

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Уфимский университет науки и технологий»
Министерства науки и высшего образования РФ

На правах рукописи



Рамазанов Ильнар Альфридович

**НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫЕ СПЛАВЫ НА ОСНОВЕ Al и Ti ДЛЯ
СОЗДАНИЯ АРМИРОВАННЫХ КОМПОЗИТНЫХ СТРУКТУР**

Специальность 2.6.6. Нанотехнологии и наноматериалы

Диссертация на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор физико-математических наук,
доцент Е.В. Бобрук

Уфа – 2026

ОГЛАВЛЕНИЕ

Список терминов и условных обозначений	5
ВВЕДЕНИЕ.....	7
ГЛАВА 1 АНАЛИЗ СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В ОБЛАСТИ МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ	16
1.1 Получение металломатричных композитных материалов, армированных непрерывными высокопрочными волокнами	16
1.2 Применение эффекта сверхпластичности при изготовлении композитных материалов	32
1.3 Постановка задачи.....	38
ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ.....	40
2.1 Материалы исследования	40
2.2 Методы получения наноструктурированных фольговых полуфабрикатов.....	41
2.3 Методы исследования микроструктуры	43
2.4 Методы определения механических, динамических и усталостных свойств...	46
2.5 Метод получения образцов композитной структуры методом твердофазного прессования.....	49
ГЛАВА 3 ОСОБЕННОСТИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ АЛЮМИНИЕВОЙ ФОЛЬГИ ИЗ ТЕРМИЧЕСКИ НЕУПРОЧНЯЕМОГО СПЛАВА 1565ч СИСТЕМЫ Al-Mg-Mn	52
3.1 Влияние интенсивной пластической деформации и изотермической прокатки на формирование наноструктурированного состояния сплава 1565ч в фольговом полуфабрикате	53
3.2 Влияние интенсивной пластической деформации и изотермической прокатки на механические свойства при комнатной и повышенных температурах наноструктурированного сплава 1565ч	58
3.3 Микроструктура сплава 1565ч после низкотемпературной сверхпластичности	

3.4 Формирование армированной композитной структуры из наноструктурированной Al матрицы и непрерывных волокон бора.....	66
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3	74
ГЛАВА 4 ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОМПОЗИТНОЙ СТРУКТУРЫ ИЗ ТИТАНОВОЙ ФОЛЬГИ ДВУХФАЗНОГО СПЛАВА ВТ6	76
4.1 Формирование ультрамелкозернистой структуры в фольговом полуфабрикате сплава ВТ6.....	76
4.2 Температурно-скоростные условия проявления низкотемпературной сверхпластичности сплава ВТ6 с ультрамелкозернистой структурой	79
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4	91
ГЛАВА 5 СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ С РАЗЛИЧНЫМИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫМИ МАТРИЦАМИ И НЕПРЕРЫВНЫМ ВЫСОКОПРОЧНЫМ ВОЛОКНОМ	92
5.1 Механические свойства при комнатной температуре образцов с армированной композитной структурой	93
5.1.1 Механические свойства образцов композитной структуры в условиях ударных нагрузок.....	93
5.1.2 Механические свойства образцов с композитной структурой в условиях статических нагрузок	95
5.1.3 Механические свойства образцов с композитной структурой в условиях циклических нагрузок.....	97
5.2 Композитные структуры с различными наноструктурированными алюминиевыми матрицами	100
5.3 Итоговые результаты технологического подхода формирования образцов с армированной композитной структурой из наноструктурированной Al или ультрамелкозернистой Ti матриц.....	106
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5	109
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	110
СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	112
Приложение 1 Патент на изобретение	124

Приложение 2 Акт об использовании результатов.....	125
Приложение 3 Акт об использовании результатов.....	126
Приложение 4 Акт об использовании результатов.....	128
Приложение 5 Акт об использовании результатов.....	129

Список терминов и условных обозначений

В работе согласно использованы следующие термины:
ультрамелкозернистая (УМЗ) структура, наноструктурированное (НС) состояние или НС сплав / материал.

БУГЗ – большеугловая граница зерна.

ЗГП – зернограничное проскальзывание.

ИПД – интенсивная пластическая деформация.

КВД – кручение под высоким давлением.

КТ – комнатная температура.

КЗГП – кооперативное зернограничное проскальзывание

МУГЗ – малоугловая граница зерна.

НС – наноструктурированное.

ОКР – область когерентного рассеяния.

ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия.

РКУП – равноканальное угловое прессование.

РКУП-Конформ – РКУП по схеме Конформ.

РСА – рентгеноструктурный анализ.

РФА – рентгенофазовый анализ.

СП – сверхпластичность.

СЭМ – сканирующая электронная микроскопия.

$T_{пл}$ – температура плавления (в Кельвинах).

ТО – термическая обработка.

ТМО – термомеханическая обработка.

УМЗ структура – ультрамелкозернистая структура.

П – прокатка.

σ_b , [МПа] – временное сопротивление.

$\sigma_{0.2}$, [МПа] – условный предел текучести.

δ , [%] – относительное удлинение после разрыва.

m – коэффициент скоростной чувствительности.

HV – микротвердость по Виккерсу.

ρ [м^{-2}] – плотность решеточных дислокаций.

a [$\text{\AA}$] – параметр кристаллической решетки.

d [нм] – средний размер зерна.

$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$, [МПа] – среднеквадратичная микродеформация кристаллической решетки.

e – истинная эквивалентная деформация.

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы исследования. Одним из направлений в авиационной промышленности является применение в конструкциях перспективной техники металломатричных композитных материалов, армированных непрерывными высокомодульными высокопрочными волокнами бора или карбида кремния с матрицами из алюминиевых, магниевых и титановых сплавов, полученных по технологии горячего изотермического прессования. Такие композитные структуры сочетают в себе достоинства сплавов (электро- и теплопроводность) и высокую удельную прочность волокон. Общей проблемой данной технологии отмечается деградация прочности волокон из-за химической реакции с матричным материалом при высоких температурах, а также разрушение волокон под высоким давлением при прессовании.

В работах Астанина В.В. с сотрудниками, выполненных в ИПСМ РАН в 1980-х годах, на примере композитного материала бор – алюминиевый сплав АМг6, было предложено применение эффекта сверхпластичности (СП) матричного материала для технологии твердофазного изотермического прессования композитных структур по схеме фольга-волокно-фольга. Благодаря эффекту СП, была показана возможность управления структурой поверхности раздела матрица-волокно, для снижения деградации и предотвращения разрушения волокон за счет некоторого уменьшения температуры и приложенных давлений в сравнении с используемыми на тот период технологическими приемами. В то же время был обнаружен «масштабный фактор», согласно которому эффект СП не реализуется, если в сечении деформируемого тела (в промежутке между волокнами) оказывалось менее десяти зерен. Кроме того, положительное влияние СП на примере бор-алюминия невозможно было распространить на другие материалы. В частности, СП титанового сплава ВТ6 наблюдается при температурах 900-930 °С, что совершенно недопустимо для волокон бора и, даже при использовании волокон из SiC, приводит к образованию вредной реакционной зоны на поверхности раздела матрица-волокно как показано в работах А. А. Шавнева с коллегами, выполненных в ВИАМ.

Новый виток развития обсуждаемой технологии получения композитных структур возможен с применением эффекта низкотемпературной СП ультрамелкозернистых (УМЗ) или наноструктурированных (НС) материалов, широко исследуемых в настоящее время.

В рамках диссертационной работы предлагается решение научной задачи по расширению диапазона температурно-скоростных условий технологии изготовления композитных структур, что имеет важное хозяйственное значение и поспособствует научно-техническим решениям на предприятиях авиационной промышленности России для получения изделий из композитных материалов.

