

**ТЕРМИЧЕСКИЙ ВОЗВРАТ
ИСКУССТВЕННО СОСТАРЕННОГО СПЛАВА
Al+4% Cu ПРИ ПОВТОРНОМ НАГРЕВЕ**

Осуществляемые в последнее время операции комбинированного старения, сочетающие естественное старение с последующим искусственным и позволившие добиться дополнительного улучшения свойств алюминиевых сплавов и стареющих сталей [1—4], показали, что современные представления о термическом возврате состаренных сплавов недостаточно четкие. Даже по вопросу о термическом возврате естественно состаренных сплавов, которому посвящено очень большое число работ [4—15], существует несколько точек зрения. В работах [5—12] утверждается, что при температуре возврата критический размер зародыша превышает размер зон Гинье—Престона (Г. П.), выделившихся при начальном старении, вследствие чего зоны растворяются. В работах [13—15] предполагается, что термический возврат (или «обратное растворение») определяется существованием метастабильного равновесия фаз. Растворение зон Г. П. или промежуточных фаз происходит на линиях метастабильного равновесия подобно тому, как это имеет место при растворении равновесных фаз на линии устойчивого равновесия.

В то же время исследование термического возврата представляет самостоятельный интерес, позволяя получить ценные сведения для общей теории распада пересыщенных твердых растворов. Так, из самого факта существования возврата Гинье [12], Граф [16] сделали вывод, что низкотемпературные выделения не являются зародышами для более устойчивых фаз. Но существует и другая точка зрения, согласно которой возникающая при низкотемпературном старении структура сплава определяет получаемую после высокотемпературного старения [4, 17—19]. Кроме того, почти не исследован возврат искусственно состаренных сплавов. Исследования проводились лишь для сплавов, содержащих в структуре зоны Г. П. [20—22]. Априори (независимо от опыта) Гинье [12] сделал вывод, что «в сплаве Al—Cu, содержащем выделения Θ' -фазы, возврат невозможен». Для исследования деформационного возврата как одной из стадий разупрочнения стареющих спла-

вов необходимо определение температурно-временного интервала отжига, в котором отсутствуют изменения дисперсных частиц упрочняющих фаз.

В настоящей работе объектом изучения выбран сплав $Al+4\% Cu$, являющийся во многих случаях моделью для исследования процессов, происходящих в стареющих сплавах на алюминиевой основе. После гомогенизации при $793^\circ K$ и закалки в воде от этой температуры сплав был состарен при $473^\circ K$ в течение 5, 10, 30 и 100 час. Указанные времена ста-

Зависимость структуры сплава $Al+4\% Cu$ и размера выделений от времени старения

Время старения, час	Структура сплава	Диаметр выделений, Å
5	$\alpha + \Theta''$	~ 150
10	$\alpha + \Theta'' + \Theta'(*)$	~ 250
30	$\alpha + \Theta'$	~ 1500
100	$\alpha + \Theta'$	~ 2500

толщина $\sim 200 \text{ Å}$

*) Отдельные включения.

рения обеспечили распад твердого раствора с выделением частиц фаз Θ'' и Θ' разной дисперсности. Состаренный сплав подвергался затем нагреву при температурах 453, 498, 523 и $548^\circ K$ в масляной ванне термостата (точность поддержания температуры $\pm 1^\circ$, время прогрева до заданной температуры 12—15 сек). После описанной термообработки на образцах сплава определялось удельное электросопротивление, проводились рентгеноструктурный и электронномикроскопический анализы.

Определенные с помощью электронного микроскопа УЭМВ-100К на фольгах сплава структурные составляющие приведены в таблице.

Обработка рентгеновских интерференционных линий (сняты на дифрактометре УРС50И в K_α -излучении меди) по методу Курдюмова — Лысака [23—25] показала, что уширение дифракционной линии (422) вызывается главным образом микроискажениями решетки матрицы сплава. На рис. 1 представлены кривые изменения удельного электросопротивления и уширения линии $\beta_{(422)}$ во время изотермической выдержки при температурах 543 и $523^\circ K$. Изменения исследуемых характеристик сплава при температурах 498 и $548^\circ K$ аналогичны приведенным при $523^\circ K$.

Наиболее заметные изменения характеристик состаренного сплава происходят при нагреве его выше температуры старения (рис. 1, б). Чем менее устойчивы (по природе и размерам) частицы упрочняющей фазы, тем более увеличивается удельное электросопротивление ρ в первую минуту изотермической выдержки.

