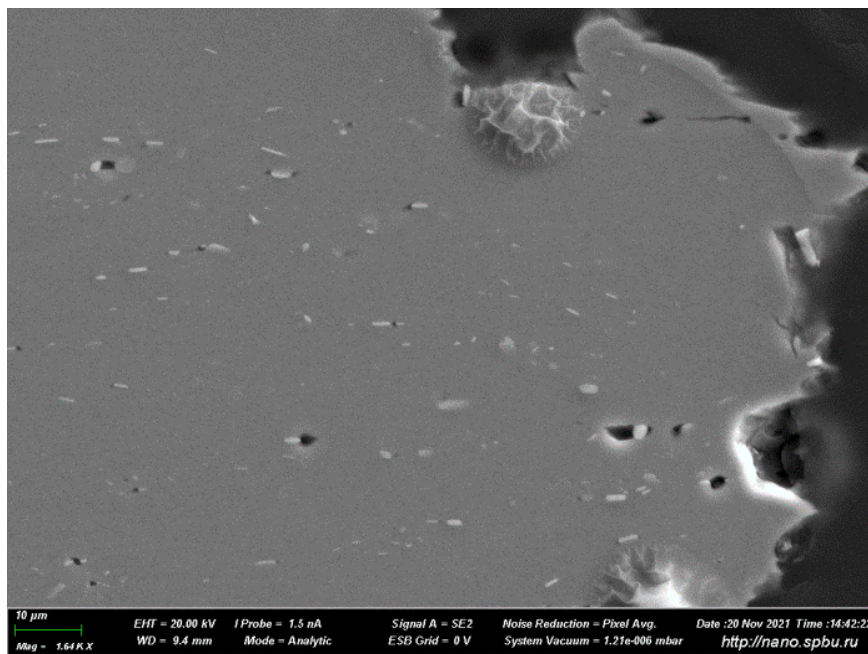


Рисунок 4.3.1. Изображение осевого среза излома образца с КЗ структурой с границей излома, после деформации до разрушения.

На Рисунке 4.3.1. представлен СЭМ-снимок осевого среза излома образца с КЗ структурой с границей излома, после деформации до разрушения: видно наличие пор и светлых частиц, как и в случае исследования осевых срезов продеформированных не до разрушения образцов. Рисунок 4.3.2. представляет это же изображение с фильтрами для элементов Mg, Si и Fe. Благодаря возможности поэлементного анализа поверхности представленного осевого среза, можно определить расположение основных элементов, точки их скопления или отсутствия – это позволяет сделать вывод об элементах, на которых будет происходить разрушение.

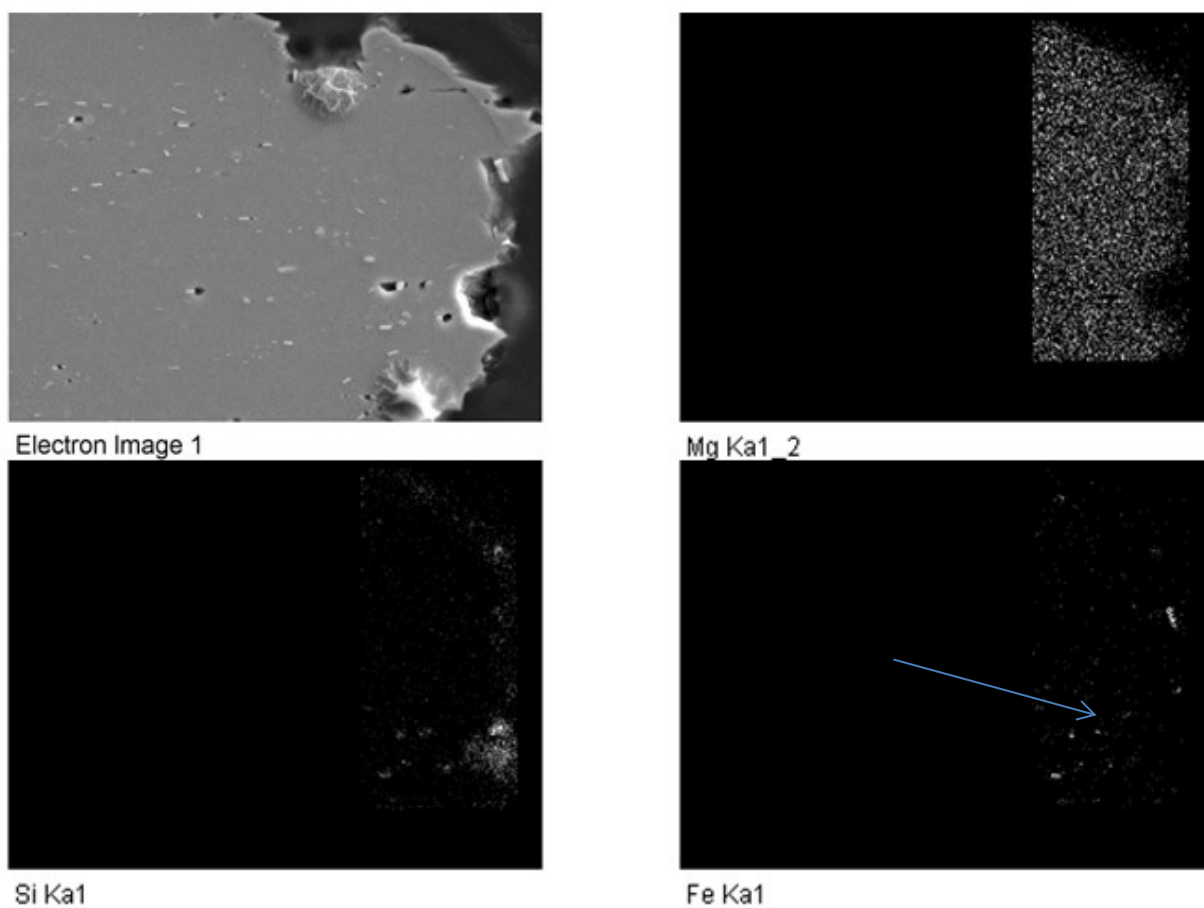


Рисунок 4.3.2. Изображение осевого среза излома образца с КЗ структурой и электронная карта распределения элементов по поверхности излома после деформации до разрушения.

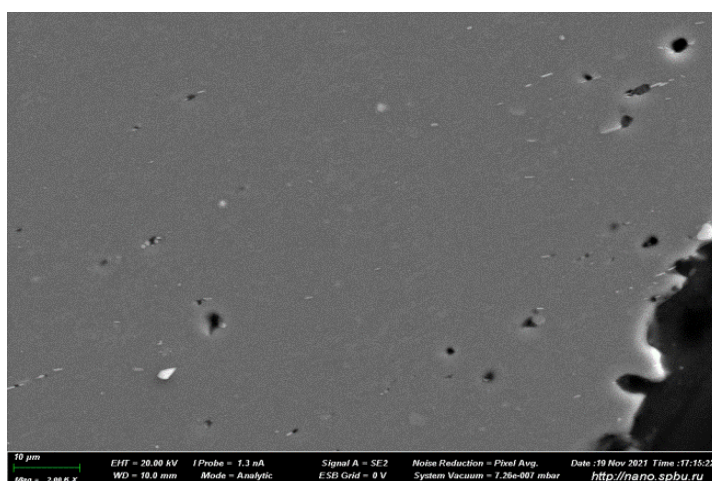


Рисунок 4.3.3. Изображение осевого среза излома образца с УМЗ структурой с границей излома.