Степень разработанности темы исследования. В последние десятилетия среди исследователей-материаловедов возрастает интерес к новому классу металлических материалов. Один из ведущих государственных научных центров ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ в области материаловедения разрабатывает технологии изготовления композитных материалов для силовой электроники и преобразовательной техники; институт физики прочности и материаловедения СО РАН проводит фундаментальные исследования в области создания композитных структур на основе титановых сплавов с использованием аддитивных технологий. NASA применяет волокна из карбида кремния в оболочке Ti-6Al-4V, поставляемые компанией FMW Composite Systems, Inc. (Кларксбург, Западная Виргиния). Сотрудники Институт физики твердого тела РАН разрабатывают новые композитные материалы, армированные углеродным волокном, включая высокопрочные с Al матрицей, высокотемпературные с Ni матрицей, с высокой теплопроводностью с медной матрицей. Также в своих исследованиях показали возможность создания композитных материалов с оксидными волокнами и матрицами молибденовых сплавов, отличающихся достаточно высокой жаростойкостью. Армирование такого типа матриц оксидными волокнами с использованием кристаллизации позволяет получить композитные материалы с достаточно высокими характеристиками прочности, трещиностойкости, сопротивления ползучести при температурах до 1300 °C. Институт машиноведения УрО РАН разрабатывает новые композиции и структурно-иерархические и нейросетевые модели, которые позволяют описывать не

только реологическое поведение, но и то, как в материале формируется микроструктура, и развиваются микродефекты, в условиях эксплуатации, например, при высоких температурах. НИТУ «МИСИС» ведет проекты по получению композитных структур с использованием аддитивных технологий. Белгородский государственный университет проводит исследования по созданию композитных материалов биомедицинского назначения на основе жаропрочных Ti и высокоэнтропийных сплавов, армированных частицами бора. В Сибирском федеральном университете разрабатываются композитные структуры, армированные наночастицами, в частности, для создания электродов контактной сварки.

Анализ литературы показывает перспективность применения композитных материалов, особенно в авиационной технике, однако для дальнейшего продвижения в этом направлении необходимо совершенствование технологических температурно-скоростных условий процесса изготовления композитных структур, обеспечивающих сохранение целостности армирующих волокон и образования прочной связи матрица-волокно. В связи с вышеизложенным сформулированы цель и задачи работы.

Цель работы: сформировать наноструктурированные состояния в фольговых полуфабрикатах сплавов на основе Al и Ti для создания матричного материала композитных структур, армированных непрерывными волокнами, путем прессования в режиме низкотемпературной сверхпластичности для применения в авиационной технике.

Для достижения цели работы решались следующие **задачи:**

1. Разработать метод получения с помощью термомеханической обработки, включающей интенсивную пластическую деформацию и последующую изотермическую прокатку, фольгового полуфабриката из наноструктурированного сплава 1565ч системы Al-Mg-Mn для изготовления армированной композитной структуры; получить фольговый полуфабрикат из Ti ультрамелкозернистого сплава ВТ6 с помощью термомеханической обработки, включающей интенсивную пластическую деформацию и последующую изотермическую прокатку;

2. Изучить структуру и механические свойства наноструктурированных сплавов на основе Al и Ti для определения температурно-скоростных режимов

изготовления армированной композитной структуры в условиях низкотемпературной сверхпластичности;

3. Провести компьютерное моделирование по установленным реологическим характеристикам процесса прессования матричного материала в присутствии волокон бора с обеспечением режима низкотемпературной сверхпластичности на всех этапах деформации образцов с композитной структурой;

4. Разработать научно-обоснованный технологический подход получения композитных структур прессованием в режиме низкотемпературной сверхпластичности, установленного для каждого сплава на основе Al и Ti с распространением полученных результатов на другие сплавы Al по их технологическому применению; исследовать их механические свойства в условиях статических, циклических и ударных нагрузок.

Научная новизна

1. Установлено, что в результате термомеханической обработки, включающей равноканальное угловое прессование по схеме Конформ и последующую прокатку в условиях низкотемпературной сверхпластичности, в фольговом полуфабрикате толщиной 0,2 мм из сплава 1565ч формируется ультрамелкозернистая структура с размером зерен 230 нм и наночастицами размером до 30 нм, которые повышают устойчивость зерен к укрупнению в процессе низкотемпературной деформации. При этом существующие аналоги с мелкозернистой структурой (размер зерен 6-15 мкм) производят в виде листового полуфабриката толщиной от 3 до 10 мм.

2. Впервые на основе анализа структуры, температурно-скоростных условий реализации низкотемпературной сверхпластичности, а также компьютерного моделирования установлены реологические параметры (напряжение, скорость, температура) процесса прессования (температура не более $0.6T_{пл}$ и скорости деформации 10^{-2} и 10^{-3} с^{-1}) композитных структур на основе наноструктурированного сплава 1565ч или ультрамелкозернистого ВТ6, армированных непрерывными волокнами бора диаметром 140 мкм.

3. Продемонстрирован научно-обоснованный технологический подход получения армированных композитных структур прессованием в режиме

низкотемпературной сверхпластичности матричного материала на основе наноструктурированного Al или ультрамелкозернистого Ti сплавов в виде фольги толщиной 0,2 мм, что: обеспечило заполнении зазоров между непрерывными волокнами и снижение температуры прессования с 550 °С до 300 °С Al матрицы и с 930 °С до 650 °С Ti матрицы, по сравнению с существующими режимами прессования мелкозернистых аналогов (6-15 мкм); привело к формированию на поверхности раздела матрица-волокно наноразмерных боридов размером до 100 нм, в отличие от грубых выделений и сплошных реакционных зон.

4. Показано увеличение механических свойств образцов армированных композитных структур в условиях статических, циклических и ударных нагрузок, которые превышают не менее, чем на 20 % значения существующих аналогов. Образцы с композитной структурой Al-B демонстрируют прочность при изгибе 1345 МПа, значение ударной вязкости 160 кДж/м², предел ограниченной выносливости 500 МПа; образцы с композитной структурой Ti-B демонстрируют прочность при изгибе 2420 МПа, значение ударной вязкости 510 кДж/м², предел ограниченной выносливости 1300 МПа.

Теоретическая значимость заключается в:

1. Получении новых результатов в области исследования формирования в фольговом материале специальных микроструктур сплава 1565ч, содержащих наноразмерные частицы вторых фаз размером до 30 нм, имеющие важное значение для реализации низкотемпературной сверхпластичности, носит универсальный характер и применим к сплавам других систем легирования, в частности 2024 и 7475, для использования в качестве матрицы при создании композитных структур.

2. Определении с помощью компьютерного моделирования и физического эксперимента рациональных условий для заполнения матричным материалом из наноструктурированного сплава межволоконного пространства шириной ≥ 16 мкм в образцах с армированной композитной структурой, что позволяет увеличить плотность укладки волокон и повысить их механические свойства.

3. Исследования наноразмерных боридов (до 100 нм), которые образуются в процессе формирования композитной структуры, исключают деградацию волокон бора и обеспечивают прочную связь по границе раздела волокна с матрицей.

Практическая значимость:

1. Предложен метод получения наноструктурированного фольгового полуфабриката толщиной 0,2 мм из сплава 1565ч системы Al-Mg-Mn для создания армированных композитных структур с применением низкотемпературной сверхпластичности. А именно, равноканальное угловое прессование по схеме Конформ при температуре 200 °С, 6 проходов и последующая изотермическая прокатка со скоростью деформации $0,4 \text{ с}^{-1}$, с суммарной степенью обжатия 98 %: 30 проходов со степенью деформации при каждом проходе не более 10 %.

2. Предложен технологически пригодный подход получения композитных структур с металлической матрицей из сплавов на основе Al и Ti, армированных волокнами бора, включающий в себя прессование в изотермических условиях в режиме низкотемпературной сверхпластичности с приложением давления для его уплотнения; для достижения полной металлической связи слоев фольги и связи по границе матрица-волокно, на финальной стадии прессования необходимо повышение температуры на 50 °С и выдержка под давлением при этой температуре.

3. Показан пример экспериментальной оптимизации температурно-скоростных режимов прессования в изотермических условиях образцов с армированной композитной структурой, состоящих из фольги наноструктурированного сплава 1565ч или ультрамелкозернистого сплава ВТ6 и непрерывного волокна бора диаметром 140 мкм. Использование наноструктурированных матриц из сплавов 7475 и 2024 подтвердило работоспособность подхода для получения образцов композитных структур прессованием в установленных условиях низкотемпературной сверхпластичности.