При повышении температуры растет и величина изменения ρ . Затем наблюдается интервал относительного постоянства значений электросопротивления. Величина этого интервала

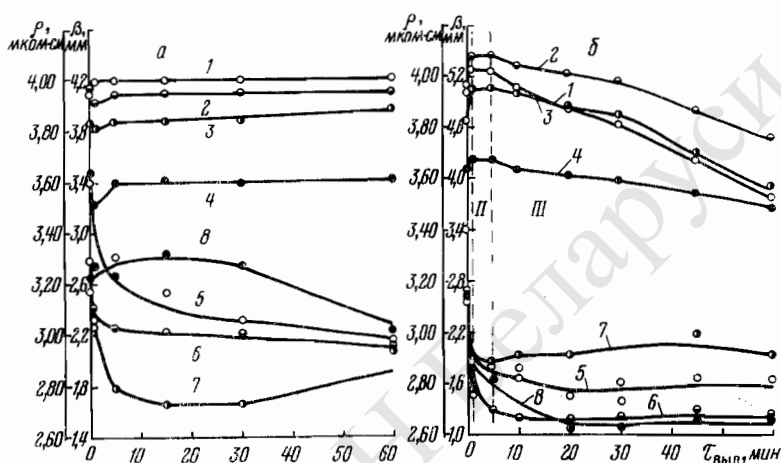


Рис. 1. Изменения ρ (1—4) и β (5—8) сплава Al+4% Cu, состаренного при 473 °K в течение 5 (1 и 5), 10 (2 и 6), 30 (3 и 7) и 100 (4 и 8) час. во время изотермической выдержки при 453 (а) и 523 (б) °K

уменьшается с ростом температуры возврата, а при 548 °K отсутствует совсем. После указанных изменений электросопротивление монотонно падает, становясь ниже исходного.

Уменьшение внутренних напряжений в матрице происходит также резко в первую минуту, при дальнейшем увеличении времени выдержки их уровень в матрице остается практически постоянным.

Электронномикроскопическое исследование структуры состаренного сплава, подвергаемого нагреву (рис. 2, 3), позволяет утверждать, что изменения внутренних напряжений вызваны термическим возвратом, связанным с частичным растворением выделившихся при старении частиц упрочняющих фаз. Растворение частиц Θ'' -фазы происходит не полностью. После выдержки 1 мин при 523 °K (рис. 2, б) в сплаве наблюдаются зоны Г. П., имеющие ту же плотность распределения в матрице, что и исходные частицы Θ'' -фазы. Однако зоны Г. П. не

одинаковы по величине, как это имеет место при старении сплава после закалки. На дислокациях зоны в 1,5—2 раза больше, чем свободно находящиеся в матрице. Эти крупные устойчивые зоны становятся зародышами частиц Θ' -фазы (рис. 2, в). Из рисунка видно, что выделения Θ' -фазы растут на дислокациях, в то время как свободная от них матрица представляет собой однородный твердый раствор. Наличие небольшого количества устойчивых зон приводит к большой неравномерности в выделении частиц Θ' -фазы по объему, что

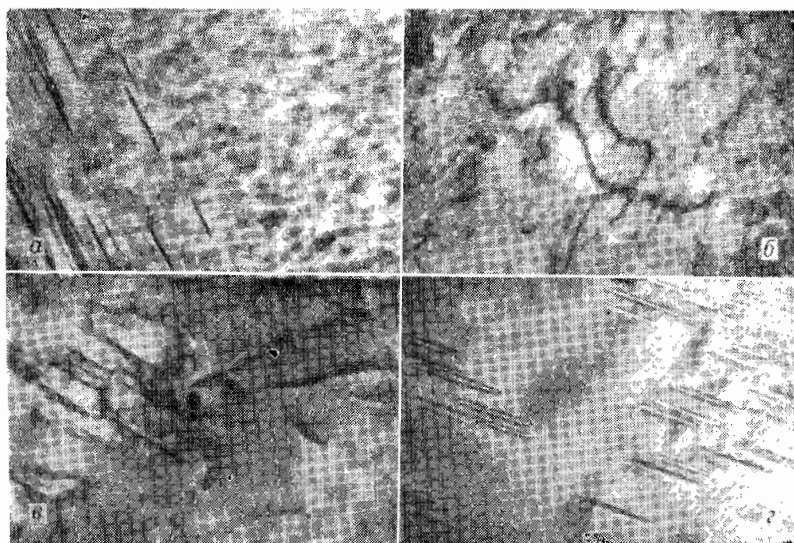


Рис. 2. Изменение структуры сплава Al+4% Si, состаренного при 473 °К в течение 10 час (а), и во время изотермической выдержки при 523 °К в течение 1 (б), 5 (в) и 20 (г) мин

неоднократно отмечалось в различных работах по исследованию возврата.

