Folimb-



# ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДЕФОРМАЦИИ, ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ И СВАРКИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ, ТЕКСТУРУ И АНИЗОТРОПИЮ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ АВИАЦИОННОЙ ТЕХНИКИ ИЗ АЛЮМИНИЙ-ЛИТИЕВЫХ СПЛАВОВ 1441, 1461 И 1469

#### Специальность

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Автореферат диссертации на соискание учёной степени кандидата технических наук Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор

Бецофен Сергей Яковлевич

Официальные оппоненты: Перлович Юрий Анатольевич,

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

сотрудник

Алабин Александр Николаевич,

кандидат технических наук, ЗАО «РУСАЛ Глобал

менеджмент Б.В.», начальник отдела

Ведущая организация: Открытое акционерное общество «Национальный

институт авиационных материалов», г. Москва

Защита диссертации состоится «14» декабря 2017 г. в 14 часов 00 минут на заседании диссертационного совета Д 212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ) по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой С.В. и по электронной почте skvorcovasy@mati.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте https://mai.ru/events/defence/index.php?ELEMENT\_ID=83902

Автореферат разослан 20 октября 2017г.

Ученый секретарь диссертационного Совета

Скворцова С.В.

#### ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

#### Актуальность работы.

Одним из основных направлений снижения веса конструкций изделий авиакосмической техники является применение алюминий-литиевых сплавов, которые обладают уникальными характеристиками прочности, жесткости и вязкости разрушения. Значительную перспективу в использовании новых материалов в авиации связывают также со слоистыми алюмостеклопластиками – СИАЛами (GLARE), которые отличает от алюминиевых сплавов пониженная на 10-15% плотность (2,4 г/см3), высокие прочность ( $\sigma_B$ >600 МПа) и уникальные показатели СРТУ и пожаростойкости. С целью повышения упругих свойств СИАЛов предложено использовать среднепрочный ресурсный сплав 1441 и высокопрочный сплав В-1469 в гибридных слоистых верхних и нижних панелях крыла. Одной из серьезных проблем применения алюминий-литиевых сплавов в СИАЛах является выраженная анизотропия свойств, которую связывают с особенностями формирования текстуры и фазового состава в листах этих сплавов.

В плитах из высокопрочного сплава В-1461, которые используются в качестве заготовок для фрезерования изделий авиационной техники обнаружена значительная неоднородность и анизотропия механических свойств, которая проявляется как в различии свойств в различных направлениях полуфабрикатов, так и в заметной разнице свойств по сечению плиты. Одной из причин такой неоднородности может являться различие в эффективной деформации различных слоев и участков плит при процедуре предварительной деформации (ПД) растяжением на 2-3% после закалки и перед старением.

Сварные соединения листов из сплавов с литием, выполненные сваркой трением с перемешиванием (СТП), позволяют повысить коэффициент прочности соединения от 55-60%, характерных для сварки плавлением до 70-75%. СТП Вместе тем характеризуется сочетанием процессов деформационного и термического воздействия, которые формируют сложное структурно-фазовое состояние, стабильность свойств которого могут быть обеспечены за счет проведения исследований закономерностей формирования при СТП микроструктуры, текстуры, фазового состава и остаточных напряжений.

**Целью работы** являлось совершенствование количественных методов фазового анализа промышленных алюминий-литиевых сплавов и исследование закономерностей влияния деформации, термической обработки и сварки на фазовый состав, текстуру и анизотропию механических свойств сплавов этой системы легирования для повышения надежности эксплуатации изделий

авиационной техники из этих сплавов.

Для достижения указанной цели в работе решались следующие основные задачи:

- 1) Скорректировать методику рентгеновского количественного фазового анализа сплавов системы Al-Cu-Li применительно к промышленным сплавам Al-Cu-Li-Mg на основе измерения параметров решетки твердого раствора, рассчитать объемные эффекты при выделении (растворении) интерметаллидных фаз в сплавах разных систем легирования.
- 2) Исследовать влияние степени предварительной деформации (ПД) перед старением сплава системы Al-Cu-Li B-1461 на фазовый состав и механические свойства плит сплава толщиной 80 мм на различных стадиях трехступенчатого старения.
- 3) Выявить закономерности формирования текстуры и анизотропии механических свойств в сплавах Al-Cu-Li с различным соотношением Cu/Li и соответственно  $\delta$ '- и  $T_1$ -фаз на тонких листах сплавов 1441 и B-1469, предназначенных для использования в слоистых алюмостеклопластиках (СИАЛы).
- 4) Исследовать распределение твердости, текстуры, фазового состава и остаточных напряжений в различных зонах соединения листов сплава В-1469, полученных сваркой трением с перемешиванием СТП.

#### Научная новизна полученных результатов заключается в следующем:

- 1. Разработана методика количественного фазового анализа для сплавов системы Al-Cu-Li-Mg, с помощью которой установлено, что легирование 1 масс.% магния на 0,4% увеличивает долю интерметаллидных фаз, а также существенно увеличивает концентрацию магния в твердом растворе и период решетки (на  $\sim 0,004$  Å), эквивалентное снижению концентрации меди в нем на  $\sim 2\%$ , что необходимо учитывать при оптимизации составов современных алюминий-литиевых сплавов, которые в основном относятся к этой системе легирования.
- 2. Исследование влияния степени предварительной деформации (СПД) на упрочняющий эффект старения плит из сплава В-1461 показало, что упрочнение практически отсутствует при СПД в 1% и усиливается со степенью деформации, при этом максимальная интенсивность упрочнения соответствует СПД 4-10%, при которой количество  $T_1$ -фазы увеличилось от ~2 до ~4%, количество  $\delta$ '-фазы при этом практически не изменилось (~18%), но увеличился размер ее частиц (от 7 до 19 нм), что обеспечивает дополнительный к увеличению  $T_1$ -фазы упрочняющий эффект.
- 3. Исследования различных зон сварного соединения из сплава В-1469, полученного СТП позволили найти объяснение эффекту разупрочнения

материала сварного шва, который обусловлен уменьшением количества  $T_1$ -фазы от ~5% до ~1%, при этом увеличение доли  $\delta$ '-фазы от ~8% до ~12% не может скомпенсировать снижение количества  $T_1$ -фазы, поскольку последняя является значительно более сильным упрочнителем по сравнению с  $\delta$ '-фазой.