Методология исследования. В качестве объектов исследования выбраны промышленные термически неупрочняемый сплав 1565ч системы Al-Mg-Mn, термически упрочняемые сплавы 7475 системы Al-Zn-Mg-Cu и 2024 системы Al-Cu-Mg, титановый сплав ВТ6 системы Ti-Al-V, высокопрочные волокна бора. В качестве

методов обработки объектов исследования использовали ИПД методами кручения под высоким давлением (КВД) или равноканальным угловым прессованием по схеме Конформ (РКУП-Конформ), всестороннюю ковку. Изотермической прокаткой в режиме близком к низкотемпературной СП, получены фольги с УМЗ структурой. Образцы композитных структур получали прессованием в изотермических условиях в вакуумном контейнере по схеме «фольга– волокно–фольга». В работе использована терминология: УМЗ структура, НС состояние/сплав/ материал.

Положения, выносимые на защиту:

Метод формирования наноструктурированного состояния, а именно, структура с размером зерен 230 нм, содержащая частицы размером до 30 нм, в фольговом полуфабрикате из алюминиевого сплава 1565ч для армированных композитных структур с помощью термомеханической обработки, включающей равноканальное угловое прессование по схеме Конформ и последующую изотермическую прокатку.

2. Реализация низкотемпературной сверхпластичности ($\leq 0,6T_{пл}$) осуществляется за счет формирования ультрамелкозернистой структуры в фольге из сплава 1565ч с размером зерен 100-230 нм и частицами размером до 30 нм в теле и по границам зерен.

3. Численные модели технологических режимов (температура, скорость, размер межволоконного пространства) получения бездефектных образцов композитных структур из фольг наноструктурированного сплава 1565ч или ультрамелкозернистого сплава ВТ6 и непрерывного волокна бора в условиях сверхпластической деформации ($\leq 0.6 T_{пл}$).

4. Технологический подход для получения образцов с армированной композитной структурой прессованием по схеме «фольга – волокно – фольга» в вакуумном контейнере из наноструктурированных Al сплавов 1565ч, 7475, 2024 или ультрамелкозернистого Ti сплава ВТ6 и непрерывного волокна бора диаметром 140 мкм в режиме низкотемпературной сверхпластичности матричного сплава.

Степень достоверности результатов исследований в рамках диссертационной работы, обеспечивалась применением современных методик исследования на поверенном оборудовании, в том числе на уникальных научных установках,

моделированием методом конечного элемента. Достоверность результатов исследования подтверждена сходимостью полученных данных с результатами мировых исследований, представленных в литературе. Результаты проведённых исследований проходили рецензирование в высокорейтинговых научных журналах и апробированы на отечественных и международных конференциях. Достоверность подтверждена актами использования результатов АО «Институт технологии и организации производства», ООО «СКАУТ», ООО «Смарт Комплишен Технолоджи». Исследования выполнены в рамках работ по: гранту ФЦП №13.2251.21.0196; гранту РНФ №22-29-00866 «Создание высокопрочных металломатричных композитов на основе наноструктурных алюминиевых сплавов, армированных непрерывными волокнами»; гранту РНФ №24-19-00819 «Исследование и разработка сверхпластичной ультрамелкозернистой металлической матрицы из легких сплавов для создания высокопрочных композитов, армированных непрерывными волокнами»; а также государственного задания № FRRR-2026-0005 «Исследование новых материалов покрытий полученных методом ассистированного вакуумно-дугового осаждения, для упрочнения металлорежущих инструментов из твердого сплава применяемых для обработки материалов авиадвигателестроительной отрасли».

Апробация результатов. Основные результаты, представленные в диссертации, докладывались и обсуждались на отечественных конференциях: международная конференция «Физика и технология перспективных материалов», г.Уфа, 2023г.; международная конференция «Кайбышевские чтения», г.Уфа, 2023г.; всероссийская конференция по наноматериалам, г.Москва, 2023 г.; открытая школа – конференция стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы», г.Уфа, 2024г.; международной конференция «Авиация и космонавтика», г.Москва, 2024г.; всероссийская молодёжная научная конференция «Мавлютовские чтения», г.Уфа, 2024г.; Международная конференция «Nanomaterials Days», г.Уфа, 2024г.; Байкальский материаловедческий форум, г.Улан-Удэ, 2025г.; Петербургские чтения по проблемам прочности, г.Санкт-Петербург, 2026г.

Вклад автора заключается в поиске и анализе научной литературы по теме

работы. Автор совместно с научным руководителем определил цели и задачи исследования, непосредственно выполнял экспериментальные исследования, участвовал в перепроверке достоверности полученных результатов. В рамках проектов РНФ, в составе научной группы, автором проведена аттестация микроструктуры и свойств экспериментальных образцов из НС сплавов на основе Al и Ti; на основе моделирования методом конечных элементов (МКЭ) изготовлены образцы с композитной структурой с НС матрицей, проведена аттестация их механических свойств. Самостоятельно спроектировал и изготовил оснастку, необходимую для вакуумного изотермического прессования образцов с композитной структурой и устройства для их испытания. Совместно с соавторами, принимал участие в интерпретации и обсуждении результатов экспериментов, подготовке, написании и публикаций статей.

Публикации. Результаты исследований по теме диссертационной работы представлены соискателем в 11 научных публикациях в журналах, входящих в список журналов, рекомендованных ВАК РФ и/или международных наукометрических базах Web of Science и/или Scopus, получен 1 патент на изобретение.

Структура и объём. Диссертация состоит из введения, пяти глав, списка литературы, включающего 106 наименований, изложена на 129 страницах, содержит 57 рисунков и 17 таблиц.

Благодарности. Автор выражает искреннюю благодарность профессору В.В. Астанину за ценные консультации в проведении научных исследований по созданию композитных структур, а также своим коллегам из ЦКП «Нанотех» УУНиТ, соавторам публикаций, в сотрудничестве с которыми создан задел для последующей постановки и реализации основных идей диссертации.

ГЛАВА 1 АНАЛИЗ СОВРЕМЕННОГО СОСТОЯНИЯ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В ОБЛАСТИ МЕТАЛЛОМАТРИЧНЫХ КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Развитие современного космического и авиационного материаловедения невозможно без металломатричных композитных материалов на основе легких и тугоплавких матриц, армированных как дисперсными, так и непрерывными волокнами [1-6]. Это прежде всего связано со снижением плотности материала при одновременном росте механических и эксплуатационных свойств, которые привлекательны для применения в аэрокосмической отрасли [1-6]. Однако процесс изготовления требует очень тщательного контроля для получения таких привлекательных свойств. Но надо отметить, что повышение прочностных характеристик на 30-50 % при снижении плотности на 10-15 % в сравнении с промышленными легкими сплавами [1-6] делает это направление всегда актуальным.

В первой главе описаны результаты многочисленных исследований и разработок в области армированных непрерывными волокнами металлов и интерметаллидов для аэрокосмических конструкций как российских, так и зарубежных авторов.

1.1 Получение металломатричных композитных материалов, армированных непрерывными высокопрочными волокнами

Ведущие зарубежные компании, такие как General Electric (США), Safran (Франция), DWA (США), Rolls-Royce (Великобритания), используют металломатричные композитные материалы в деталях конструкции газотурбинных двигателей для изготовления статорных лопаток направляющего аппарата, дисков компрессора, тяг привода реверса, валов турбины, лопаток [7].

Аналогичные работы ведутся в России, например, Всероссийским научно-исследовательским институтом авиационных материалов Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (далее ВИАМ) совместно с АО «ОДК-Климов» по изготовлению прототипа вала турбины из композиционного материала ВКМ21. Результаты показали, что разрушающий крутящий момент прототипа вала на 40 %, а предел выносливости при кручении в 1,48 раза выше, чем у вала из стали 40ХН2МА-Ш [7]. Помимо высоких прочностных свойств наблюдались высокие демпфирующие свойства и низкая скорость роста трещины.

Статорная лопатка компрессора вертолетного двигателя из металломатричного композитного материала на основе Al сплава марки ВКМ22, так же разработанного ВИАМ, показала снижение массы узлов направляющих аппаратов компрессора газотурбинного двигателя на 30-35 %. При этом уровень рабочих напряжений достигает в 1,3 раза требуемых показателей [7].