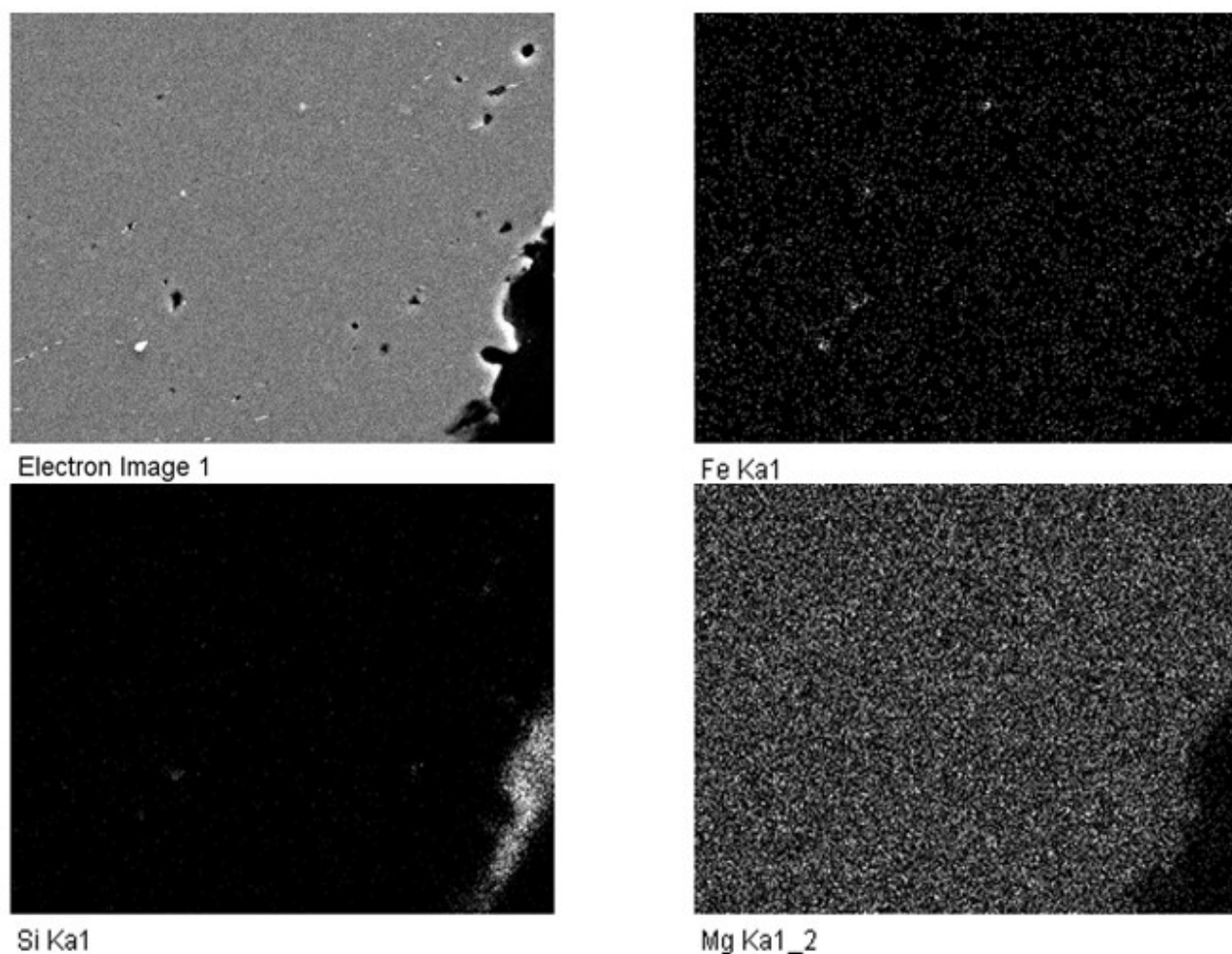


Рисунок 4.3.4. Изображение осевого среза излома образца с УМЗ структурой и электронная карта распределения элементов по поверхности излома.

На Рисунке 4.3.3. представлен СЭМ-снимок осевого среза излома образца с УМЗ структурой с границей излома, после деформации до разрушения: мы также наблюдаем наличие образованных пор и светлых частиц, как в случае с аналогичным образцом КЗ структуры (Рисунок 4.3.1). Рисунок 4.3.4. представляет это же изображение с фильтрами для элементов Mg, Si и Fe: можно определить расположение основных элементов, точки из скопления или отсутствия.

Анализируя Рисунок 4.3.2. и Рисунок 4.3.4. можно сделать вывод, что в КЗ состоянии на границе излома содержится повышенное содержание частиц железа относительно УМЗ состояния, т.к. фильтр Fe на рисунке 4.3.2, что соответствует КЗ состоянию, показывает скопление элементов железа именно по краю излома.

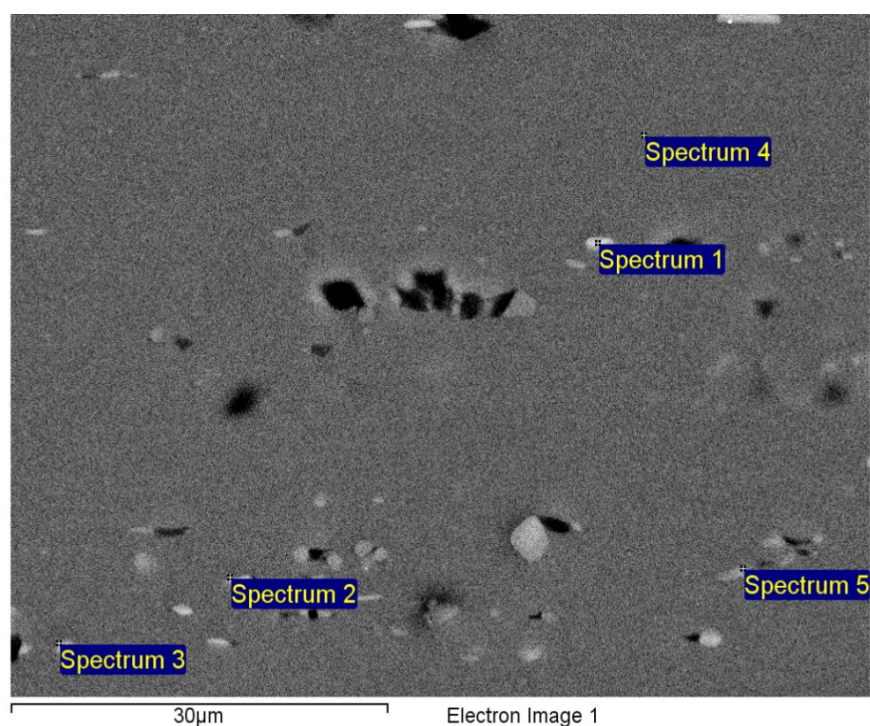


Рисунок 4.3.5. Поверхность осевого среза образца с УМЗ структурой и соответствующими спектрами.

На Рисунке 4.3.5 рассматривается поверхность осевого среза разрушенного УМЗ образца. Белые частицы – это интерметаллиды железа, согласно данным Таблицы 4.3.1, и их местоположение соответствует областям вне пор, что подтверждает Рисунок 4.3.6 с фильтрами основных элементов.

Таблица 4.3.1. Содержание элементов по ограниченной зоне образца, представленной на Рисунок 4.3.5.

Spectrum	Mg(wt.%)	Al(wt.%)	Si(wt.%)	Fe(wt.%)
Spectrum 1	0.95	87.27	6.96	4.82
Spectrum 2	1.10	95.12	2.46	1.33
Spectrum 3	0.98	90.10	5.59	3.33
Spectrum 4	1.23	97.87	0.89	0.00
Spectrum 5	1.11	93.10	4.02	1.77
Mean	1.10	93.45	3.55	1.90

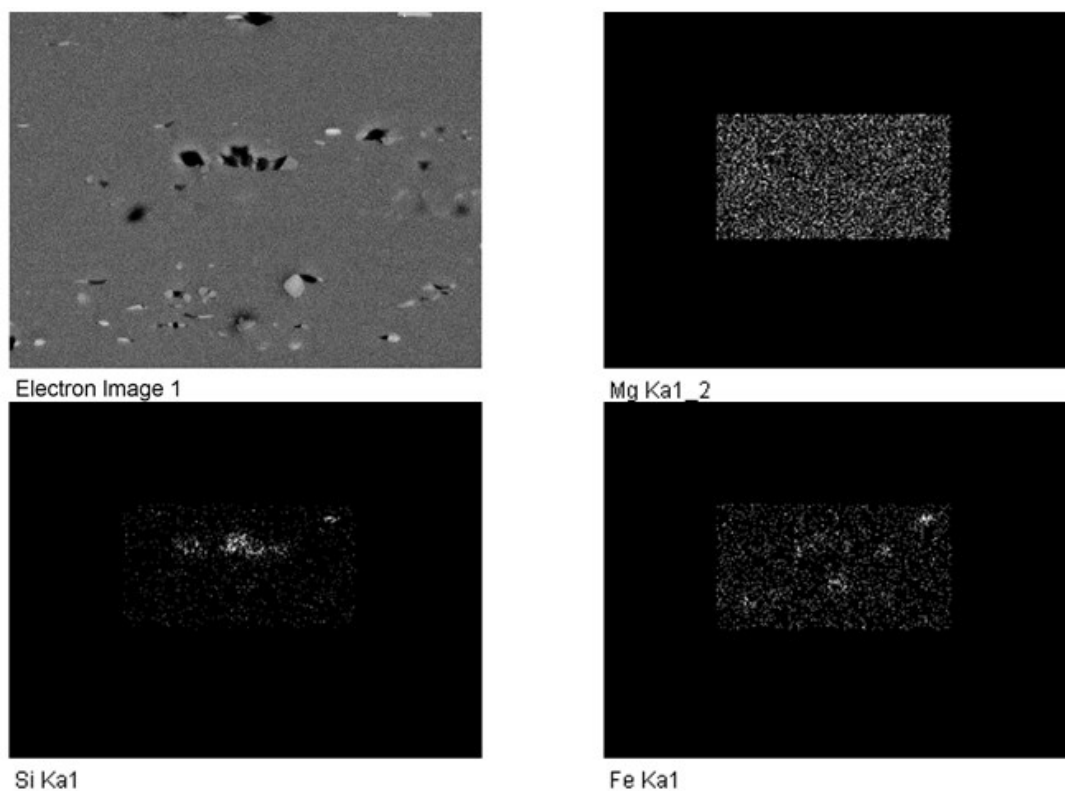


Рисунок 4.3.6. Изображение осевого среза излома образца с УМЗ структурой и электронная карта распределения элементов по поверхности излома, соответствующее Рисунок 4.3.5.