4. Впервые установлено, что для сплавов Al-Cu-Li характерны значительно более высокие значения объемных эффектов при выделении интерметаллидных фаз (~1% для  $T_1$  и ~0,1% для  $\delta$ '-фазы), по сравнению со сплавами системы Al-Mg-Li (~0,12% для  $S_1$ -фазы и ~0,01% для  $\delta$ '-фазы), что необходимо учитывать при разработке новых сплавов.

#### Практическая значимость работы состоит в следующем:

- 1. Разработана новая методика количественного фазового анализа и на ее основе создана и зарегистрирована расчетная программа (№2016663886) для определения количества  $T_1$  и  $\delta'$ -фаз в сплавах системы Al-Cu-Li-Mg, что может быть эффективно использовано при разработке новых сплавов и оптимизации технологических режимов обработки уже существующих сплавов.
- 2. Исследования влияния холодной прокатки, предваряющей трехступенчатое старение плит из сплава B-1461 показали, что для того, чтобы избежать неоднородности свойств в плитах из сплавов Al-Cu-Li необходимо повысить степень предварительной деформации и ее однородность, заменив растяжение на 2-3% холодной прокаткой с обжатием не менее 5-6%.
- 3. Впервые для сплавов системы Al-Cu-Li сделана количественная оценка влияния отношения Cu/Li ( 2,9 для B-1469 и 0,8 для 1441) на фазовый состав и прочностные свойства сплавов и показано, что  $\sim 6\%$  T<sub>1</sub>-фазы в сплаве B-1461, на которые он превосходит 1441, дают значительно большее упрочнение (на 160-200 МПа) по сравнению с  $\sim 10\%$  δ'-фазы, на которые сплав 1441 превосходит сплав B-1469, что можно использовать для прогнозирования свойств сплавов.
- 4. Показано, что формирование в фиксированных зонах СТП соединений пиковых растягивающих остаточных напряжений обусловлено процессами выделения или растворения интерметаллидных фаз, что позволяет использовать обнаруженные закономерности для выявления наиболее эффективных способов оптимизации служебных свойств сварных соединений из сплавов системы Al-Cu-Li.

#### Апробация работы.

Материалы диссертационной работы доложены на 5 конференциях: Международные молодёжные научные конференции XLIII, МАИ, 2017, XV Авиация и космонавтика, МАИ, 2016, XLII Гагаринские чтения, XV международная научно-техническая конференция «Управление качеством»,

ПРОБЕЛ-200, 2016, The 15th International Conference on Aluminum Alloys, China, Chongqing, 2016

**Публикации.** Основное содержание работы изложено в 12 научных работах, 5 из которых — в списке отечественных рецензируемых журналов, рекомендуемых ВАК, 3 зарегистрированные программы для ЭВМ. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы и приложения. Объем диссертации составляет 169 страниц, включая 77 рисунков, 22 таблицы и список литературы из 141 наименования.

#### Основное содержание работы

### Глава 1. Сплавы Al-Cu-Li: химический и фазовый состав, технологии, структура, свойства, (обзор литературы)

В первой главе представлен анализ литературы по теме работы. Рассмотрены вопросы применения алюминий-литиевых сплавов в качестве материалов авиационной техники. Проанализировано влияние выделения интерметаллидных фаз на механические свойства сплавов с литием, результаты исследований особенностей фазовых превращений, формирования текстуры и механических свойств сплавов анизотропии c литием, количественного фазового анализа. Рассмотрены перспективы использования в авиации слоистых алюмостеклопластиков -СИАЛов, которые наряду с множеством преимуществ по сравнению с монолитными алюминиевыми сплавами имеют один существенный недостаток более низкий модуль упругости. Для решения этой проблемы ФГУП ВИАМ предложил новый класс СИАЛов на базе алюминий-литиевых сплавов, что позволило на 8-10% повысить модуль упругости и на 5-7% снизить плотность.

Анализ литературы по структурным аспектам СТП алюминий-литиевых сплавов показали, что эта наиболее перспективная технология для высокопрочных алюминий-литиевых сплавов характеризуется очень сложным характером формирования структуры и фазового состава, что требует количественных исследований структурно-фазового и напряженного состояния в этих соединениях.

#### Глава 2. Материалы и методы исследования

Исследования влияния степени предварительной деформации (1-11%) на формирование структурно-фазового состояния сплавов системы Al-Cu-Li при последующем старении проводили на клиновых образцах 25х70 мм с переменной толщиной от 10 до 11 мм. Заготовки для прокатки клиновых

образцов вырезали из средней части плит толщиной 80 мм из сплава В-1461 (Табл.1), которые получали поперечно-продольной (по отношению к оси слитка) прокаткой при температурах 420-470°C на «КУМЗ». После прокатки двух клиновых образов один сразу подвергали трехступенчатому старению  $120^{0}$ С, 20 час.,  $140^{0}$ С, 24 час. и  $150^{0}$ С, 24 час, а второй такой же обработке, но после естественного старения в течении ~6,5 10<sup>6</sup> сек. После каждой ступени старения проводили измерения твердости и рентгеноструктурные исследования в 5 зонах клинового образца, отличающихся величиной деформации. Измерения твердости проводили на приборе MacroMet 5100Tc нагрузкой 100 кгс и шкалой измерения HRB. Рентгеноструктурные исследования на проводили дифрактометре ДРОН-4. Измерения периодов решетки α-твердого раствора осуществляли в фильтрованном СиК<sub>а</sub>-излучении и использованием рефлекса (511)/(333) с углом дифракции  $\theta \sim 80-81^{\circ}$ .

Размер частиц б'-фазы (D) определяли с помощью уравнения Селякова-Шеррера на основании величины физического уширения ( $\beta$ ) сверхструктурного рефлекса (110) съемкой в СиК $_{\alpha}$ -излучении:

$$D=\lambda/(\beta\cos\theta)$$
 (1)

Таблица 1. Химический состав слитка сплавов В-1469, В-1461 и 1441

	Mac.%									
Сплав	Li	Cu	Mg	Zn	Zr	Sc				
1441	1,8	1,4	1,0	0,12	0,11	0,09				
B-1469	1,3	3,8	0,5	0,08	0,11	0				
B-1461	1,7	2,8	0,5	0.5	0.1	0.06				

Исследования текстуры и анизотропии механических свойств проводили на тонких листах толщиной 0,3 мм из сплава 1441 и 1,5 мм из сплава 1469, составы которых приведены в табл.1. Листы получали поперечно-продольной (по отношению к оси слитка) прокаткой на ОАО «КУМЗ», затем их подвергали термообработке: закалке, правке в свежезакаленном состоянии с остаточной деформацией 1,5-2,0 % прогладкой и растяжением, двухступенчатому искусственному старению. Определение характеристик механических свойств ( $\sigma_{\rm B}$ ,  $\sigma_{\rm 0,2}$ ,  $\delta$ ) при комнатной температуре в долевом и поперечном направлениях проводили во ФГУП «ВИАМ» с использованием плоских образцов по ГОСТ11701-84 с шириной рабочей части 10 мм и длиной рабочей части 50 мм.