Так же ведутся общие исследования ВИАМ», Мордовского государственного университета им. Н. П. Огарёва и профильным предприятием ПАО «Электровыпрямитель» по разработке высоконаполненного (до 70 об.%) металломатричного композитного материала на основе Al сплава, обладающего высокой теплопроводностью, достигающей 170 Вт/м·град, низким коэффициентом линейного теплового расширения $6,8 \cdot 10^{-6}$ 1/К при плотности 3,0 г/см³, модулем упругости 250 ГПа, прочностью при изгибе 340 МПа. В результате на базе ПАО «Электровыпрямитель» осуществляется промышленное производство теплоотводящих оснований из высоконаполненного композитного материала Al-SiC мощностью 10 000 шт/год [7]. Новые композитные материалы так же позволяют повысить рабочие температуры на 200-300 °С при одновременном снижении плотности [7].

На сегодняшний день существует множество способов получения металломатричных композитных материалов, среди которых особое внимание можно уделить двум наиболее распространенным методам изготовления: жидкофазные (пропитка под давлением или литье с перемешиванием) и твердофазные (твердофазное компактирование и порошковая металлургия). В

научно-технической литературе известны так же методы аддитивной технологии [8-10]. В качестве армирующего элемента может выступать как одна компонента, так и несколько, но принципы получения металломатричных композитных материалов, как правило, схожи. В статье [11] приводятся наиболее распространённые матричные сплавы алюминия и армирующие компоненты для изготовления гибридных композитных материалов, их свойства (Таблица 1.1).

Таблица 1.1 – Наиболее распространённые матричные алюминиевые сплавы и армирующие компоненты для изготовления гибридных металлических композиционных материалов [12-22]

Сплав	Армирующие компоненты	Предел прочности при растяжении, МПа	Метод изготовления
6061	$\text{TiO}_2 + \text{SiC}$	260-280	Литье с перемешиванием
	$\text{SiC} + \text{B}_4\text{C}$	179-197	Литье с перемешиванием
	$\text{Al}_2\text{O}_{3w} + \text{Al}_2\text{O}_{3p}$	397-408	Литье под давлением
1060	$\text{NiTi}_l + \text{SiC}_p$	211	Литье под давлением
7075	$\text{SiC}_p + \text{Cr}_p$	549	Литье под давлением
	$\text{SiC} + \text{Ti}$	527	Литье под давлением
359	$\text{SiC} + \text{Si}_3\text{N}_4$	420-453	Литье с перемешиванием под давлением
2124	$\text{SiC}_w + \text{SiC}_p$	526-585	Порошковая металлургия
2024	$\text{SiC}_p + \text{Gr}$	-	Порошковая металлургия
6351	$\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{C}$	-	Литье с перемешиванием

Однако совершенно другими свойствами обладают металломатричные композитные материалы, армированные непрерывными волокнами, в которых основная нагрузка приходится на армирующие элементы, а матрица передаёт напряжение волокнам. Например, использование в качестве армирующего волокна непрерывных и дискретных волокон Al_2O_3 позволяет получить композиты с

плотностью не более 3,2-3,3 г/см³, с модулем упругости порядка 215-220 ГПа и пределом прочности при растяжении 1200 МПа (материал фирмы 3M Innovative Properties Company) и 582 МПа (материал фирмы Canadian Space Agency) [22]. Или, например, σ_{-1} (база 10^7 циклов) Al сплавов составляет 130-150 Мн/м² (13—15 кгс/мм²), в то время как у армированного борным волокном алюминиевого металлматричных композитных материалов σ_{-1} около 500 Мн/м² (при той же базе). Предел прочности и модуль упругости матричного композитного материала на основе Al, армированного борным волокном, примерно в 2 раза больше, чем у алюминиевых сплавов В95 и АК4-1 [24]. В таблице 1.2 приведены свойства композитного материала с разными матричными материалами, армированных непрерывными волокнами с разной объемной долей (V) [24,25].

Таблица 1.2 – Механические свойства волокнистых композиционных материалов с непрерывными волокнами [24, 25]

Матрица (основа)	Упрочнитель (волокно)		Плотность, кг/м ³	Предел прочности, Гн/м ³	Удельная прочность, кН-м/кг	Модуль упругости, Гн/м ³	Удельный модуль упругости, Мн-м/кг
	материал	V, %					
Никель	Вольфрам	40	12500	0,8	64	265	21,2
	Молибден	50	9300	0,7	75	235	25,25
Титан	Карбид кремния	25	4000	0,9	227	210	52
Алюминий	Борное волокно	45	2600	1,1	420	240	100
	Стальная проволока	25	4200	1,2	280	105	23,4
	Борное волокно	40	2000	1,0	500	220	110
Магний	Углеродное волокно	50	1600	1,18	737	168	105
Полимерное связующее	Борное волокно	60	1900	1,4	736	260	136,8

Традиционная технология получения непрерывных борных волокон – химическое осаждение бора из газовой фазы на нагретую электрическим током тонкую подложку (обычно вольфрамовую проволоку или углеродное волокно). Однако борвольфрамовые волокна довольно дорогие, прежде всего из-за стоимости самой вольфрамовой проволоки и трихлорида бора [25]. Несмотря на это они нашли широкое применение. Впервые применение в больших количествах металлматричного композитного материала боралюминия в конструкции возвращаемого космического аппарата «Спейсшатл» [25, 26] позволило снизить массу ферменной конструкции на 44 % [27-29].

Российскими специалистами для гражданской обороны так же была разработана технология изготовления пустотелой лопасти вентилятора, усиленной несущими нагрузку стержнями из боралюминиевого композитного материала марки ВКА-2 (Рисунок 1.1) [30], свойства представлены в Таблице 1.3.

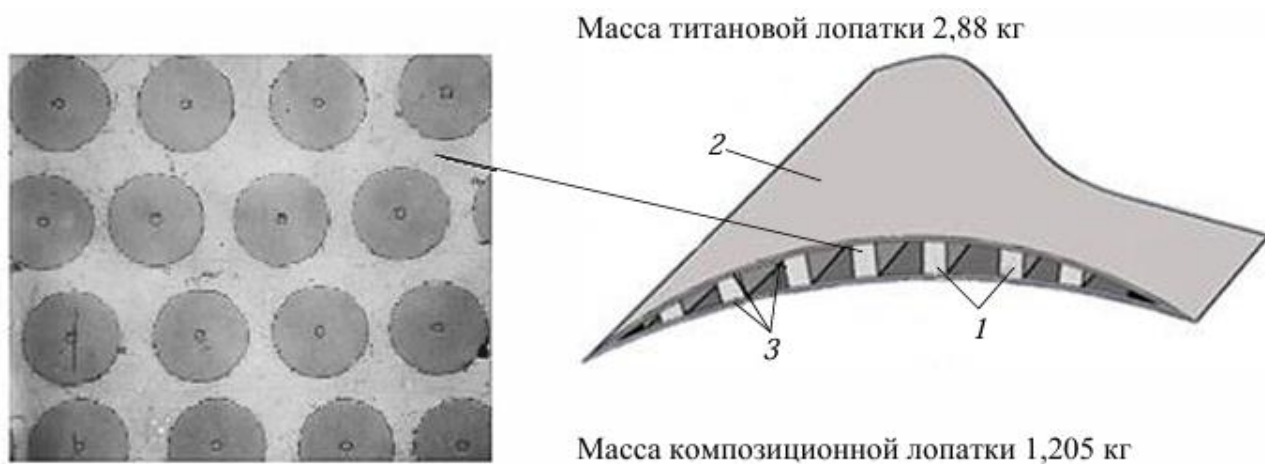


Рисунок 1.1 – Конструкция полых лопастей с несущими нагрузку стержнями из металлического композиционного материала Al–В: 1 – несущие стержни из композиционного материала; 2 – титановая оболочка; 3 – места соединения [30]

Однако применение боралюминиевых композитных материалов ограничено по сравнению с титановыми. В тоже время были разработаны лопасти из боралюминия с титановой оболочкой и титановые накладки, образующие

замковую часть, на входную кромку которых было нанесено никель-кобальтовое эррозионостойкое покрытие [30, 31].