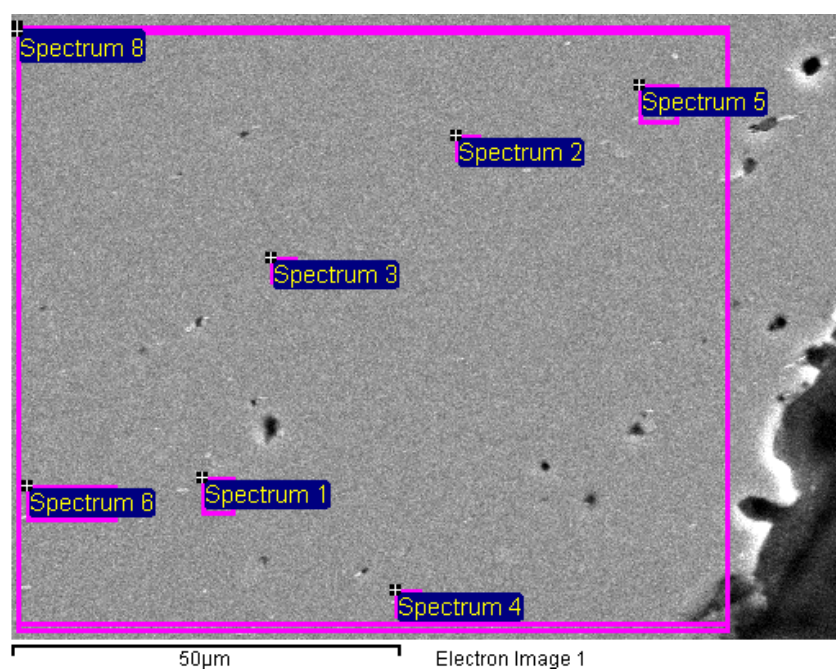


Рисунок 4.3.7. Поверхность осевого среза образца с УМЗ структурой и соответствующими спектрами на границе разрыва после деформации до разрушения.

Таблица 4.3.2. Содержание элементов по ограниченной зоне образца, представленной на Рисунок 4.3.7.

Spectrum	Mg (wt.%)	Al (wt.%)	Si (wt.%)	Fe (wt.%)
Spectrum 1	0.93	96.45	1.49	1.14
Spectrum 2	0.85	95.94	1.73	1.48
Spectrum 3	0.89	97.18	0.92	1.01
Spectrum 4	1.01	97.57	1.00	0.42
Spectrum 5	0.95	98.08	0.70	0.26
Spectrum 6	0.93	97.83	0.90	0.34
Spectrum 7	0.89	98.55	0.56	0.00
Spectrum 8	0.89	98.67	0.44	0.00
Mean	0.92	97.53	0.97	0.58

На Рисунке 4.3.7 и в Таблице 4.3.2 представлены данные, которые подтверждают, что светлые частицы на снимках – частицы на основе Fe. Содержание Fe на поверхности излома образцов с УМЗ структурой заметно ниже, чем с КЗ структурой. Было предположено, что «после РКУП-К меняется характер разрушения, т.к. областями зарождения пор и последующего разрушения могут являться другие элементы структуры, и интерметаллиды железа уже не играют определяющую роль при формировании поверхности разрушения, либо они также несколько измельчаются при РКУП-К, что и приводит к их меньшему вкладу в разрушение». Как показывает анализ данной главы, действительно, РКУП обработка приводит к измельчению частиц Al-Fe от 7 до 2 μm в сплаве 6101, относительно его крупнозернистого состояния.

Выводы по разделу:

- Интерметаллидные частицы Al-Fe в большом содержании находятся на поверхности разрушения в глубине ямок Al сплавов КЗ при растяжении, и спектр изломов показывает повышенное содержание Fe, многократно превышающее среднее содержание Fe в сплаве.

- Зафиксированное ранее повышенное содержание Fe в ямках в области разрушения обусловлено не погрешностью измерений СЭМ, а именно повышенным содержанием частиц Al-Fe на дне ямок - поскольку на частицах Al-Fe с большей вероятностью формируются поры на начальном этапе разрушения, и соответственно после разрушения.

Публикации по теме исследования:

[81] Магомедова, Д.К. Влияние размера зерна на процесс порообразования в Al-6101 / Магомедова Д.К. // Сборник материалов «Четвертый междисциплинарный научный форум с международным участием "Новые материалы и перспективные технологии"». 2018. Том 1. С. 319-321.

[82] Магомедова, Д. К. Исследование механических свойств и поверхности разрушения цилиндрических образцов Al-6101 при статическом растяжении / Магомедова, Д. К., Чуракова, А. А., Гундеров, Д. В. // Материалы VII международной конференции «Актуальные проблемы механики сплошной среды». 2021. С.167-171.

[83] Magomedova, D.K. Investigation of mechanical properties and fracture surface of cylindrical samples Al-6101 under static tension / Magomedova D.K., Churakova A.A., Gunderov D. V. // Journal of Physics: Conference Series. 2022. 012023.

[84] Магомедова, Д. К. Влияние структуры сплава Al 6101 на образование пор при статическом растяжении как на структурное изменение в процессе деформации / Магомедова Д.К. // Materials. Technologies. Design, Вестник УГАТУ, г. Уфа. 2022. Том 4. №1(7). С. 24-29.

Глава 5. Численное моделирование напряжённо-деформированного состояния при статическом растяжении образцов Al 6101

Для лучшего понимания особенностей деформации КЗ и УМЗ образцов было также проведено моделирование процесса растяжения для определения напряжений и деформаций в различных точках рабочей базы образца

Схема эксперимента. Для конечно-элементного моделирования процесса растяжения использовался программный комплекс Deform 3D. На Рисунке 5 показано схематическое изображение сборки оснастки и образца. Было смоделировано растяжение на испытательной разрывной машине. Для этого заготовка 1 была зафиксирована в держателях 2 и 3. Держатель 2 совершает поступательное движение вверх (направление указано стрелкой), держатель 3 зафиксирован.

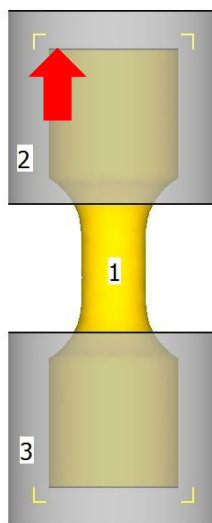


Рисунок 5. Сборка 3D моделей оснастки и заготовки для моделирования процесса растяжения: 1– заготовка; 2 – верхний держатель; 3 – нижний держатель.

5.1. Граничные условия и принятые допущения

В качестве материала исходной заготовки выбран алюминиевый сплав Al 6101 в искусственно состаренном состоянии по режиму: отжиг при температуре 550°C 2 часа с последующей закалкой в воде комнатной температуры, далее на

протяжении 12 часов материал подвергался старению путем отжига при температуре 170°C [35,37]. Кривые упрочнения и упругие свойства заданы на основе проведенных экспериментов на растяжение. Материал заготовки в исходном состоянии принят пластическим, изотропным и в нем отсутствуют начальные напряжения и деформации. Эскиз заготовки с размерами показан на Рисунке 3.1.1.

Трёхмерные твердотельные Модели заготовки и инструмента создавались в системе CAD – КОМПАС-3D, представляли собой твердотельные и трёхмерные объекты, и сохранялись в формате «stl». Была сформирована сетка конечных элементов в виде тетраэдров, количество которых составляло 32000 и определялось предварительными расчетами. Активировалась опция компенсации объёма модели заготовки. Штамповый инструмент представлял собой абсолютно жёсткое твёрдое тело. Конечно-элементная сетка не включала в себя модели инструментов.

Скорость движения верхнего держателя выбрана $1,4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$.

Моделировалась объёмная схема деформации с высокими контактными напряжениями, поэтому использовался фактор трения по Зибелю. Согласно работам [47,52] фактор трения f принимали равным 0,4. Контактные поверхности оснастки задавались условием непроницаемости.

Моделирование было проведено без учёта прироста температуры металла от теплового эффекта, вызванного пластической деформацией, и с постоянным шагом по времени, равным 0,05 с. Использовался решатель разреженных матриц с итерациями по методу Ньютона-Рафсона. Конечно-элементная модель описывала движение сплошной среды на основе подхода Лагранжа.

Ниже представлены карты распределения деформаций и напряжений для КЗ и УМЗ цилиндрических образцов, геометрия которых при построении совпадает с геометрией экспериментально продеформированных образцов.

Рисунок 5.2. показывает, что распределение деформаций в цилиндрическом образце с крупнозернистой структурой неоднородно. Согласно карте распределений, наибольшая деформация достигается в центральной части образца, что соответствует теоретическим и экспериментальным данным.

Согласно данному моделированию можно сделать вывод, что деформирование происходит не в поверхностной зоне, а идёт из центральной части по объёму.