Текстуру оценивали с помощью обратных полюсных фигур (ОПФ) для трех ортогональных направлений листа. Съемку осуществляли в фильтрованном  $MoK_{\alpha}$ -излучении в диапазоне углов  $2\theta$ =6-75 $^{0}$ , который позволял

получить значения полюсной плотности для 12 независимых рефлексов на стереографическом треугольнике.

Исследование соединений из сплава B-1469, полученных сваркой трением с перемешиванием (СТП) во ФГУП ВИАМ проводили на пластинах из прессованной панели сплава системы Al-Cu-Li B-1469 толщиной 10 мм, изготовленной на ОАО «КУМЗ. Сварной фрагмент 100x100x10 мм³ разрезали сначала пополам перпендикулярно шву, а затем из одной половинки нарезали три пластины толщиной по 2,5 мм, параллельные полосе, а из второй четыре пластины 50x10x5 мм³, перпендикулярные листу на разном расстоянии от центра шва.

Для измерения остаточных напряжений использовали метод  $\sin^2 \psi$ . Рентгеновскую съемку осуществляли для рефлекса (115)/(333) при симметричном положении образца ( $\psi$ =0°) и несимметричном его положении ( $\psi$ =-40 и -60°) для азимутального угла  $\Phi$ =90°, соответствующего измерению напряжений в направлении, перпендикулярному сварному шву

### Глава 3. Разработка метода количественного фазового анализа для сплавов Al-Cu-Li-Mg и метода оценки объемных эффектов превращения в алюминиевых сплавах

В третьей главе приведены результаты корректировки разработанной раннее методики количественного фазового анализа для сплавов Al-Cu-Li применительно к сплавам Al-Cu-Li-Mg, а также применение скорректированной методики для оценки объемных эффектов превращения при выделении (растворении) интерметаллидных фаз в алюминиевых сплавах.

Современные сплавы системы Al-Cu-Li содержат до 1,3% Mg, что необходимо учитывать при количественном фазовом анализе. Раннее, была развита методика количественного фазового анализа для сплавов системы Al-Cu-Li. Эта методика скорректирована для промышленных сплавов Al-Cu-Li-Mg с учетом известного из литературы факта, что содержание магния в сплавах Al-Cu-Li-Mg одинаково в твердом растворе и  $\delta$ '-фазе

Расчетные уравнения для системы Al-Cu-Li-Mg аналогичны тем, что были получены для сплавов Al-Cu-Li:

$$W_{\alpha} = \frac{(X_{Li}^{\delta} - X_{Li}^{T_{1}})(X_{Al}^{0}X_{Cu}^{T_{1}} - X_{Al}^{T_{1}}X_{Cu}^{0}) - X_{Al}^{\delta}X_{Cu}^{T_{1}}(X_{Li}^{0} - X_{Li}^{T_{1}})}{(X_{Li}^{\delta} - X_{Li}^{T_{1}})(100X_{Cu}^{T_{1}} - X_{Cu}^{\alpha}X_{Cu}^{T_{1}} - X_{Cu}^{T_{1}}X_{Li}^{\alpha} - X_{Al}^{T_{1}}X_{Cu}^{\alpha}) - X_{Al}^{\delta}X_{Cu}^{T_{1}}(X_{Li}^{\alpha} - X_{Li}^{T_{1}})} \times 100$$

$$W_{T_{1}} = \frac{100X_{Cu}^{0} - X_{Cu}^{\alpha}W_{\alpha}}{X_{Cu}^{T_{1}}} \qquad W_{\delta} = 100 - W_{\alpha} - W_{T_{1}}$$

Где:  $X_{Al}^{0}$ ,  $X_{Cu}^{0}$ ,  $X_{Li}^{0}$  - концентрации Al, Cu и Li в сплаве, соответственно (мас.%);  $W_{\alpha}$  ,  $W_{T_{1}}W_{\delta'}$  - массовый %  $\alpha$ -,  $T_{1}$ и  $\delta'$ -фаз, соответственно;  $X_{Al}^{\alpha}$ ,

 $X_{Cu}^{\alpha}, X_{Li}^{\alpha} X_{Al}^{T_1}, X_{Li}^{T_1}, X_{Cu}^{T_1}, X_{Al}^{\delta'}$ ,  $X_{Li}^{\delta'}$ - концентрации Al, Cu и Li в  $\alpha$ -, T<sub>1</sub> и  $\delta'$ -фазах, соответственно.

Значения параметров  $X_{Al}^{S}$ ,  $X_{Al}^{S'}$ ,  $X_{Al}^{T_1}$ ,  $X_{Li}^{T_1}$ ,  $X_{Li}^{S'}$  рассчитываются из стехиометрии  $T_1(Al_2CuLi)$  и  $\delta'$  ( $Al_3Li$ )-фаз.

Единственное различие заключается в том, что в уравнение для  $X_{Cu}^{\alpha}$  вводится дополнительное слагаемое:  $-W_{\alpha}^{cp}X_{Mg}^{0}\left(\frac{\Delta a}{\Delta X}\right)_{Mg}^{\alpha}$ , которое учитывает изменение параметра решетки из-за наличия в твердом растворе магния:

$$X_{Cu}^{\alpha} = (a_{\alpha} - a_{Al} - W_{\alpha}^{cp} X_{Mg}^{0} \left(\frac{\Delta a}{\Delta X}\right)_{Mg}^{\alpha}) / \left(\frac{\Delta a}{\Delta X}\right)_{Cu}^{\alpha}$$

 $a_{\alpha}$  -параметр решетки твердого раствора;  $\left(\frac{\Delta a}{\Delta X}\right)_{Mg(Cu)}^{\alpha}$  - изменение параметра решетки на 1 массовый процент легирующего элемента, Mg (Cu) (Å/мас.%);  $W_{\alpha}^{cp}$  - среднее значение количества твердого раствора для данного сплава;  $X_{Mg}^{0}$  - содержание магния в сплаве.