Таблица 1.3 – Свойства боралюминиевого композитного материала марки ВКА-2 [30]

Характеристика	Температура испытания, °С	Значения характеристик	Характеристика	Температура испытания, °С	Значения характеристик
Временное сопротивление, МПа продольное	20	1250	Предел прочности при сжатии, МПа	20	2000
	100	1250	Модуль упругости при сжатии, ГПа	20	220
	200	1100	Предел прочности на сдвиг, МПа	20	145
	300	1050		250	95
	400	830		350	27
Временное сопротивление, МПа поперечное	200	180	Предел длительной прочности за 100 ч σ_{100} , МПа	100	1150
	250	145		150	1050
	350	48		250	850
Модуль упругости, МПа продольное	20	220		300	800
	200	185		400	700
	300	170	Предел прочности на изгиб, МПа	20	1700
Модуль упругости, МПа поперечное	20	100	Ударная вязкость, Дж/м ² продольное	20	30
Относительное удлинение, % продольное	20	0,5	Ударная вязкость, Дж/м ² поперечное	20	3,0
Относительное удлинение, % поперечное	20	0,4	Предел выносливости при чистом изгибе σ_{-1} , МПа	20	650
Предел выносливости при консольном изгибе σ_{-1} , МПа	20	400	-	-	-

Поскольку рабочая температура боралюминиевого композитного материала ограничена температурами 350-400 °С, при создании перспективных

газотурбинных двигателей на рабочие температуры до 500-700 °С появляется необходимость в разработке композитных материалов на основе титановых сплавов [30]. Применение титановых композитных материалов в лопатках компрессора высокого и низкого давления в отличии от не композитных титановых сплавов и никелевых суперсплавов снижают массу лопаток на 30% (Таблицы 1.4 и 1.5, Рисунок 1.2) [30, 32-34].

Таблица 1.4 – Сравнительные характеристики титановых сплавов и металломатричных композитных материалов на их основе [30]

Показатель	Значения показателей				
	Титанового сплава [9]			Системы Ti- композитный материал	
	BT20	BT6	BT18У	Титановая матрица системы Ti-6Al-4V+волокна SiC марки SCS-6 (V= 35%) [35]	Титановая матрица системы Ti-6Al-4V+волокна SiC марки SCS-6 (V= 28-38%) [7]
Плотность, г/см ³	4,45	4,43	4,55	3,93	3,9-4,2
Модуль упругости E , ГПа	105-110	113	116-120	200	160-230
Временное сопротивление, МПа	950-1150	930-1000	970	1690 (вдоль волокала) 400 (поперек волокала)	1700-2400
Температурный коэффициент линейного расширения: $\alpha \cdot 10^5$, К ⁻¹	8,3	8,41	-	5,9	4-6
Максимальная температура эксплуатации, °С	500	400-450	-	538	-

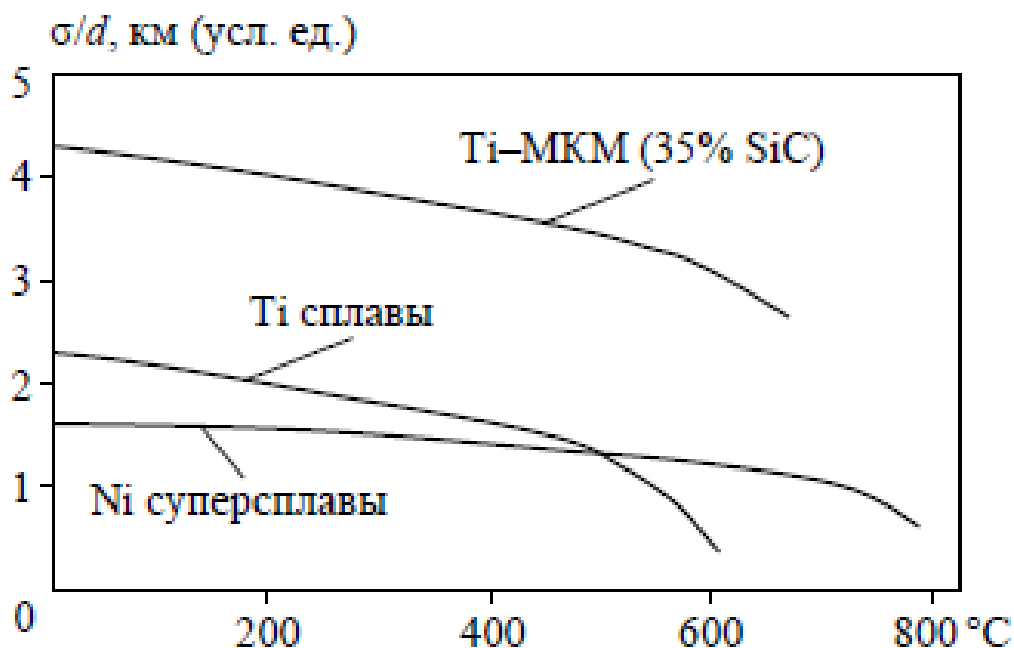


Рисунок 1.2 – Преимущества композитного материала с титановой матрицей по сравнению с титановыми сплавами и никелевыми суперсплавами [30, 32]

Однако надо отметить, что, не смотря на все преимущества использования композитных материалов на основе титанового сплава, их применение ограничивается высокой стоимостью как самих армирующих волокон, так и технологией получения. Компания FMW Composite Systems Inc. занимается созданием композиционных материалов с титановой матрицей, армированной волокнами SiC для поршня приводного механизма (Таблица 1.5) [30, 35-38].

Горячее прессование известно, как один из самых популярных методов производства металломатричных композитных материалов, армированных непрерывными волокнами. Согласно этому методу, матричные листы чередуются с волокнами в виде сэндвича, нагреваются и прессуются для получения композитного материала. Метод горячего прессования может включать прессование в твердофазной области матрицы металла, в твердожидкостной двухфазной области или в полностью жидкофазной области. В твердой фазе температура нагрева относительно низкая, и деградация волокна из-за межфазной реакции с металлом матрицы вовремя компактирования незначительна. Однако для получения полностью заполненного композитного материала обычно требуется

высокое давление, что приводит к высоким затратам на оборудование и производство, а также к разрушению волокон.

Таблица 1.5 – Сравнительные характеристики никелевых суперсплавов и композитный материал на титановой и интерметаллидной матрицах [30, 35-38]

Показатель	Значения показателей		
	Ti/SiC (волокно)	TiAl/SiC (волокно)	Ni суперсплав
Плотность, г/см ³	4,04	4,18	8,3
Модуль упругости, ГПа:			
- вдоль волокна	200	242	207
- поперек волокна	145	200	207
Максимальная температура эксплуатации, °C	538	760	1090

В частично или полностью жидкофазной области компактирование может быть выполнено при низком давлении, и при этом достигаются преимущества в отношении оборудования и производственных затрат. Однако температура нагрева во время формования высокая, и имеет тенденцию к деградации волокна из-за межфазных реакций и образованию хрупких фаз на границе раздела фаз. В результате конечные композитные материалы обладают плохими механическими свойствами [37].

Температура изготовления композитного материала сильно зависит от состава матричного сплава. Например, температуры изготовления SiC/Ti-6Al-4V, SiC/Ti-15V-3Al-3Sn и SiC/Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo составляют 870, 880 и 930 °C, соответственно. В работе [37] приведен способ получения композитного материала SCS-6/SP-700. Листы из тканого волокна карбида кремния SCS-6 и листы

титанового сплава SP-700 толщиной 120 мкм укладываются послойно. Полученная сэндвич-структура в четырехслойной однонаправленной укладке затем помещается в герметичный металлический контейнер в вакууме и уплотняется горячим изостатическим прессованием. Температура уплотнения может варьироваться от 973 до 1173 К при постоянном давлении уплотнения 150 МПа и времени уплотнения 2 часа [37]. На рисунке 1.3 приведены микроструктуры полученных композитных материалов.