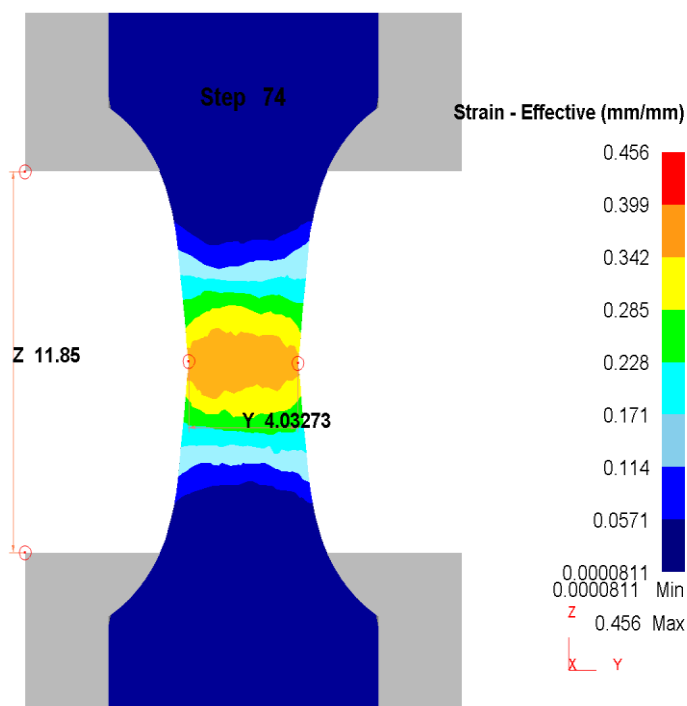


Рисунок 5.2. Карта распределения деформации цилиндрического КЗ образца при растяжении до деформации $\epsilon=0,7$.

На рисунке 5.3. представлена карта распределения напряжений для цилиндрического образца крупнозернистой структуры и, согласно представленному моделированию, это распределение однородно. Максимальные значения напряжений начинаются от 202МПа по всему поперечному сечению, что не очень сильно превышает экспериментальные значения. Эта разность приемлем в условиях погрешности.

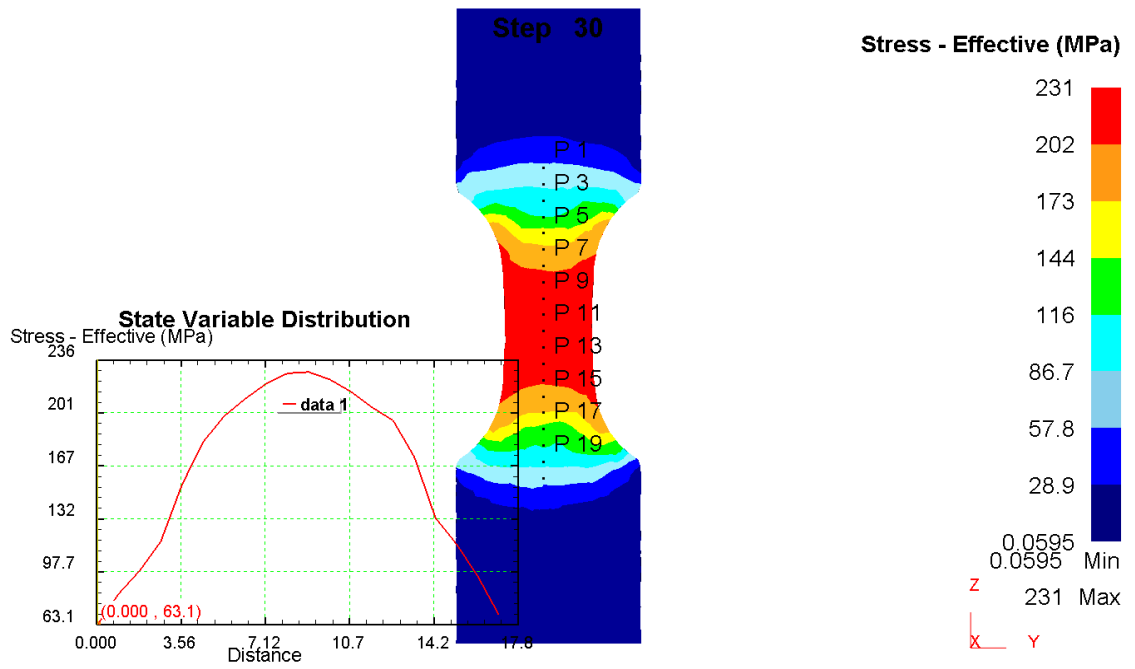


Рисунок 5.3. Карта распределения напряжений для цилиндрического КЗ образца при растяжении до деформации $\epsilon=0,7$.

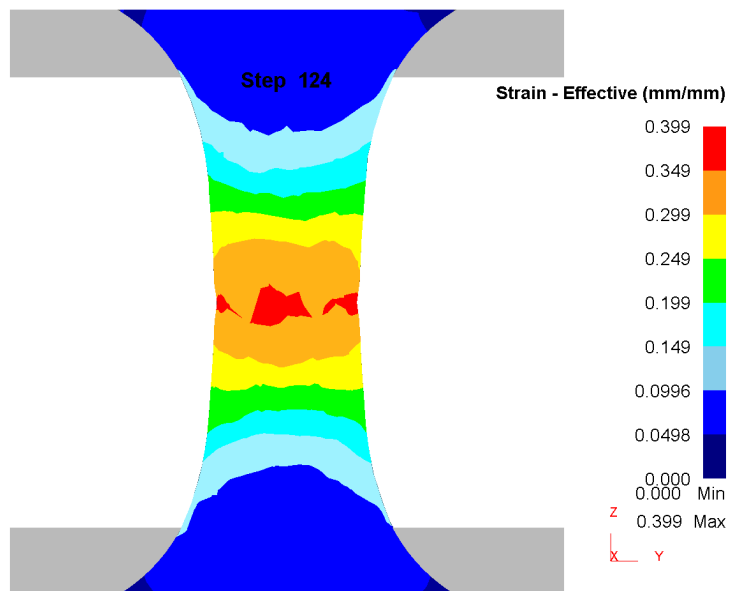


Рисунок 5.4. Карта распределения деформации цилиндрического УМЗ образца при растяжении до деформации $\epsilon=0,7$.

На Рисунках 5.4. и 5.5 представлены аналогичные карты распределений деформации и напряжений соответственно для цилиндрического образца УМЗ

структуры. Т.к. в моделирование не закладывался размер зерна и другие структурные различия наших образцов, то были получены аналогичные результаты: деформация распределяется неоднородно, а напряжения - однородно.

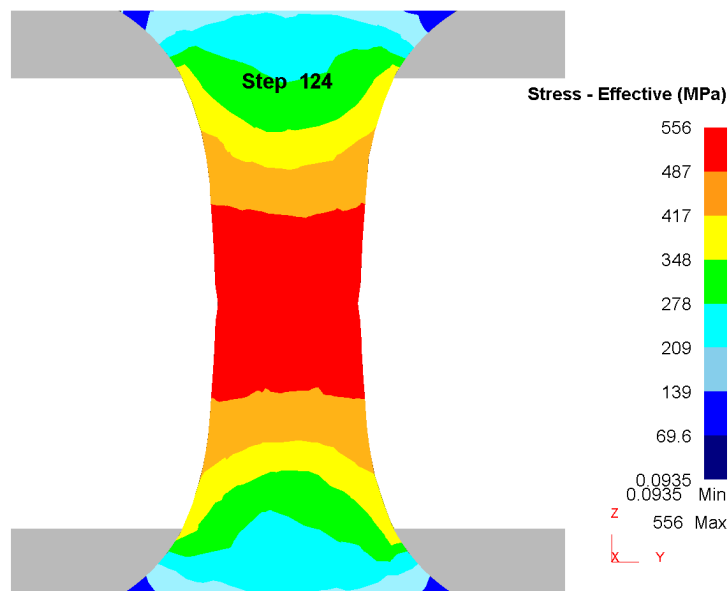


Рисунок 5.5. Карта распределения напряжений для цилиндрического УМЗ образца при растяжении до деформации $\epsilon=0,7$.

Зона формирования пор в УМЗ и КЗ состоянии примерно одинакова и соответствует деформации $\epsilon=0,39$. Именно в этих зонах были выявлены образовавшиеся поры в материале после деформирования до $\epsilon=4$, в зонах более удалённых от центра образца пор не наблюдалось. Следовательно, данное моделирование приемлемо в условиях данной задачи, несмотря на отсутствие учёта размера структурных элементов материала.

5.2. Анализ роста истинного напряжения разрушения образцов для УМЗ состояния относительно его КЗ состояния

Чтобы оценить влияние структуры на процесс разрушения и установить «источники зарождения» разрушения образцов, нужно провести анализ зарождения пор, что символизирует собой первую стадию разрушения материала. Таким образом, если иметь данные расчёта критических напряжений, которые

определяют зарождение пор внутри материала, в данном случае в Al-6101, при статическом нагружении, то можно спрогнозировать его разрушение.

В работе [85] ранее рассматривался вопрос о расчёте критических напряжений для аналогичных медных образцов при аналогичных условиях нагружения. В данном же случае мы рассматриваем Al 6101 в структурных состояниях: КЗ ИС, УМЗ-РКУП.

Был проведён численный расчёт напряжённого-деформированного состояния при растяжении. В основе методики лежит статья [85]. Рассматриваем статическое нагружение при комнатной температуре и постоянной скорости растяжения. Образцы представлены в трёх геометриях и трёх структурных состояниях: из крупнозернистого материала при естественном и искусственном старении, и из мелкозернистого материала, полученного методом РКУП-К [18].