Более крупные частицы Θ' -фазы, образовавшиеся в сплаве при старении (рис. 2, а), претерпевают возврат по механизму, обсуждаемому ниже.

Растворение Θ'' -частиц происходит диффузионным путем, причем коэффициент диффузии может быть аномально высоким из-за наличия вокруг Θ'' -выделений полей упругих напряжений [7, 8, 27], которые резко уменьшаются при возврате (см. рис. 1). Обладать повышенной устойчивостью на дислокации могут лишь те выделения, поля напряжений вокруг которых

хотя бы частично релаксируются полями напряжений краевой компоненты самой дислокации.

Эти представления о механизме термического возврата находятся в некотором противоречии с классической теорией старения сплава Al — Cu, по которой «превращение зоны в выделения, во всяком случае, невозможно» [12]. Однако они хорошо согласуются с данными работ [2, 4, 17—19, 26].

Процесс термического возврата возможен и в сплаве, содержащем после старения крупные частицы Θ' -фазы (рис. 3, а).

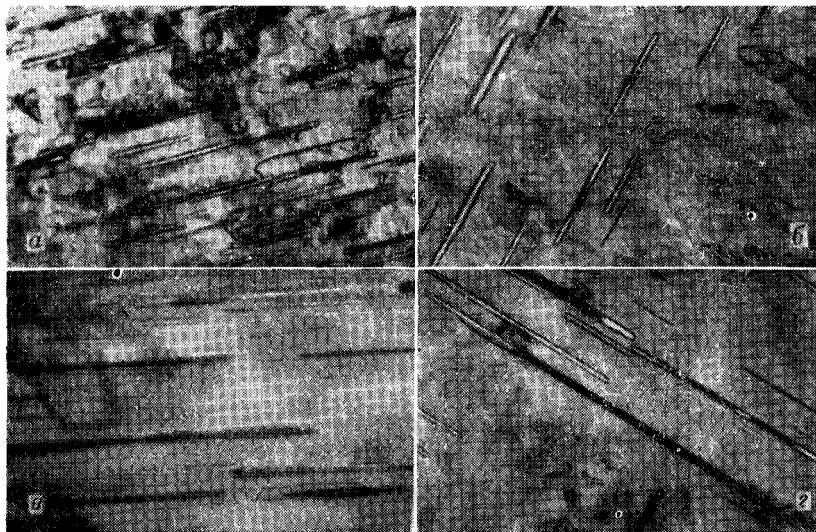


Рис. 3. Изменение структуры сплава Al+4% Cu, состаренного при 473 °K в течение 100 час (а), и во время изотермической выдержки при 523 °K в течение 1 (б), 20 (в) и 30 (г) мин

Однако полнота его реализации меньше. О наличии этого процесса можно утверждать, во-первых, по аналогии изменения свойств сплава, содержащего Θ' -фазу, с изменением свойств сплава, состаренного до выделения Θ'' -частиц (рис. 1, б), и, во-вторых, по изменению его структуры. После выдержки 1 мин при 523 °K диаметр частиц несколько уменьшается, но увеличивается толщина некоторых из них, появляются большие объемы матрицы, свободные от выделений. Эта неравномерность в распределении частиц по объему зерна наследуется сплавом при продолжении изотермической выдержки.

Механизм термического возврата при наличии частиц Θ' -фазы отличен от такового для сплава с выделением Θ'' -частиц.

При выделении Θ' -частиц матрица значительно обедняется медью, в сплавах же Al—Cu с низкой концентрацией меди при температуре выше 373 °K зональная стадия старения отсутствует [15]. Поэтому и растворение частиц Θ' -фазы при исследованных температурах возврата не приводит к образованию зон. В этом случае причиной растворения некоторых частиц Θ' -фазы, образовавшихся при 473 °K, является то, что их величина меньше критической для данной температуры согласно теории образования и роста зародышей [7, 8].



Рис. 4. Изменение структуры сплава Al+4% Cu, состаренного при 473 °K в течение 10 час (а), и во время изотермической выдержки при 453 °K в течение 1 (б), 5 (в) и 10 (г) мин

Наблюдаемая неравномерность выделения Θ' -частиц при увеличении времени выдержки объясняется ростом тех частиц, размер которых превышает критический.

Сравнение изменений характеристик и структуры сплава, происходящих во время частичного термического возврата при различных температурах, показало, что полнота реализации термического возврата максимальна (при постоянной температуре) для сплава, содержащего наиболее дисперсные частицы Θ'' -фазы. С укрупнением частиц Θ'' -фазы и появлением частиц фазы Θ' полнота возврата уменьшается. При повышении температуры выдержки полнота возврата растет.