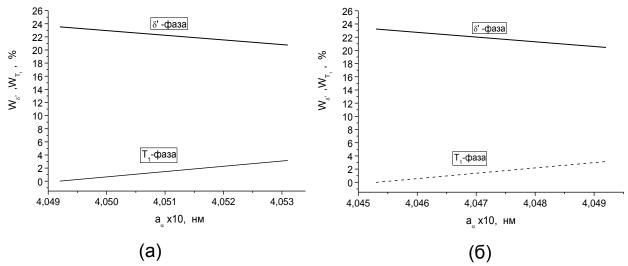


Рисунок 1. Соотношение δ' (сплошная линия) и  $T_1$ (штриховая линия) - фаз в зависимости от параметра решетки твердого раствора ( $a_\alpha$ ): для сплава 1441 (Al-1,4Cu-1,8Li) с 1,0%Mg (a) и без Mg (б)

Легирование магнием существенным образом влияет на сплавы системы Al-Cu-Li. На рис. 1а приведена зависимость фазового состава от периода решетки твердого раствора для сплава 1441, содержащего 1% Mg, а на рис.16 аналогичная зависимость для такого же сплава, но без магния. Видно, что 1% магния на 0,4% увеличивает долю интерметаллидных фаз, а также существенно увеличивает концентрацию магния в твердом растворе, что сопровождается заметным увеличением периода решетки, который варьируется в пределах

4,0492 — 4,0532 Å в сплавах с магнием (рис.1а) и от 4,0453 до 4,0492 Å в отсутствии магния в сплаве (рис.1б). Это должно оказывать влияние на все физико-химические и механические свойства сплава, при этом использование методики количественного фазового анализа дает возможность поиска количественных корреляций этих свойств с содержанием легирующих элементов.

В соответствии со скорректированной методикой фазового анализа разработана расчетная программа, которая прошла государственную регистрацию.

Количественное соотношение фаз в сплавах позволяет рассчитывать объемные и линейные изменения размеров, сопровождающие термообработку. Удельный объем смеси может быть вычислен через удельные объемы фаз и их содержание в массовых процентах по правилу смесей.

Рассчитаны объемные эффекты для сплавов Al-3Mg, Al-5Mg, Al-3Cu, Al-Mg-Li (1420) и Al-Cu-Li (1460). В расчетах объемных эффектов для тройных сплавов Al-Mg-Li и Al-Cu-Li, в которых присутствуют несколько интерметаллидных фаз ( $\delta'$ ,  $T_1$  и  $S_1$ ) учитывали только фазовые превращения, при которых количество одной из интерметаллидных фаз оставалось неизменным и весь объемный эффект можно было отнести к другой фазе.

На рис. 2 представлены результаты расчета объемных эффектов при выделении некоторых интерметаллидных фаз в алюминиевых сплавах.

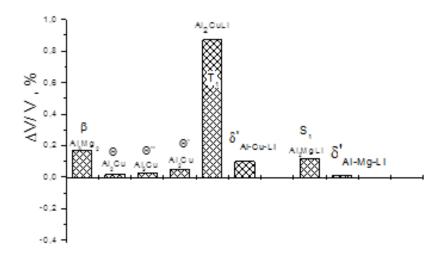


Рисунок 2. Значения объемного эффекта выделения алюминидов из твердого раствора, рассчитанные на один процент выделившейся фазы

Важно также, что для сплавов Al-Cu-Li характерны значительно более высокие значения объемных эффектов (0,8-1,1% для  $T_1$  и  $\sim$ 0,1% для  $\delta$ '-фазы), по сравнению со сплавами системы Al-Mg-Li (0,08-0,15% для  $S_1$ -фазы и  $\sim$ 0,01% для  $\delta$ '-фазы). Отметим, что выделение тройной фазы ( $T_1$ ) в сплавах Al-Cu-Li

сопровождается самым большим объемным эффектом, что необходимо учитывать при термообратботке тонкостенных изделий.

## Глава 4. Количественное исследование влияния интерметаллидных фаз на упрочняющий эффект старения, текстуру и анизотропию механических свойств сплавов Al-Cu-Li.

В первой части главы исследовали влияние предварительной деформации на механизм выделения интерметаллидных фаз и упрочняющий эффект старения сплавов системы Al-Cu-Li-Mg. Во второй части главы исследовали особенности формирования текстуры и анизотропии механических свойств в сплавах Al-Cu-Li-Mg с различным отношением основных легирующих элементов (Cu/Li) B-1469 (Cu/Li=2,9) и 1441 (Cu/Li=0,8).

Производство крупногабаритных плит и профилей из высокопрочных алюминиевых сплавов для современных широкофюзеляжных пассажирских и транспортных самолетов является актуальной научно-технической задачей. Значительную перспективу в этом плане представляют высокопрочные, свариваемые сплавы системы Al-Cu-Li, однако при получении плит толщиной 40-80 мм из сплава системы Al-Cu-Li B-1461 обнаружена значительная неоднородность и анизотропия механических свойств, которая возможно связана с различием в эффективной деформации различных слоев и участков плит при процедуре предварительной деформации растяжением на 2-3% после закалки и перед старением.

На Рис.3 приведены результаты исследования влияния степени предварительной деформации (СПД) прокаткой на твердость клиновых образцов после различных режимов старения. Видно, что сама по себе деформация практически не влияет на твердость (кривые 1 на Рис.3 а и б). Естественное старение (кривая 1ЕС на Рис.3б) увеличивает твердость и эффект упрочнения усиливается со степенью деформации. Первая стадия старения  $(120^{\circ}\text{C})$  приводит к разупрочнению (кривые 2 и 2ЕС), что свидетельствует о растворении упрочняющих фаз.

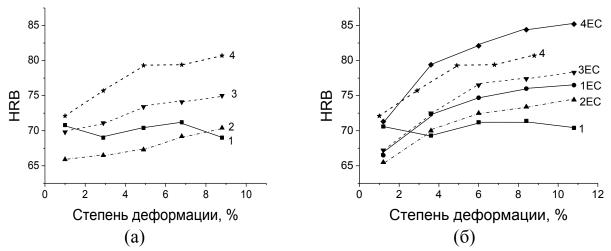


Рисунок 3. Зависимость твердости от СПД холодной прокаткой клиновых образцов для различных вариантов старения: (а) – искусственное старение; (б) - естественное и искусственное старение: 1(1EC): 1 - закалка  $540^{0}C$ , 1 час, вода + ПД (1EC - 1 + естественное старение ~5  $10^{6}$ cek.); 2(2EC): 1(EC)+ старение при  $120^{0}C$ , 20 час.; 3(3EC): 2(2EC) + старение  $140^{0}C$ , 24 час.; 4(4EC): 3(3EC) + старение  $150^{0}C$ , 24 час.