Ранее был проведен ряд исследовательских работ [85,86] с целью определения критериев порообразования в металлических материалах с частицами вторичных фаз. На данный момент самым широко используемым критерием является критическое значение напряжения на поверхности раздела металлическая матрица/частица (Рисунок 5.2.1).

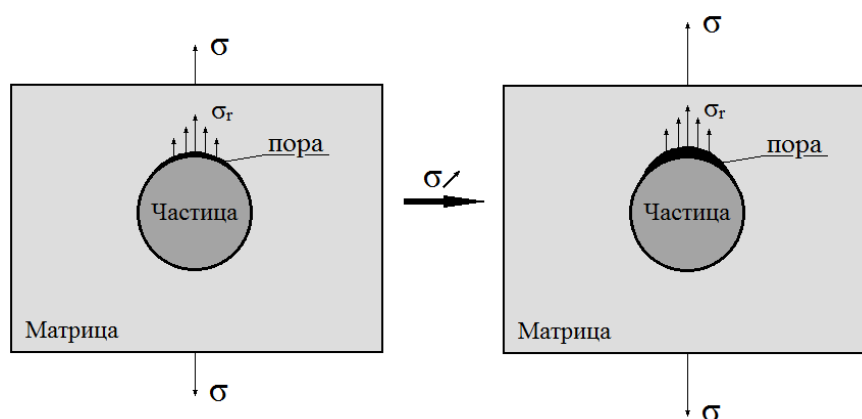


Рисунок 5.2.1. Поверхность раздела матрица/частица. Схематичный рост поры при увеличении внешнего растягивающего напряжения.

Расчет критического значения напряжения σ_r на поверхности раздела металлическая матрица/частица был впервые проведен [86]. Авторам удалось

вывести критерий порообразования для стержней из крупнозернистой стали и меди с выточкой:

$$\sigma_m + \sigma_{eq} \geq \sigma_r, \quad (5.2.1)$$

где $\sigma_m = \frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)$ – гидростатическое напряжение;

$\sigma_{eq} = \frac{1}{\sqrt{2}}\sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2}$ – эквивалентное напряжение,

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ – главные значения напряжений.

Для объяснения роста истинного напряжения разрушения образцов при формировании УМЗ состояния с учетом известных ранее подходов можно предложить следующую модель. Как уже говорилось ранее, согласно закону Холла-Петча, уменьшение размера зерна влечёт увеличение прочности и предела текучести в результате РКУП-К, т.к. при уменьшении размера зерна для течения дислокаций необходимо большее напряжение. Почему же при формировании УМЗ структуры возрастает истинное напряжение разрушения образцов – этот вопрос требует дополнительного обсуждения.

Формирование пор и последующее разрушение при деформации в сплаве 6101 формируется на включениях Al-Fe [17,46]. В вопросах порообразования распространена модель Зинера -Строте, представляющая собой критерий порообразования, согласно которому пора на частице образуется при условии достижения напряжением σ некоторого критического значения σ_r :

$$\sigma > \sigma_r \quad (5.2.2.)$$

Однако, закон Холла- Петча даёт другое объяснение (Рисунок 5.2.2): модель дислокационных скоплений показывает, что скольжение в поликристалле переходит от одного зерна к следующему через его границу, при этом концентрация напряжений рядом с головой скопления дислокаций, что были образованы у границы, превосходит некоторое критическое значение τ_c . Число дислокаций в скоплении длины L при действующем однородном напряжении сдвига τ определяется значением $n = \alpha_1 \pi L \tau / G b_L$, где α_1 – это некий близкий к единице коэффициент, который зависит от характера дислокаций, а G является модулем сдвига и b_L – вектором Бюргерса дислокации. [27]. Напряжение, которое действует на головную дислокацию, определяется как $\tau_1 = n\tau$, следовательно

$\tau_1 = \alpha_1 \pi L \tau^2 / G b_L$. Считаем, что на дислокации в плоскости скольжения действует сила трения τ_0 и длина скоплений дислокаций L определяется как половина размера зерен d ; в итоге получается уравнение для определения напряжения сдвига, которое даёт течение дислокаций через границу зерна:

$$\tau = \tau_0 + \left(\frac{2G b_L \tau_c}{\alpha_1 \pi} \right)^{1/2} d^{-1/2}, \quad (5.2.3)$$

где τ_c - критическое значение τ_1 , при котором головная дислокация пересекает границу. Течение дислокаций через границу зёрен как раз определяет предел текучести макропластической деформации поликристаллического материала.

Число дислокаций n , скапливающихся на границе зерна при микродеформации увеличивается при увеличении размера зерна d , следовательно, увеличивается напряжения τ на границе. Тогда движение дислокаций в соседнее зерно наступает при определённом критическом напряжении $\tau_c = \tau_1 + \tau$, где τ определяется как внешнее напряжение на образце.

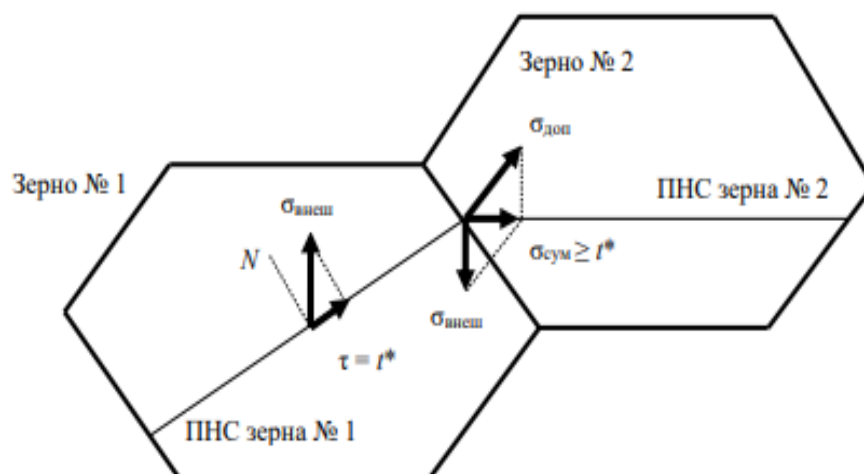


Рисунок 5.2.2. Схема, иллюстрирующая эстафетную передачу пластической деформации в поликристалле, определяющую закон Холла-Петча.

Похожую модель можно составить и для напряжения разрушения (Рисунок 5.2.2). Некоторое число дислокаций n_p , что скапливаются на границе зерно/частица, возрастает с ростом длины пробега дислокаций, т.е. с увеличением размера зерна. А уже на границе зерно/частица скопления дислокаций n_p , дают

напряжения σ_{pp} . Чтобы достичь некоторого критического напряжения σ_r , что вызывает разрыв на границе материал/частица, и сформировать поры, вполне применимо использование уравнения из модели дислокационных скоплений:

$$\sigma_r \sigma_{Ifail} = \sigma_c - \sigma_{pp} \quad (5.2.4.)$$

где $\sigma_{pp} = (2Gb_L\sigma_c/\alpha\pi)^{1/2} d^{1/2}$

Соответственно, чем меньше размер зерна, тем скопление дислокаций меньшей плотности скапливается на границе частица/зерно, и тем большее внешнее напряжение требуется для разрыва на границе зерна матрицы – частица и образования поры.

Разрушение же будет происходить посредством формирования и объединения возникающих при деформации пор, и, следовательно, σ_r определяет σ_{Ifail} как:

$$\sigma_r \sim \sigma_{Ifail} \quad (5.2.5.)$$

Можно сделать вывод, что одновременное применение модели дислокационных скоплений с моделью Зинера –Строте помогает разъяснить повышенное истинное напряжение разрушения для ультрамелкозернистых материалов.

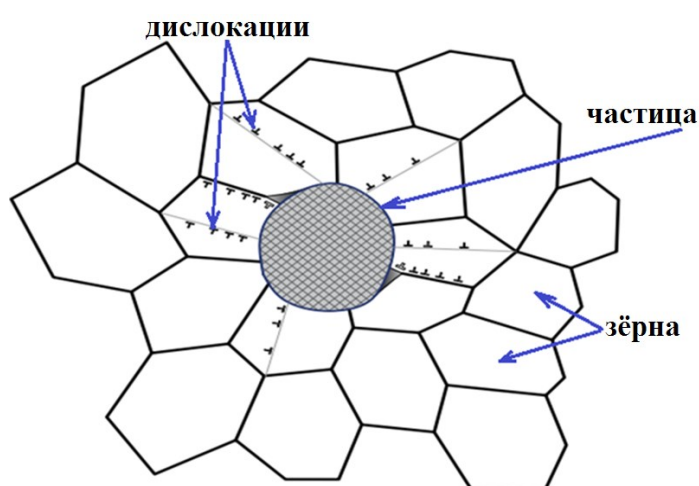


Рисунок 5.2.3. Диаграмма, объясняющая повышенное истинное напряжение разрушения в материалах с меньшим размером зерна.