Зависимость удельного электросопротивления от времени старения на участках его постоянства (рис. 1, б) повторяет

зависимость, достигнутую при старении. Это следует рассматривать как доказательство того, что состояние динамического равновесия между пересыщением твердого раствора и величиной частиц упрочняющих фаз, к которому приходит сплав при частичном термическом возврате, определяется как температурой возврата, так и временем старения сплава.

Постоянство величин исследуемых характеристик в описываемом временном интервале является суммарным эффектом, вызванным увеличением ρ и уменьшением $\beta_{(422)}$ при растворении зон Г. П. и обратным их изменением при образовании частиц Θ' -фазы.

Происходящее затем уменьшение характеристик сплава (участок III рис. 1, б) вызывается процессами дальнейшего распада пересыщенного твердого раствора. Однако распад после термического возврата, даже частичного, идет медленнее, чем старение при той же температуре непосредственно после закалки (так называемая «медленная реакция» [22]). При паличии Θ' -фазы в исходном состоянии это объясняется большей гомогенностью твердого раствора (рис. 2, в), чем после закалки, при паличии частиц Θ' -фазы — меньшим пересыщением матрицы, достигаемым во время термического возврата.

Нагрев состаренного сплава до температур несколько ниже температуры старения также приводит к изменению характеристик (рис. 1, а) и структуры сплава (рис. 4).

Как видно из сравнения структур сплава, состаренного в течение 10 час при 473°К, после различных выдержек при 453°К в нем не происходит качественных изменений фазового состава. Таким образом, изменения характеристик вызываются достижением нового динамического равновесия между пересыщением матриц и размерами выделившихся частиц, определяемых условиями последующего нагрева.

Литература

1. Д. А. Скаков. ДАН СССР, 175, 1263, 1967.
2. К. М. Погодина-Алексеева. МИТОМ, № 2, 10, 1960.
3. Ю. А. Скаков. МИТОМ, № 1, 15, 1961.
4. И. Н. Фридляндер, Н. С. Герчикова, Н. И. Зайцева. МИТОМ, № 8, 11, 1966.
5. M. L. V. Gauger. J. Inst. Met., 28, 213, 1922.
6. Д. А. Петров. Изв. сектора физ.-хим. анализа ИОНХ АН СССР, 16, 211, 1946.
7. С. Т. Канобеевский. Изв. АН СССР, сер. хим., № 5, 1209, 1937.
8. С. Т. Канобеевский. ЖЭТФ, 13, 185, 1943.
9. Ю. А. Богарядский. ДАН СССР, 77, 45, 1951.
10. V. Gerold. Z. Metallkunde, 45, 593, 1954.
11. Дж. Б. Ньюкерк. В кн.: Старение сплавов. Металлургиздат, М., 1962, стр. 64.
12. А. Гинье. Неоднородные металлические твердые растворы. ИЛ, М., 1962.

13. А. Келли, Р. Никлсон. Дисперсионное твердение. «Металлургия», М., 1966.
14. U. Dehlinger, H. Knapp. Z. Metallkunde, **43**, 223, 1952.
15. J. M. Silkock, T. J. Neal, H. K. Hardy. J. Inst. Met., **82**, 239, 1953—1954.
16. R. Graf. J. Inst. Met., **86**, 534, 1957—1958.
17. Ю. А. Скаков. МИТОМ, № 5, 26, 1967.
18. Н. Н. Буйнов, Р. Р. Романова. ФММ, **24**, 414, 1967.
19. Ю. А. Скаков. В кн.: Металловедение. «Наука», М., 1971, стр. 155.
20. W. Köster, F. Braumann. Z. Metallkunde, **43**, 193, 1952.
21. W. Köster, H. Steinert, J. Scherb. Z. Metallkunde, **43**, 252, 1952.
22. C. Panseri, T. Federighi. Acta Met., **8**, 217, 1960.
23. Г. В. Курдюмов, Л. И. Лысак. ЖТФ, **12**, 993, 1947.
24. Л. И. Лысак. Вопросы физики металлов и металловедения, вып. 3. Изд-во АН УССР, Киев, 1952, стр. 28.
25. Л. И. Лысак. В кн.: Рентгенография в физическом металловедении. Металлургиздат, М., 1961, стр. 190.
26. L. Etbary, R. Nicholson. Acta Met., **13**, 403, 1965.
27. Б. Я. Любов. Кинетическая теория фазовых превращений. «Металлургия», М., 1969.