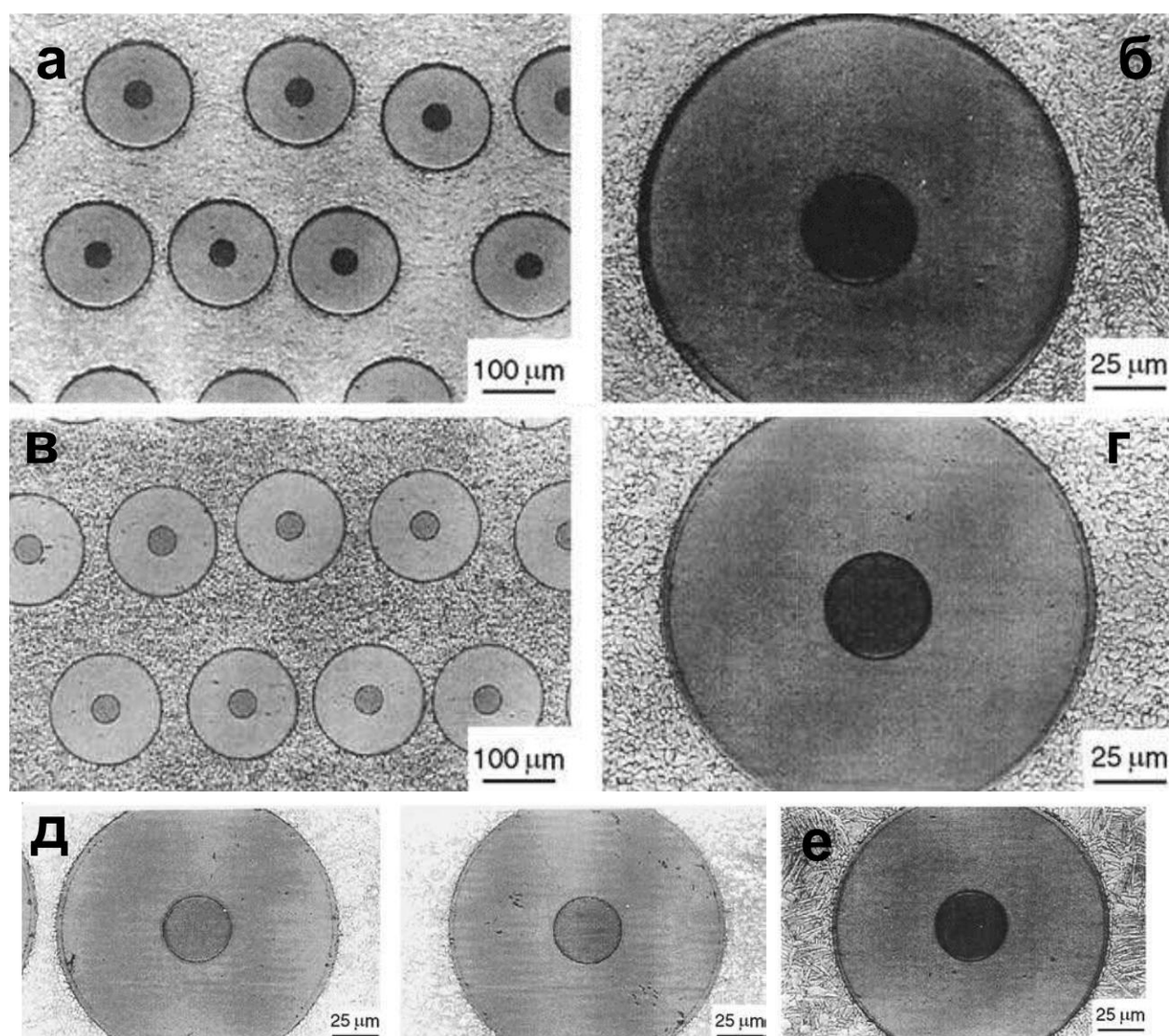


Рисунок 1.3 – Микроструктуры SCS-6/SP-700, компактированного при различных температурах в течение 2 ч при давлении 150 МПа: (а,б) SCS-6/SP-600; (в,г) SCS-6/SP-700 с покрытием из серебра; (д) SCS-6/SP-700 с покрытием из палладия; (е) SCS-6/SP-700 с покрытием из платины [37]

Авторами показано, что температуры 700 °С недостаточно для установления хорошей связи волокна и металла и/или металла и металла [37]. Однако повышение температуры уплотнения до 930 °С указывают на достаточную связь [37], свойства композитных материалов приведены в таблице 1.6.

Таблица 1.6 – Результаты испытаний на растяжение покрытия SCS/SP-700 [37]

Материал	Свойства			Среднее		
	Условный предел текучести, МПа	Временное сопротивление, МПа	Модуль упругости, ГПа	Условный предел текучести, МПа	Временное сопротивление, МПа	Модуль упругости, ГПа
SCS6 без покрытия /SP700	1425	1603	186	1366	1633	186
	1316	1671	187			
	1358	1624	186			
SCS6 с Ag/SP700	1152	1543	182	1246	1496	183
	1253	1485	184			
	1332	1460	184			
SCS6 с Pt/SP700	1321	1552	187	1342	1582	187
	1356	1556	187			
	1348	1637	186			
SCS6 с Pd/SP700	1369	1718	184	1376	1714	184
	1403	1780	183			
	1356	1644	184			

Авторы [37, 39] исследовали влияние диаметра волокон карбида кремния на свойства металломатричного композита. В качестве матричного материала был использован интерметаллидный титановый сплав Ti_3AlC_2 , в качестве армирующих волокон SCS-6 диаметром 140 мкм и SCS-9A диаметром 80 мкм (Specialty Materials Inc. (Avco, США). Матричный материал получен методом горячего прессования при 950 °С и давлении 20 МПа с выдержкой 30 мин. Объемная доля армирующего наполнителя составляло 20 % при соотношении волокон SCS-6/SCS-9A: 70/30 и 40/60 [37, 39]. На рисунке 1.4 и в таблице 1.7 приведены результаты испытаний на изгиб металломатричного композитного материала.

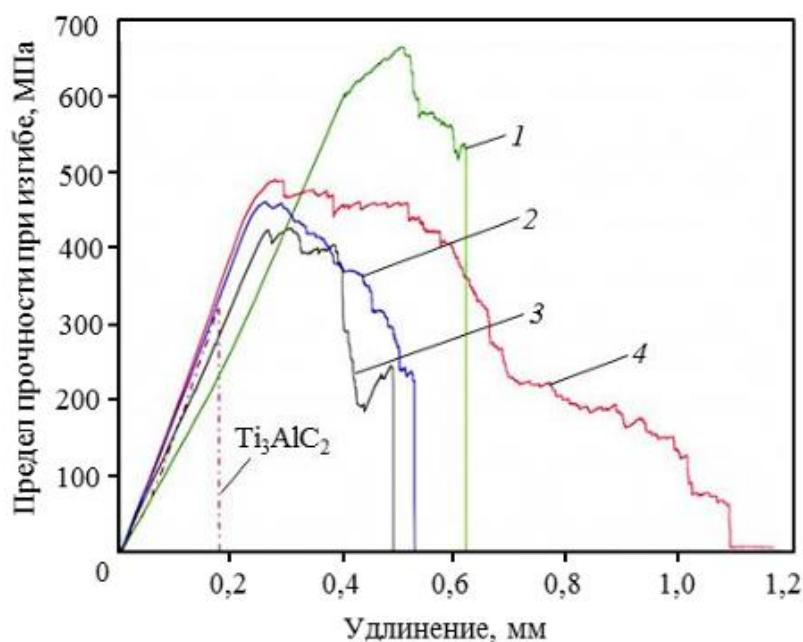


Рисунок 1.4 – Результаты испытаний на прочность при изгибе композиционных материалов SCS-9A (1), SCS-6 (2), SCS-6/SCS-9A с матричным сплавом Ti_3AlC_2 при соотношении волокон 70/30 (3) и 40/60 (4) [37, 39, 40]

Таблица 1.7 – Результаты испытаний на прочность при изгибе композиционных материалов SCS-9A (1), SCS-6 (2), SCS-6/SCS-9A с матричным сплавом Ti_3AlC_2 при соотношении волокон 70/30 (3) и 40/60 (4) [39, 40]

Композиционный материал	Предел прочности при изгибе, МПа
Матричный сплав Ti_3AlC_2	От 350 до 400
SCS-6	450
SCS-9A	610
SCS-6/ SCS-9A 70/30	470
SCS-6/ SCS-9A 40/60	510

Ученые из Китая [37, 39, 41] проводили аналогичные исследования композитных материалов с титановой матрицей Ti-6Al-4V толщиной 100 мкм, армированной тремя типами волокон: непрерывное волокно карбида кремния на углеродном керне SCS-6, волокна диаметром 110 мкм на вольфрамовом керне без углеродного покрытия (тип 1) и с углеродным покрытием толщиной 2 мкм (тип 2). Композит получали традиционным методом горячего прессования при

температуре 910 °С, давлении 50 МПа и выдержке 40 мин. Объемная доля композита 30% [37, 39, 41]. Результаты приведены в таблице 1.8.