Обработка сплава 6101 методом РКУП-К приводит к увеличению прочности и предела текучести на 25 % относительно стандартной термообработки крупнозернистого сплава. Истинная деформация до разрушения сплава 6101 в

обоих состояниях с учетом погрешности измерений одинакова. При этом истинное напряжение разрушения образцов с УМЗ с обработкой заметно больше, чем истинное напряжение разрушения образцов в КЗ состоянии. Предложено объяснение роста истинного напряжения разрушения образцов при измельчении зерна на основе компиляции закона Холла-Петча и модели Зинера-Строте: чем меньше размер зерна, тем скопление дислокаций меньшей плотности скапливается на границе частица/зерно, и тем большее внешнее напряжение требуется для разрыва на границе зерна матрицы – частица и образования поры

Публикации по теме исследования:

[87] Magomedova, D.K. Critical stresses determination in case of pores formation for coarse and ultra-fine grained Al-6101 under static tension / Magomedova D.K., Efimov, M. A., Churakova, A. A., Ryabokon, D. V., Gunderov, D. V. // Journal of Physics: Conference Series. 2020. 1474. 012027.

[88] Gunderov, D.V. True fracture stress of UFG samples of Al 6101 alloy / Gunderov D.V., Gunderova S.D., Magomedova D.K. // Letters on Materials. 2022. 12(4s). pp. 424-427.

[89] Polyakov, A.V. Influence of grain boundary misorientations on the mechanical behavior of a near- α Ti-6Al-7Nb alloy processed by ECAP // Polyakova V.V., Semenova I.P., Polyakov A.V., Magomedova D.K., Huang Y, Langdon T.G. // Materials Letters. 2017. 190(4). pp 256-259.

Заключение

В процессе данной работы были проведены исследования, направленные для установления взаимосвязи изменения микроструктурных характеристик сплава 6101 системы Al-Mg-Si и его физико-механических свойств после деформационно-термической обработки.

- На основе проведённого исследования были подтверждены данные, что сплав Al 6101 показывает более высокую прочность при предварительном измельчении зёрновой структуры методом РКУП-К.

- Анализ спектра поверхности разрушения показывает, что поверхность разрушения КЗ состояния содержит большой процент Fe, многократно превышающий среднее содержание Fe в сплаве. Крупные частицы интерметаллидов Al-Fe являются областями зарождения пор и последующего разрушения КЗ состояния при растяжении, и интерметаллидные частицы на основе Fe в большом содержании находятся на поверхности разрушения.

- Содержание Fe на поверхности излома РКУП-К состояния заметно ниже. Это объясняется тем, что после РКУП-К меняется характер разрушения, т.к. областями зарождения пор и последующего разрушения, могут являться такие элементы структуры, как области более высокой плотности дислокаций, дефекты, сформированные при РКУП-К, и интерметаллиды железа уже не играют определяющую роль на формирование поверхности разрушения.

- Интерметаллидные частицы Al-Fe в большом содержании находятся на поверхности разрушения в глубине ямок Al сплавов в КЗ состоянии при растяжении, и спектр изломов показывает повышенное содержание Fe, многократно превышающее среднее содержание Fe в сплаве. Т.е. фиксированное ранее повышенное содержание Fe в ямках в области разрушения обусловлено не погрешностью измерений СЭМ, а именно повышенным содержанием частиц Al-Fe на дне ямок - поскольку на частицах Al-Fe с большей вероятностью формируются поры на начальном этапе разрушения, и соответственно после разрушения.

- РКУП-К обработка приводит к измельчению частиц Al-Fe от 7 до 2 μm в сплаве 6101, относительно состояния сплава в его крупнозернистом состоянии.
- Подтверждены данные, что удлинение до разрушения для всех типов структур и геометрий данного материала составляет $\sim 50\%$. Образцы с УМЗ структурой показывают прочность на 25 % выше, чем КЗ состояние, а предел текучести на 50 % выше, чем КЗ состояние. Это объясняется зернограничным упрочнением: зернограничное упрочнение - результат измельчения зерна при РКУП-К складывается с дисперсионным упрочнением (являющимся результатом естественного старения после РКУП-К).
- Истинное напряжение разрушения в УМЗ состоянии значительно выше истинного напряжения разрушения КЗ состояния.
- Повышенное истинное напряжение разрушения УМЗ состояния определяется его повышенной устойчивостью к формированию трещин.
- Поверхность изломов носит ямочный характер и имеет однородную структуру, что соответствует одноосному растяжению. Размер ямок на поверхности изломов у образцов с КЗ структурой можно оценить размером до 10 μm , у образцов с УМЗ структурой – до 5 μm . Это свидетельствует, что в УМЗ состоянии при разрушении было задействовано сразу большое количество центров зарождения микродефектов, относительно состояния КЗ.
- Крупнозернистому состоянию соответствуют поры размером 3-7 мкм, для УМЗ – 1-2 мкм. Наибольшая концентрация пор располагается в центре образца, что соответствует области концентрации максимальных напряжений.
- Качественный анализ экспериментальных и теоретических результатов позволяет предположить, что величина критического напряжения при образовании пор в УМЗ материале имеет более высокие значения.
- Рост предела текучести и связанного с ним предела прочности в УМЗ состоянии объясняется законом Холла- Петча: при уменьшении размера зерна требуется большее внешнее напряжение для задания течения дислокаций.

Список литературы

- [1] Алюминиевые сплавы/ Москва, “Металлургия”, 1979.
- [2] Murayama, M. Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys [Текст] / M. Murayama, K. Hono // Acta Materialia. - 1999. - Vol. 47. - P. 1537-1548.
- [3] Corrosion Aluminium /Ch. Vargel – ELSEVIER, 2004.
- [4] Салищев, Г. А. Формирование субмикроструктурной структуры в титане и титановых сплавах и их механические свойства / Г. А. Салищев, Р. М. Галеев, С. П. Малышева [и др.] // Металловедение и техническая обработка металлов. – 2006. – № 2. – С. 19-26.
- [5] Сегал В. М. Процессы пластического структурообразования металлов./ Сегал В. М., Резников В. И., Копылов В. И. [и др.] //— Минск: Наука и техника, 1994. —С. 232.
- [6] Валиев Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией /Валиев Р. З., Александров И. В. // — М.: Логос, 2000. — С.272.
- [7] Valiev, R. Z. Nanostructuring of Metals by Severe Plastic Deformation for Advanced Properties / R. Z Valiev // Nature Mater. - 2004. - 3. - p. 511.
- [8] Равноканальное угловое прессование металлических материалов: достижения и направления развития / Тематическая подборка статей под ред. В.М. Сегала, С.В. Добаткина и Р.З. Валиева // Металлы, 2004. № 1,2.
- [9] Murashkin, M.Y. Structure and mechanical properties of aluminum alloy 6061 subjected to equal-channel angular pressing in parallel channels/ m.y. murashkin, e.v. bobruk, a.r. kil'mametov, r.z. valiev. // The physics of metals and metallography, 2009.
- [10] Murashkin, M.Y. Enhanced mechanical properties and electrical conductivity in ultrafine-grained Al alloy processed via ECAP-PC [Текст] / M.Y. Murashkin, I. Sabirov, V.U. Kazykhanov, E.V. Bobruk, A.A. Dubravina, R.Z. Valiev // Special Issue: Nanostructured Materials; Guest Editor: Yuntian T Zhu. 13 ed: Springer Netherlands; 2013. -pp. 4501-4509.

- [11] Fakhretdinova, E.I. Structure and properties of aluminum alloy system Al-Mg-Si after processing by the method of Multi-ECAP-Conform / E.I. Fakhretdinova, E.V. Bobruk, G.Yu. Sagitova, G.I. Raab // Letters on materials. -2015. -No.5 (2). -pp. 202-206.
- [12] Bobruk, E.V. Aging behavior and properties of ultrafine-grained aluminum alloys of Al-Mg-Si system [Текст] / E.V. Bobruk, M.Y. Murashkin, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev // Reviews on Advanced Materials Science. - 2012. - Vol. 31. - pp. 109-115.
- [13] Mavlyutov, A.M. Effect of annealing on microhardness and electrical resistivity of nanostructured SPD aluminium [Текст] / A.M. Mavlyutov, A.S. Bondarenko, M.Y. Murashkin, E.V. Boltynjuk, R.Z. Valiev, T.S. Orlova // Journal of Alloys and Compounds. - 2017. - Vol. 698. - pp. 539-546.
- [14] Raab, G.J. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform [Текст] / G.J. Raab, R.Z. Valiev, T.C. Lowe, Y.T. Zhu // Materials Science and Engineering: A. - 2004. - Vol. 382. - pp. 30-34.
- [15] Valiev, R.Z. A nanostructural design to produce high-strength Al alloys with enhanced electrical conductivity [Текст] / R.Z. Valiev, M.Y. Murashkin, I. Sabirov // Scripta Materialia. - 2014. - Vol. 76. - pp. 13-16.
- [16] Прочность и механизмы разрушения объемных наноструктурированных металлических материалов: учебное пособие / [Г. В. Клевцов и др.] Уфимск. гос. авиац. техн. ун-т. – Уфа: РИК УГАТУ, 2016.
- [17] Dobatkin, S. V. Severe Plastic Deformation of Steels: Structure, Properties and Techniques / S. V. Dobatkin. // In Investigations and Applications of Severe Plastic Deformation, T. C. Lowe and R. Z. Valiev (eds.), Kluwer Publishers, NATO Science Series. - 2000. - 3(80). - pp. 13.
- [18] Рааб, Г. И. Равноканальное угловое прессование по схеме «Конформ» длинномерных наноструктурных полуфабрикатов из титана / Г. И. Рааб, Р. З. Валиев // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка металлов давлением. -2008. -№1. - С. 21.
- [19] Susai, K. S. Development of aluminium wire for automotive harnesses [Текст] / K.S. Susai, S. Takamura // 60th IWCS Conference.