Вторая ступень старения при  $140^{0}$ С приводит к упрочнению, интенсивность которого увеличивается с ростом СПД (кривые 3 и 3ЕС на Рис.4). Упрочнения на этой стадии обусловлено выделением  $\Theta'$ -фазы. Наибольший эффект упрочнения наблюдали после третьей, заключительной ступени старения при  $150^{0}$ С, который особенно выражен для случая, когда ИС следует за ЕС (кривая 4ЕС на Рис.4б). Упрочнение на этой стадии обусловлено выделением  $T_{1}$ -фазы.

Для выяснения причин такого сильного влияния СПД на упрочняющий эффект старения проведены количественные исследования изменения фазового состава сплава на разных ступенях старения для разных СПД. На рис.4 приведены изменения твердости и количества  $\delta$ '- и  $T_1$ -фаз от СПД, которые имеют близкий характер для случаев искусственного и естественного старения (Рис.4а) и только искусственного старения (Рис.4б).

Наиболее интенсивной прирост твердости соответствует диапазону СПД от 1 до 5%, при этом увеличивается количество  $T_1$ -фазы, а количество  $\delta'$ - фазы практически не меняется. Увеличение количества  $\delta'$ - фазы в интервале СПД 6-10% сопровождается незначительным приростом твердости (Рис.4а,  $\delta$ ).

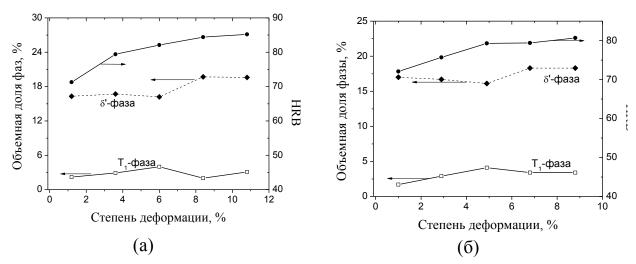


Рисунок 4. Зависимость количества интерметаллидных фаз и твердости от СПД прокаткой клинового образца и последующего естественного (ЕС) и трехступенчатого искусственного старения (ИС) - (а) ПД+ЕС+ИС ( $120^{\circ}$ C, 20 час.+ $140^{\circ}$ C, 24 часа+ $150^{\circ}$ C, 24 часа) или только ИС - (б) ПД+ИС ( $120^{\circ}$ C, 20 час.+ $140^{\circ}$ C, 24 часа+ $150^{\circ}$ C, 24 часа)

Упрочнение сплава в отсутствии выделения интерметаллидных частиц обусловлено увеличением размера частиц б'-фазы, которое подтверждается экспериментально изменением ширины сверхструктурной линии (110) δ'-фазы. Было обнаружено, протяженными рефлексами что наряду c нанокристаллических частиц (НКЧ) размером 6 – 20 нм, наблюдаются «гало» от рентгеноаморфных частиц (РАЧ), размером <5 нм (Рис.5), доля которой составляет ~80%. Расчеты по уравнению Селякова-Шеррера показали, что трехступенчатое искусственное старение приводит к увеличению размеров нанокристаллической фракции б'-фазы от 7-8 (Рис.5а) до 17-19 нм. (Рис.5 б), что наряду с увеличением количества Т<sub>1</sub>-фазы вносит вклад в упрочение сплава при старении.

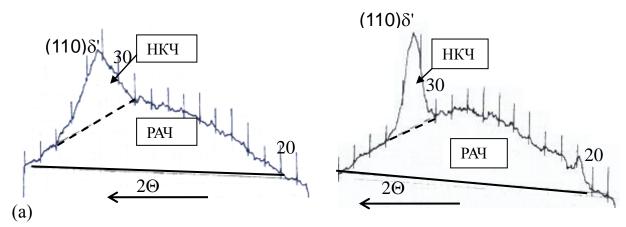


Рисунок 5. Дифрактограммы клиновых образцов для различных СПД и режимов естественного и искусственного старения (ЕС и ИС): (а) ПД (8,8%);

(б) ПД(10,2%)+ЕС+ИС (120 $^{\circ}$ С, 20 час.+140 $^{\circ}$ С, 24 час.+150 $^{\circ}$ С, 24 час.): НКЧ – нанокристаллические частицы  $\delta$ '-фазы (D>5нм); РАЧ – рентгеноаморфные частицы  $\delta$ '-фазы (D<5нм).

Обнаруженная сильная зависимость упрочняющего эффекта старения от СПД может быть причиной разницы прочностных свойств в различных сечениях плит из сплавов системы Al-Cu-Li и значительный разброс результатов испытаний в каждом из сечений. Неоднородность текстуры и соответственно сопротивления деформации по сечению плит может являться одной из причин этого эффекта. Поэтому необходимо повысить СПД до 4-5% и обеспечить однородность ПД по сечению плит, заменив растяжку прокаткой.

Среднепрочный ресурсный сплав 1441 и высокопрочный сплав В-1469, рассматриваются как перспективные для использования в СИАЛах в гибридных верхних и нижних панелях крыла. Тем не менее, одной из серьезных проблем для этих сплавов является выраженная анизотропия свойств, которую связывают с особенностями формирования в них текстуры и фазового состава.

В табл.2 приведены результаты измерения механических свойств листов, которые показывают различный характер свойств при статическом растяжении листов из Al-Li сплавов. Сплав B-1469 характеризуется значительно более высокими прочностными свойствами, меньшей разницей пределов текучести и прочности и противоположным типом анизотропии. Для сплава B-1469 характерен нормальный тип анизотропии, когда прочность долевых образцов выше, чем поперечных. Для сплава 1441 анизотропия свойств аномальная, поскольку прочность долевых образцов ниже, чем поперечных.