Таблица 1.8 – Результаты испытаний композитного материала [37, 39, 41]

Сплав Ti-6Al-4V, армированный волокнами SCS	σ_b , МПа
Типа 1	1036
Типа 2	1260
SCS-6	1521

В работе [37] отражаются два основных метода получения композитов из непрерывных углеродных волокон. Первый относится к двухступенчатому горячему прессованию (Рисунок 1.5), в котором жгуты углеродного волокна первоначально наматываются на барабан и связываются акриловой или стирольной смолой. Затем материал срезается с барабана и растягивается в плоский лист. Затем образуется сэндвич путем чередования данных заготовок с листами алюминия, помещаются в герметичный контейнер для откачки вакуума, нагреваются до температуры выше температуры ликвидуса алюминиевого сплава, в то время как его содержимое поддерживается в вакууме, и органическое связующее для заготовки испаряется. Далее все содержимое компактируют при температуре и после охлаждения до температуры ниже ликвидуса выдерживается под давлением. Композитный материал, изготовленный таким методом с использованием углеродных волокон M40 и сплава 6061 имеет предел прочности на растяжение 1500 МПа и модуль упругости при растяжении 430 ГПа [37]. На рисунке 1.6 приведена микроструктура композита M40/6061, полученная методом двухступенчатого горячего прессования.

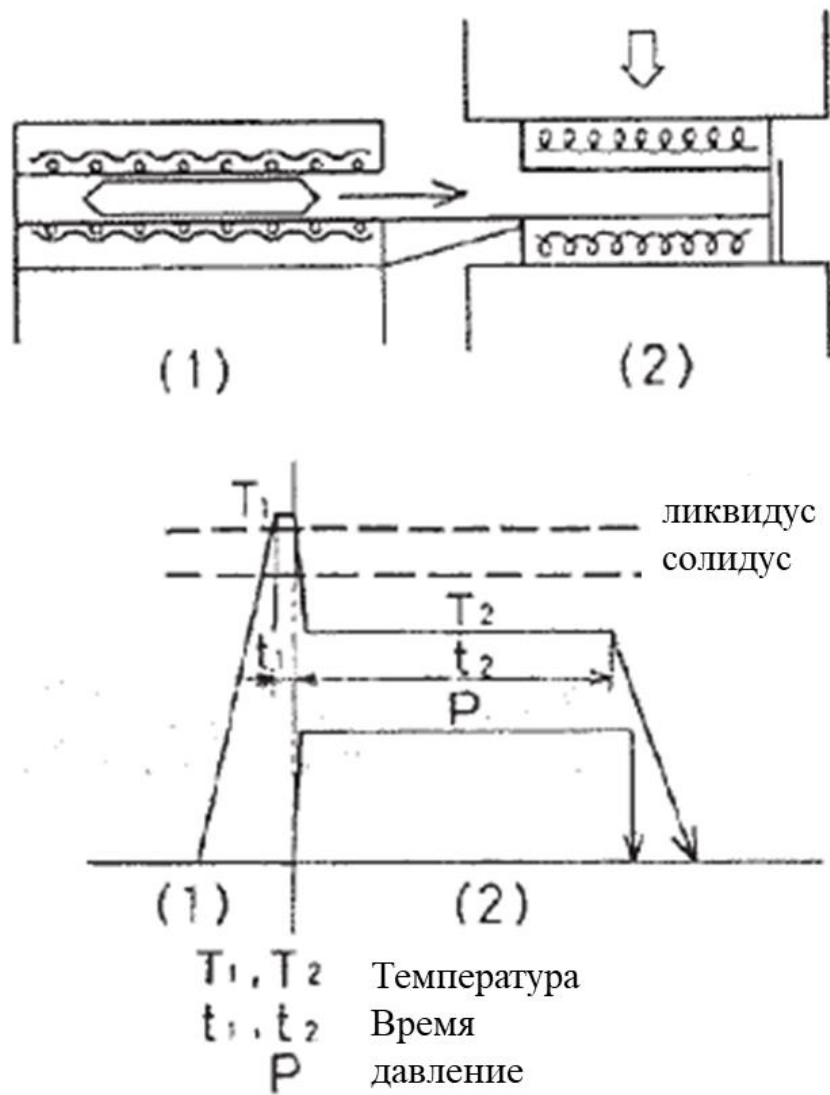


Рисунок 1.5 – Схема цикла изготовления композитного материала методом двухступенчатого горячего прессования [37]

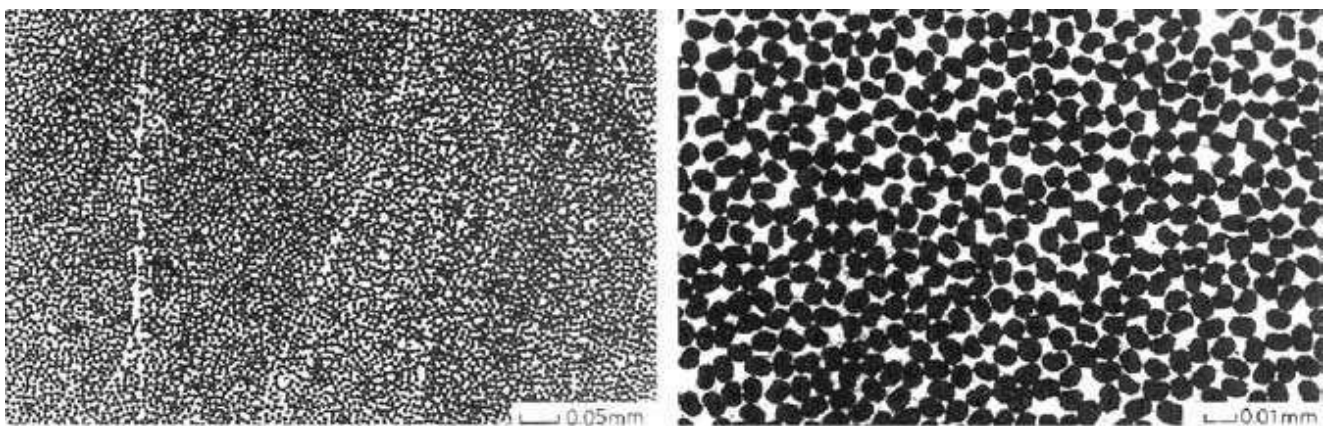


Рисунок 1.6 – Микроструктура композита М40/6061, полученная методом двухступенчатого горячего прессования [37]

Второй называется методом вставки листа для заготовок из проволоки, в котором пучок волокон погружается, а затем пропитывается расплавленным металлом. Сперва подготавливается проволочная заготовка, где волокна пропитаны жидким металлом или сплавом [37]. Диаметр проволочной заготовки невелик, около 0,6 мм, что позволяет легко ее сгибать, и поэтому она хорошо подходит для изготовления композитных деталей. Прочность на растяжение композитов, изготовленных из проволочных заготовок, значительно снижается с повышением температуры изготовления. Слои проволочной заготовки укладываются попеременно с листами алюминия или без, сэндвич-структура помещается в герметичный металлический контейнер, нагревается до температуры выше солидуса листового сплава, но ниже солидуса матричного сплава в проволочных заготовках, при этом содержимое контейнера поддерживается в вакууме. Затем контейнер сжимается плитой при той же температуре. Микроструктуры двух композитов, изготовленных с прослойкой из сплава и без нее приведены на рисунке 1.7 [37]. Предел прочности такого композита М40/5056 на растяжение, изготовленного при 530 °С методом вставки листа, составляет 1050 МПа, в то время как предел прочности на растяжение М40/5056, изготовленного при 575 °С без листов сплава, составляет всего 925 МПа [37].