- [20] Horikoshi, T. Development Of Aluminium Alloy Conductor with High Electrical Conductivity and Controlled Tensile Strength and Elongation [Текст] / T. Horikoshi, H. Koruda, M. Shimizu, S. Aoyama // Hitachi Cable Review. - 2006. - Vol. 25. - pp.218.
- [21] Nasu, S. Defects and phases of iron in aluminium [Текст] / S. Nasu, U. Gonser, R.S. Preston // Journal de physique Colloque. - 1979. - Vol. 41 Colloq C-1. - pp. 385-386.
- [22] Алюминий и алюминиевые сплавы. Химический состав и форма заготовок. //EN 573-3, Часть 3. Химический состав и форма изделий Дата введения в действие 01.10.2019.
- [23] Алюминий и алюминиевые сплавы. Экструдированные прутки, трубы и профили. // EN 755-2, Часть 2. Механические свойства. Дата введения в действие: 01.10.2016/
- [24] Fadeeva, V.I. Amorphization and crystallization of Al-Fe alloys by mechanical alloying [Текст] / V.I. Fadeeva, A.V. Leonov // Materials Science and Engineering A. - 1996. - Vol. A206. - pp. 90-94.
- [25] Tcherdyntsev, V.V. Effect of deformation by high pressure torsion on the phase composition and microhardness of mechanically alloyed and rapidly quenched Al-Fe alloys [Текст] / V.V. Tcherdyntsev, S.D. Kaloshkin, E.A. Afonina, I.A. Tomilin, Y.V. Baldokhin, E.V. Shelekhov et al // Defect and Diffusion Forum. - 2003. - Vol. 216-217. - pp. 313-322.
- [26] Sasaki, T.T. Microstructure and mechanical properties of bulk nanocrystalline Al-Fe alloy processed by mechanical alloying and spark plasma sintering [Текст] / T.T. Sasaki, T. Ohkubo, K. Hono // Acta Materialia. - 2009. - Vol. 57. - pp. 3529-3538.
- [27] Jablonski, M.K. New Aluminium Alloys For Electrical Wires Of Fine Diameter For Automotive Industry [Текст] / M.K. Jablonski, B. Smyrak // Archives Of Metallurgy And Materials. - 2009. - Vol. 54. - pp.671-676.
- [28] Jablonski, M. Effect of iron addition to aluminium on the structure and properties of wires used for electrical purposes [Текст] / M. Jablonski, T. Knych, B. Smyrak

- // 5th International Conference on Light Metals Technology, July 19, 2011 - July 22, 2011. Luneburg, Germany: Trans Tech Publications Ltd; 2011. pp. 459-462.
- [29] Kim, D.H. Structure and decomposition behaviour of rapidly solidified Al-Fe alloys [Текст] / D.H. Kim, B. Cantor // Journal of Materials Science. - 1994. - Vol. 29. - pp. 2884-2892.
- [30] Шабашов, В.А. Мёссбауэровское исследование растворения алюминидов железа при сильной холодной деформации [Текст] / В.А. Шабашов, И.Г. Бродова, А.Г. Мукосеев, В.В. Сагарадзе, А.В. Литвинов // Известия РАН, серия физическая. - 2005. - Ч. 10. - С. 1459-1464.
- [31] Шабашов, В.А. Структурные превращения в системе Al-Fe при интенсивной пластической деформации [Текст] / В.А. Шабашов, И.Г. Бродова, А.Г. Мукосеев, В.В. Сагарадзе, А.В. Литвинов // Физика металлов и металловедение. - 2005. - Ч. 4. - С. 66-67
- [32] Cantor, B. Precipitation of equilibrium phases in vapour-quenched Al-Ni, Al-Cu AND Al-Fe ALLOYS [Текст] / B. Cantor, R.W. Cahn // Journal of Materials Science. - 1976. - Vol. 11. - pp. 1066-1076.
- [33] Meagher, C. Increasing the Strength and Electrical Conductivity of AA6101 Aluminum by Nanostructuring Rilee / C. Meagher, Mathew L.// Hayne, Julie DuClos, Casey F. Davis, Terry C. Lowe, Tamás Ungár & Babak Arfaei Light Metals, -2019. -pp 1507–1513/
- [34] Oravan, E. In Dislocations in Metals. / E. Oravan. – New York: AIME, 1954. – pp.103.
- [35] Бер, Л.Б. Диаграммы температура-время-превращение (ТВП) и температура-время-свойство (ТВС) старения термически упрочняемых алюминиевых сплавов. Их использование для разработки ступенчатых режимов старения/ Л.Б. Бер. - Новости Материаловедения. Наука и Техника. – 2016. Серия 3. – С. 46–61.
- [36] Колачев, Б.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов: учебник для вузов, 4–е изд./ Б.А. Колачев, В.И. Елагин, В.А. Ливанов/ - Издательский дом МИСиС, Москва, 2005.

- [37] Бер, Л.Б. О стадиях старения алюминиевых сплавов / Л.Б. Бер. - Технология Легких Сплавов, 2013, С. 66–76.
- [38] Рааб, Г. И. Развитие научных основ технологий интенсивной пластической деформации и создание оборудования по схеме равноканального углового прессования для получения ультрамелкозернистых металлических полуфабрикатов: автореф. дис. ... докт. техн. наук: 05.03.05 / Рааб Георгий Иосифович. - Уфа, 2009. – С. 36.
- [39] Валиев, Р.З. Объемные наноструктурные материалы [Текст] / Р.З. Валиев, И.В. Александров // Москва: Академкнига. - 2007.
- [40] Ultrafine-grained materials prepared by severe plastic deformation / ed. by R. Z. Valiev. - *Annales de Chemie. Science des Materiaux*, 1996. - 21(6-7). - pp. 369.
- [41] Valiev, R.Z. A nanostructural design to produce high-strength Al alloys with enhanced electrical conductivity [Текст] / R.Z. Valiev, M.Y. Murashkin, I. Sabirov // *Scripta Materialia*. - 2014. - Vol. 76. - pp. 13-16.
- [42] Langdon, T. G. Using equal-channel angular pressing for refining grain size / T. G. Langdon, M. Furukawa, M. Nemoto, Z. Horita // *JOM*. -2000. - 52(4). - pp. 30.
- [43] 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.-51.-pp. 881.
- [44] Segal, V. M. Severe plastic deformation: simple shear versus pure shear / V. M. Segal // *Materials Science and Engineering*. - 2002. - A 338. - pp. 331.
- [45] Segal, V. M. Slip line solutions, deformation mode and loading history during equal channel angular extrusion / V. M. Segal // *Materials Science and Engineering*. - 2003. - A 345. - pp. 36.
- [46] Валиев, Р. З. Развитие равноканального углового прессования для получения ультрамелкозернистых металлов и сплавов / Валиев Р. З. - *Металлы*, 2004. №1. С. 15–22.
- [47] Segal, V. M. Materials processing by simple shear / V. M. Segal // *Mater. Sci. Eng.*-1995.-A 197.-pp. 157.
- [48] Валиев, Р. З. Равноканальное угловое прессование длинномерных заготовок / Рааб Г.И., Валиев Р.З. - *Цветная металлургия*, 2000. № 5. С. 50–53.

- [49] Mackenzie, P.W.J. ECAP with back pressure for optimum strength and ductility in aluminium alloy 6016. Part 1: Microstructure. / Mackenzie, P.W.J.; Lapovok, R. // *Acta Mater.* – 2010. 58. pp. 3198–3211.
- [50] Newman, W. *Alchemical Laboratory Notebooks and Correspondence* / Newman W., Principe L. M. — University of Chicago Press, 2004. — pp.352.
- [51] ГОСТ 6996-66. БИБЛИОГРАФИЧЕСКАЯ ССЫЛКА. Сварные соединения (2008)// Методы определения механических свойств. Москва: Стандартинформ.
- [52] ГОСТ 1497-84. МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ. Металлы. Методы испытаний на растяжение, 1986.
- [53] Иванова, В. С. В кн.: Структура и свойства жаропрочных металлических материалов/ Иванова В. С., Воробьев Н. А.//. Москва, «Наука». -1967. С.- 249–255.
- [54] Исламгалиев, Р. К. Прочность и усталость ультрамелкозернистого алюминиевого сплава АК4-1 / Исламгалиев Р. К., Нестеров К. М., Хафизова Э. Д., Ганеев А. В., Голубовский Е. Р., Волков М. Е. // *Вестник УГАТУ*. 2012. Т. 16, № 8 (53). С. 104–109.
- [55] Валиев, Р. З. Механизм разрушения и мартенситные превращения в пластических зонах аустенитной стали AISI 321 после равноканальногоуглового прессования / Валиев Р. З., Клевцова Н. А., Клевцов Г. В., Фесенюк М. В., Кашапов М. Р., Абрамова М. М. - *Деформация и разрушение материалов*, 2010. № 10.- С. 14–18.
- [56] Клевцов, Г. В. Прочность и механизм разрушения наноструктурированного алюминиевого сплава АК4-1 в широком интервале температур / Клевцов Г. В., Валиев Р. З., Исламгалиев Р. К., Клевцова Н. А., Кашапов М. Р., Фесенюк М. В. - *Фундаментальные исследования*, 2012. № 3. Ч. 2. - С. 391–395.
- [57] Одинг, Н. А. *Металлургия и топливо* // Одинг Н. А. Либеров Ю. П.// «Известия АН СССР, ОТН». -1964.Т № 6. -С. 125–128.
- [58] Закон Холла-Петча (nanomechanics) // Нанометр (дата обращения: 01.08.2010).