Таблица 2. Механические свойства сплавов B-1469 и 1441 в долевом и поперечном направлениях

Сплав	T.O.	σ <sub>0,2</sub> , ΜΠα		σ₃, МПа		$\sigma_{0,2}$ дол./	$\sigma_{\scriptscriptstyle B}^{\scriptscriptstyle  JOJ.}/$	$W_{\delta'}$	$W_{T_1}$
		Дол.	Попер	Дол.	Попер	$\sigma_{0,2}^{\text{попе}}$	$\sigma_{_{B}}^{\ \ nonep}$		
						р			
B-	T1	544	518	576	546	1,050	1,055	7,3	5,9
1469									
1441	T11	339	351	424	443	0,966	0,957	18,5	0

Количество интерметаллидных  $T_1(Al_2CuLi)$  и  $\delta'$  ( $Al_3Li$ )-фаз в сплавах определяли на основании разработанного метода КФА (глава 3). Сплав В-1469 содержит две интерметаллидные фазы,  $\delta'$  и  $T_1$ , а в сплаве 1441 присутствует только  $\delta'$ -фаза, что объясняется различным соотношением меди и лития (2,9 для

В-1469 и 0,8 для 1441). Показало (табл.2), что суммарное количество интерметаллидов в сплаве В-1469 ниже, чем в сплаве 1441 более, чем на 5%, однако прочность сплава В-1469 значительно выше, что свидетельствует о значительно более высоком упрочняющем эффекте  $T_1$ -фазы по сравнению с  $\delta$ '-фазой.

Текстура 1,5 мм листа сплава B-1469 характеризуется тремя основными компонентами: (1) повернутой текстурой «латуни» (110)[ $\overline{1}$ 12]÷[ $\overline{3}$ 35]; (2) "S" – текстурой (135)[ $\overline{1}$ 12] и текстурой «меди» (113) [ $\overline{1}$ 12]. Соотношение этих компонент меняется по сечению листа. На поверхности превалирует "S" – текстура, а в медианном сечении – текстура «латуни». Текстура 0,3 мм фольги из сплава 1441 слабо выражена и ее тип сильно отличается от типичных текстур прокатки ГЦК сплавов.

Для объяснения причин заметной анизотропии прочностных свойств в листах сплавов рассчитывали из количественных текстурных данных ориентационные факторы упрочнения — факторы Закса. Для сплава В-1469 отношение факторов Закса составило 1,07, а для сплава 1441 - 0,99. Рассчитанные величины для сплава В-1469 качественно соответствуют экспериментальным величинам (1,05). Для сплава 1441 расчеты указывают практически на отсутствие анизотропии, возможно, что разница расчетных и экспериментальных показателей анизотропии связаны с большим количеством б'-фазы (>18%).

## Глава 5. Исследование фазового состава, текстуры и остаточных напряжений в соединениях сплава в-1469, полученных сваркой трением с перемешиванием

Важной проблемой изготовления крупногабаритных сварных конструкций из высокопрочных алюминий-литиевых сплавов является их разупрочнение при сварке плавлением, для которой отношение прочности шва к прочности основного материала ниже 60%. Повысить эксплуатационные характеристики сварных соединений возможно за счет применения сварки трением с перемешиванием (СТП), для которой это отношения достигает 75%.

В настоящей главе исследовали распределение твердости, текстуры, фазового состава и остаточных напряжений в различных зонах соединения листов сплава В-1469, полученных СТП. На рис.6. приведены результаты измерения твердости в зависимости от расстояния от центра шва для двух сечений, расположенных на 3,5 и 7 мм от поверхности.

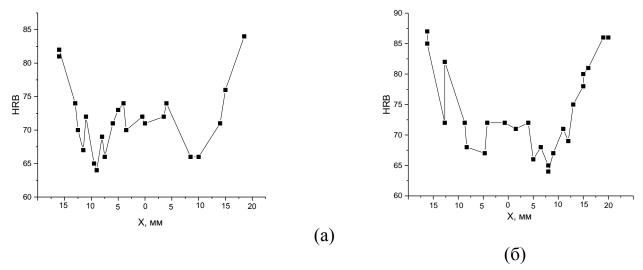


Рисунок 6. Распределение твердости по сечению сварного соединения на расстоянии z=3,5 (a) и z=7,0 мм (б) от поверхности: X –расстояние от центра шва

Распределение твердости имеет W-образную форму, при этом характер этой зависимости не меняется для разных сечений сварного соединения. Необходимо отметить, что минимальные значения твердости соответствуют переходной зоне между зоной перемешивания и зоной термического влияния.

Результаты КФА (рис.7) показывают, что СТП сопровождается фазовыми изменениями в результате термического воздействия сварки, которые характеризуются уменьшением количества  $T_1$ -фазы, являющейся основной упрочняющей фазой в сплавах системы Al-Cu-Li. При этом увеличение количества  $\delta'$ -фазы не может скомпенсировать снижение количества  $T_1$ -фазы и в результате твердость шва снижается (рис.6).

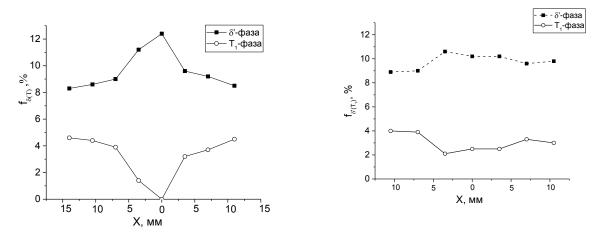


Рисунок 7. Распределение фазового состава в поперечном сечении сварного соединения на расстоянии z=0 (a) и z=6 мм (б) от поверхности: X –расстояние от центра шва

В главе 4 было показано, что сплав B-1469, содержащий  $\sim 8\%$  б'-фазы и  $\sim 6\%$   $T_1$ -фазы имеет предел текучести на  $\sim 200$  МПа выше, чем сплав 1441 с  $\sim 18\%$  б'-фазы и близким к нулю содержанием  $T_1$ -фазы. Это объясняет снижение твердости в сварном соединении по сравнению с основным материалом, но не объясняет, почему минимум твердости расположен в переходной зоне, хотя минимум  $T_1$ -фазы соответствует зоне перемешивания, в которой твердость выше, чем в переходной зоне (Рис.6).

Для объяснения этой аномалии целесообразно привлечь результаты измерения остаточных напряжений. Следует отметить, что характер распределения фазового состава меняется с глубиной и эти изменения носят немонотонный характер. Наиболее выраженный градиент фазового состава наблюдается в подповерхностных слоях, при этом независимо от того с фронтальной или тыльной поверхности. Наименее выраженный градиент наблюдается в центральной зоне.

Измерения остаточных напряжений в поперечном относительно шва направлении в зависимости от расстояния от центра шва для различных сечений свариваемых пластин показали, что уровень напряжений не превышает 60 МПа (рис.8), а для некоторых сечений остаточные напряжения не превышают 30 МПа. Это значительно ниже, чем величина остаточных напряжений при сварке плавлением, когда уровень остаточных напряжений вплотную приближается к величине предела текучести.