- [59] Carlton, C. E. What is behind the inverse Hall-Petch effect in nanocrystalline materials? / Carlton C. E., Ferreira P. J. / *Acta Materialia*.- 2007. V. 55. -pp. 3749-3756.
- [60] Трефилов, В. И. Физические основы прочности тугоплавких металлов/ Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А. - Киев, «Наукова думка», 1975. –С.315.
- [61] Колачев, Б. А. Физико-химическая механика материалов/ Колачев Б. А., Мальков А. В., Седов В. И. – 1975. Т. 11. № 6. С. 7–12.
- [62] Nurislamova, G. Nanostructure and related mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy processed by severe plastic deformation/ Nurislamova, G.; Sauvage, X.; Murashkin, M.; Islamgaliev, R.; Valiev, R. // *Philos. Mag. Lett.*- 2008.- 88.-pp. 459–466.
- [63] Дриц, М.Е. «Наука»/ Дриц, М.Е. и др. // .-1973.
- [64] Mondolfo, L.F. Aluminum Alloys: Structure and Properties / Mondolfo, L.F.// Butterworths: London, UK. -1976.
- [65] Hanson D., Gayler M. J. *Inst. Met.*/ Hanson D., Gayler M. J. // -1923. Vol.29. - pp. 491 - 493.
- [66] Magomedova, D.K. Influence of grain size and second phase particles on the process of void initiation / Magomedova D.K., Murashkin, M. Y.// *Journal of Physics: Conference Series*. 2018. 991. 1. 012055.
- [67] Magomedova, D.K. Technique development for conducting mechanical tests to study the pore formation process in case of material fracture / Magomedova D.K., Efimov M.A., Murashkin, M. Y. // *AIP Conference Proceedings*. 2018. 1959. 070021.
- [68] Sauvage, X. Optimization of electrical conductivity and strength combination by structure design at the nanoscale in Al-Mg-Si alloys / Sauvage, X.; Bobruk, E.V.; Murashkin, M.Y.; Nasedkina, Y.; Enikeev, N.A.; Valiev, R.Z.// . *Acta Mater.* 2015. 98. pp. 355–366.
- [69] Sauvage, X. Atomic scale investigation of dynamic precipitation and grain boundary segregation in a 6061 aluminium alloy nanostructured by ECAP/

- Sauvage, X.; Murashkin, M.Y.; Valiev, R.Z.// *Kov. Mater. Met. Mater.* 2011. 49. pp.11–15.
- [70] Sabirov, I. Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation. New horizons in development. / Sabirov, I.; Murashkin, M.; Valiev, R.Z.// *Mater. Sci. Eng. A.* 2013. 560. pp.1–24.
- [71] Sha, G. Strength, grain refinement and solute nanostructures of an Al-Mg-Si alloy (AA6060) processed by high-pressure torsion/ Sha, G.; Tugcu, K.; Liao, X.Z.; Trimby, P.W.; Murashkin, M.Y.; Valiev, R.Z.; Ringer, S.P. // *Acta Mater.* -2014. 63.- pp. 169–179.
- [72] Bobruk, E.V. Enhanced strengthening in ultrafine-grained Al-Mg-Si alloys produced via ECAP with parallel channels/ Bobruk, E.V.; Kazykhanov, V.U.; Murashkin, M.Y.; Valiev, R.Z.// *AEM.*- 2015.
- [73] Roven, H.J. Dynamic precipitation during severe plastic deformation of an Al-Mg-Si aluminium alloy/ Roven, H.J.; Liu, M.; Werenskiold, J.C. // *Mater. Sci. Eng. A.* -2008. -483–484. -pp. 54–58.
- [74] Kashyap, B.P. Plastic flow properties and microstructural evolution in an ultrafine-grained Al-Mg-Si alloy at elevated temperatures/ Kashyap, B.P.; Hodgson, P.D.; Estrin, Y; Timokhina, I.; Barnett, M.R.; Sabirov, I.// *Metall. Mater. Trans. A.* - 2009.- 40.- pp. 3294–3303.
- [75] Hatch, J.E. Aluminum: Properties and Physical Metallurgy/ Hatch J.E. // ASM International: Metals Park.- 1984.- OH.- USA.
- [76] Магомедова, Д. К. ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КРУПНО- И МЕЛКОЗЕРНИСТОГО AL-6101 ПРИ СТАТИЧЕСКОМ РАСТЯЖЕНИИ / Магомедова, Д. К., Ефимов, М. А., Рябоконь, Д. В. // Техническая программа и тезисы школы молодых учёных «СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ И ПОКРЫТИЙ». -2019.- С.43-44.
- [77] Magomedova, D.K. Mechanical behavior of coarse- and fine-grained Al-6101 samples of different geometry under tension / Magomedova D.K., Gunderov, D. V., Efimov, M. A. // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 2019. 672.

- [78] Магомедова, Д. К. Распределение напряжений при статическом растяжении цилиндрических образцов из мелко- и крупнозернистого алюминиевого сплава 6101 / Магомедова Д.К., Чуракова, А. А. // Наноиндустрия.- 2021.- Выпуск 1.
- [79] Магомедова, Д. К. Влияние геометрии и размера зерна на механические свойства Al 6101 при статическом растяжении цилиндрических образцов/ Магомедова Д.К. // Materials. Technologies. Design, г. Уфа.-2021. - Том 3.- № 2(4). - С.20-24.
- [80] Magomedova, D.K. The dependence of mechanical properties of Al-6101 alloy on geometry of the samples with a groove during tensile tests / Magomedova D.K., Gunderov D. V. , Mavlutov A. M. // Journal of Physics: Conference Series. - 2021.- 1967(1).- 012023.
- [81] Магомедова, Д.К. ВЛИЯНИЕ РАЗМЕРА ЗЕРНА НА ПРОЦЕСС ПОРООБРАЗОВАНИЯ В AL-6101 / Магомедова Д.К. // СБОРНИК МАТЕРИАЛОВ«ЧЕТВЕРТЫЙ МЕЖДИСЦИПЛИНАРНЫЙ НАУЧНЫЙ ФОРУМ С МЕЖДУНАРОДНЫМ УЧАСТИЕМ "НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ И ПЕРСПЕКТИВНЫЕ ТЕХНОЛОГИИ"».- 2018.- Том 1.- С. 319-321.
- [82] Магомедова, Д. К. Исследование механических свойств и поверхности разрушения цилиндрических образцов Al-6101 при статическом растяжении / Магомедова, Д. К., Чуракова, А. А., Гундеров, Д. В. // Материалы VII международной конференции «Актуальные проблемы механики сплошной среды».- 2021.- С.167-171.
- [83] Magomedova, D.K. Investigation of mechanical properties and fracture surface of cylindrical samples Al-6101 under static tension / Magomedova D.K., Churakova A.A., Gunderov D. V. // Journal of Physics: Conference Series.- 2022. -012023.
- [84] Магомедова, Д. К. Влияние структуры сплава Al 6101 на образование пор при статическом растяжении как на структурное изменение в процессе деформации / Магомедова Д.К. // Materials. Technologies. Design, г. Уфа.- 2022.- Том 4.- №1(7).- С. 24-29.

- [85] Argon, A.S. Distribution of plastic strain and negative pressure in necked steel and copper bars / Argon A.S., Im J., Needleman A. // Metallurgical Transactions. - April 1975.- 824. -Volume 6A.
- [86] Im,J. Cavity formation from inclusions in ductile fracture/ J. Im, R. Safoglu // Metallurgical Transactions. -1975.- A.- Volume 6.- pp. 825.
- [87] Magomedova, D.K. Critical stresses determination in case of pores formation for coarse and ultra-fine grained Al-6101 under static tension / Magomedova D.K., Efimov, M. A., Churakova, A. A., Ryabokon, D. V., Gunderov, D. V. // Journal of Physics: Conference Series.- 2020. - 1474. - 012027.
- [88] Gunderov, D.V. True fracture stress of UFG samples of Al 6101 alloy / Gunderov D.V., Gunderova S.D., Magomedova D.K. // Letters on Materials.- 2022.- 12(4s).- pp. 424-427.
- [89] Polyakov, A.V. Influence of grain boundary misorientations on the mechanical behavior of a near- α Ti-6Al-7Nb alloy processed by ECAP // Polyakova V.V., Semenova I.P., Polyakov A.V.,Magomedova D.K., Huang Y, Langdon T.G.// Materials Letters. 2017. 190(4). pp 256-259.