Характер распределения напряжений существенно меняется по мере удаления от поверхности сварного соединения.

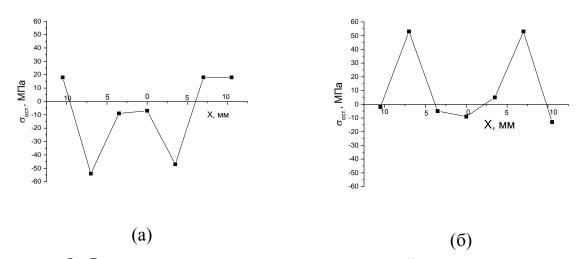


Рисунок 8. Распределение остаточных напряжений в поперечном сечении сварного соединения на расстоянии z=0 (a) и z=3,5 мм (б) от поверхности: X – расстояние от центра шва

В поверхностном слое (рис.8а) сжимающие напряжения доминируют в ЗП и примыкающей к ней области ЗТВ, при этом пиковые сжимающие напряжения формируются в переходной области между ними. На расстоянии 3,5 мм от поверхности (рис.8б) характер распределения остаточных напряжений резко меняется. Здесь доминируют растягивающие напряжения, которые характеризуются «М»-образной зависимостью, которая считается характерной для распределения остаточных напряжений в СТП соединениях. По существу распределение на поверхности соединения (рис.8а) можно рассматривать как зеркально симметричную или «перевернутую» «М»-образную зависимость. Между этими сечениями распределение напряжений имеет промежуточный характер.

Можно предположить, что в ЗП в результате воздействия рабочего инструмента материал нагревается до температур, при которых происходит полное растворение интерметаллидных фаз, которые вновь выделяются при при этом образование зародышей интерметаллидных активизируется под действием сдвиговых напряжений. происходит И Чувствительность Al-Cu-Li сплавов к наличию деформации, предшествующей старению связано с высоким объемным эффектом выделения Т<sub>1</sub>-фазы (рис.2), при этом этот эффект положительный, что приводит к формированию сжимающих напряжений, при этом в ЗП эти напряжения в значительной мере релаксируют в результате сдвиговой деформации, а в переходных областях стаются в виде пиковых значений~55-60 МПа (рис.8а). В подповерхностных областях (рис.8б), где температура ниже, полного растворения Т<sub>1</sub>-фазы не происходит и в результате уровень остаточных напряжений снижается до ~30МПа и поэтому их релаксации в ЗП не происходит, что проявляется в сравнительно равномерном их распределении по ЗП и примыкающей к ней области ЗТВ.

При еще большем удалении от поверхности температура и соответственно количество растворенной  $T_1$ -фазы снижается еще больше и соответственно снижается уровень пересыщенности твердого раствора и количество выделившейся при охлаждении  $T_1$ -фазы. В результате в этом сечении доминирует процесс растворения  $T_1$ -фазы, что сопровождается уменьшением объема металла и возникновением растягивающих напряжений (рис.8б), которые также как и в поверхностном слое релаксируют в ЗП и сохраняются в виде пиковых значений растягивающих напряжений  $\sim$ 65 МПа (рис.8б).

Существенные изменения в процессе СТП происходят в текстуре материала. Текстура исходных пластин характеризуется текстурой «латуни» {011}<211>, которая в ЗП в результате интенсивной сдвиговой деформации происходит преобразуется в близкое к бестекстурному состоянию. Здесь важно

отметить, что в области между ЗП и ЗТВ, которая испытывает наиболее сильные изменения фазового состава и механических свойств текстура материала не отличается от текстуры основного металла. Это естественно, поскольку фазовые изменения стимулируются термическим воздействием, а текстурные только сдвиговой деформацией в ЗП.

#### ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

- 1. Методика количественного фазового анализа для сплавов системы Al-Cu-Li скорректирована применительно к сплавам четверной системы Al-Cu-Li-Mg, при этом в расчетах принимали известный из литературы экспериментальный факт одинаковой концентрации магния в твердом растворе и δ'- фазе.
- 2. С использованием разработанной методики установлено, что добавление в сплав 1% магния на 0,4% увеличивает долю интерметаллидных фаз, а также существенно увеличивает концентрацию магния и период решетки (на ~0,004 Å) в твердом растворе, что может эффективно использоваться для оптимизации составов и технологий обработки сплавов системы Al-Cu-Li-Mg.
- 3. Впервые установлено, что для сплавов Al-Cu-Li характерны значительно более высокие значения объемных эффектов (0,8-1,1% для  $T_1$  и ~0,1% для  $\delta$ '-фазы), по сравнению со сплавами системы Al-Mg-Li (0,08-0,15% для  $S_1$ -фазы и ~0,01% для  $\delta$ '-фазы).
- 4. Обнаружена сильная зависимость упрочняющего эффекта трехступенчатого старения сплава B-1461 от степени предварительной деформации (СПД), эффект упрочнения отсутствует при минимальной степени деформации в 1% и усиливается со степенью деформации, достигая максимума при СПД 6-10%, при этом количество  $T_1$ -фазы увеличилось от 2 до 4%, а количество  $\delta$ '-фазы практически не меняется (~18%).
- 5. Установлено, что  $\delta'$ -фаза в сплаве состоит из фракции нанокристаллических частиц размером 6-20 нм, доля которой составляет менее 20%, а оставшаяся часть состоит из рентгеноаморфных частиц размером <5 нм, которые выделяются из матрицы когерентно и имеют такую же ориентировку как нанокристаллические частицы и твердый раствор.
- 6. Исследования сплавов системы Al-Cu-Li-Mg, сильно отличающихся отношением основных легирующих элементов(Cu/Li) B-1469 (Cu/Li=2,9) и 1441 (Cu/Li=0,8) показали существенное различие в их фазовом составе и механических свойствах, включая анизотропию свойств.
- 7. Сплав В-1469 содержит две интерметаллидные фазы,  $\delta'$  и  $T_1$ , содержание которых варьируется для  $\delta'$ -фазы 7,3-8,1%, а  $T_1$ -фазы 5,0-5,9%, сплав 1441 содержит 18,2-18,5%,  $\delta'$ -фазы и следы  $T_1$ -фазы (0-0,4%).

- 8. Прочностные свойства сплаваВ-1469 на 160-200 МПа выше, чем у сплава 1441, что свидетельствует о значительно большем упрочнении от выделения  $T_1$ -фазы по сравнению с  $\delta$ '-фазой, поскольку~6%  $T_1$ -фазы в сплаве В-1461, на которые он превосходит 1441дают значительно большее упрочнение по сравнению с ~10%  $\delta$ '-фазы, на которые сплав 1441 превосходит сплав В-1469.
- 9. Прочность и предел текучести в долевом направлении для В-1469 на 5% выше, а в сплаве 1441 на 5% ниже, чем в поперечном направлении, при этом анизотропия прочностных свойств в сплаве В-1469 коррелирует с текстурой, а текстура листов сплава 1441 не объясняет анизотропии их прочностных свойств, что вероятно связано с наличием значительной доли  $\delta$ '- фазы (>18%).
- 10. Исследования соединения из сплава В-1469, полученного сваркой трением с перемешиванием (СТП) позволили найти объяснение эффекту разупрочнения материала сварного шва, который обусловлен уменьшением количества  $T_1$ -фазы от 4-5% до 0-2%, при этом увеличение доли  $\delta$ '-фазы от 8-9% до 11-13% не может скомпенсировать снижение количества  $T_1$ -фазы, поскольку последняя является значительно более сильным упрочнителем по сравнению  $\delta$ '-фазой.
- 11. В поверхностном слое СТП соединения сжимающие напряжения доминируют в области перемешивания и примыкающей к ней области ЗТВ, а в подповерхностных слоях доминируют растягивающие напряжения при этом пиковые сжимающие -(47-54) МПа и растягивающие (53 МПа) напряжения формируются в переходной зоне между областью перемешивания и ЗТВ.
- **12.** Текстурные изменения в СТП соединении происходят только в зоне перемешивания, где текстура «латуни» в результате интенсивной сдвиговой деформации преобразуется в практически бестекстурное состояние.

#### ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

#### Список публикаций в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК

- 1. С.Я. Бецофен, А.А. Ашмарин, М.И. Князев, М.И. Долгова Исследование влияния предварительной деформации на упрочняющий эффект старения сплавов системы Al-Cu- Li. Металлы. M,2016. №5. c.81-88.
- 2. С.Я. Бецофен, О.Е. Осинцев, М.И. Князев, М.И. Долгова, Ю.А. Кабанова Количественный фазовый анализ сплавов системы Al-Cu-Li-Mg Вестник Московского авиационного института. –М,2016. т.23, №4. с.146-153.
- 3. С.Я. Бецофен, В.В. Антипов, М.И. Долгова, Н.Ю. Серебренникова, Ю.А. Кабанова Исследование фазового состава, текстуры и анизотропии свойств листов из сплавов системы Al-Cu-Li-Mg Деформация и разрушение материалов-М,2017, №1, с.24-30.

- 4. В.И. Лукин, С.Я. Бецофен, М.Д. Пантелеев, М.И. Долгова Влияние термодеформированного цикла сварки трением с перемешиванием на формирование структуры сварного соединения сплава В-1469. Сварочное производство.-М, 2017, №7, с.17-22.
- 5. С.Я. Бецофен, В.И. Лукин, М.И. Долгова, М.Д. Пантелеев, Ю.А. Кабанова Фазовый состав, текстура и остаточные напряжения в соединениях из сплава В-1469, полученных сваркой трением с перемешиванием. Деформация и разрушение материалов-М,2017, №11, с.32-40.
- 6. S. Betsofen, I. Grushin, M. Knyazev, and M. Dolgova. Quantitative Methods for the Study of Al—Li Alloys: Phase Composition, Anisotropy of Properties, and Phase Stability//Metallofiz. Noveishie Tekhnol. 2015. V.37. No. 11. P. 1001-1017.
- 7. Betsofen Sergey, Antipov Vladislav, Knyazev Maxim, Dolgova Margarita Quantitative Phase Analysis of Aluminum-Lithium Alloys. Materials Science Forum, 2016, Vol. 877, pp 258-263.
- 8. Betsofen Sergey, Antipov Vladislav, Knyazev Maxim, Dolgova Margarita Phase Composition, Texture and Mechanical Properties of 80 mm Plates of Al-2.8Cu-1.7Li-0.5Mg-0.5Zn-0.1Zr-0.06Sc Alloy. Materials Science Forum, 2016, Vol. 877, pp 290-295.

#### Список объектов интеллектуальной собственности

- 1. Программа расчета количественного фазового состава сплавов систем легирования Al-Cu-Li. С.Я. Бецофен, М.И. Князев, И.А. Грушин, А.А. Петров, М.И. Долгова. RU 2015663208. Дата рег.14.12.2015. Дата публ. 20.01.2016.
- 2. Программа расчета количественного фазового состава сплавов системы Al-Cu-Li-Mg. С.Я. Бецофен, М.И. Князев, И.А. Грушин, С.Д. Мусаев, М.И. Долгова. RU 2016663886. Дата рег.19.12.2016.
- 3. Программа вычисления рентгеновских упругих констант для кубических кристаллов. С.Я. Бецофен, М.И. Князев, И.А. Грушин, С.Д. Мусаев, М.И. Долгова. RU 2017613236. Дата рег.14.03.2017.

#### Список публикаций в других научных журналах и сборниках трудов

- 1. С.Я. Бецофен, М.И. Князев, М.И. Долгова. Оптимизация состава и служебных свойств алюминий-литиевых сплавов на основе количественных параметров их структурно-фазового состояния. Труды XV международная научно-техническая конференция «Управление качеством». М:ПРОБЕЛ-200, 2016. —С.106-110.
- 2. М.И. Князев, М.И. Долгова, А.А. Петров. Исследование неоднородности фазового состава, текстуры и механических свойств в 80 мм плитах сплава В-

- 1461. XLII Гагаринские чтения, Материалы Всероссийской НТК. М:МАИ, 2016. т.3. С. 386-387.
- 3. М.И. Князев, М.И. Долгова, К.А. Сперанский Фазовый состав, текстура и анизотроприя механических свойств алюминий-литиевых сплавов. XLII Гагаринские чтения, Материалы всероссийской НТК. М:МАИ, 2016. т.3. С. 387-388.
- 4. С.Я. Бецофен, В.И. Лукин, М.И. Князев, М.И. Долгова, М.Д. Пантелеев Влияние сварки трением с перемешиванием на формирование фазового состава сплава Al-Cu-Li. XV Международная конференция Авиация и космонавтика. М: МАИ, 2016. С.180-182.