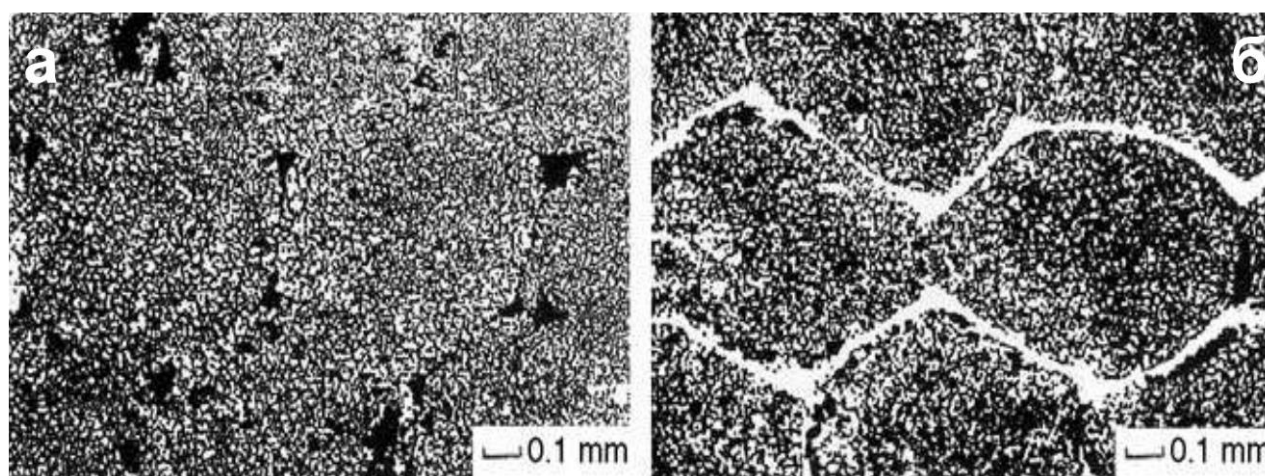


Рисунок 1.7 – Микроструктуры композита М40/5056, полученная при 575 °С методом вставки листа [37]

В работах [42, 43] описана подобная работа по получению композитной проволоки путем протяжки нити из углеродного волокна через расплав Al-0,5Вi ат.%. Нить с отдающей катушки подавалась в тигель с расплавом через входную фильеру. Пропитка нити расплавом матрицы происходила под действием ультразвуковой обработки, осуществляемой с помощью ниобиевого волновода. Пропитанная нить через выходную фильеру выводилась из тигеля. Кристаллизация матрицы проходила при остывании на воздухе [42, 43]. В результате была получена непрерывная проволока диаметром порядка 300 мкм с содержанием волокна около 60 об. % (Рисунок 1.8).

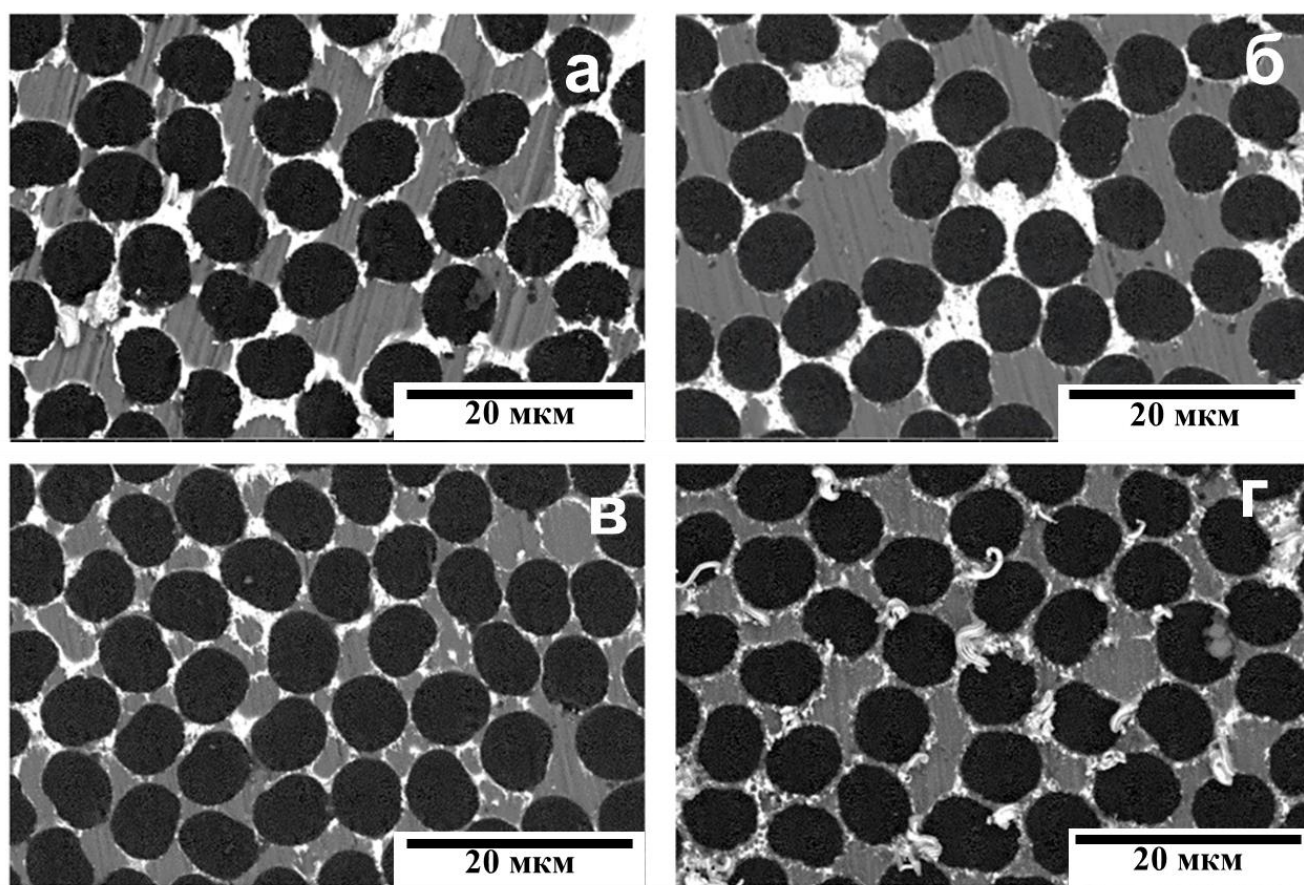


Рисунок 1.8 – Микроструктура композитной проволоки в исходном состоянии (а) и после термообработки в течение 5 мин при 500 °С (б), 550 °С (в) и 600 °С (г) [42, 43]

Одним из наиболее перспективных методов получения композитных структур, упрочненных волокнами бора или карбида кремния диаметром 140 мкм, признано горячее изостатическое прессование [44-48].

1.2 Применение эффекта сверхпластичности при изготовлении композитных материалов

В процессе твердофазного изостатического компактирования металлматричных композитных материалов осуществляется несколько физико-химических процессов: заполнение матричным материалом пространства между волокнами, деформационная сварка слоев матричного материала между собой и диффузионное соединение матричного материала с упрочняющими волокнами с образованием продуктов реакции – боридов [44, 48] (Рисунок 1.9 а, б). Последнее необходимо для обеспечения прочной связи волокон с матрицей, но способно приводить к деградации волокон из-за возникновения концентраторов напряжения на их поверхности [44, 51].

Образование этих продуктов реакции сильно зависит от температуры, например, в работе [49-51] установлено, что прессование при 490 °С не обеспечило прочной связи матрицы и волокна. Излом характеризуется развитой поверхностью с выдёргиванием волокон (Рисунок 1.9в) [49-51]. Увеличение температуры до 520 °С приводит к резкому падению прочности в результате чрезмерной связи матрица-волокно (Рисунок 1.9г) и деградации волокон из-за образования боридов с размером выше критического, который установлен со значением 0,25 мкм [49, 50]. Оптимальной температура прессования установлена в 510 °С [50]. При этом в работе [52] установлено, что введение в алюминий Mg, Cu и Si снижает образование боридов алюминия.

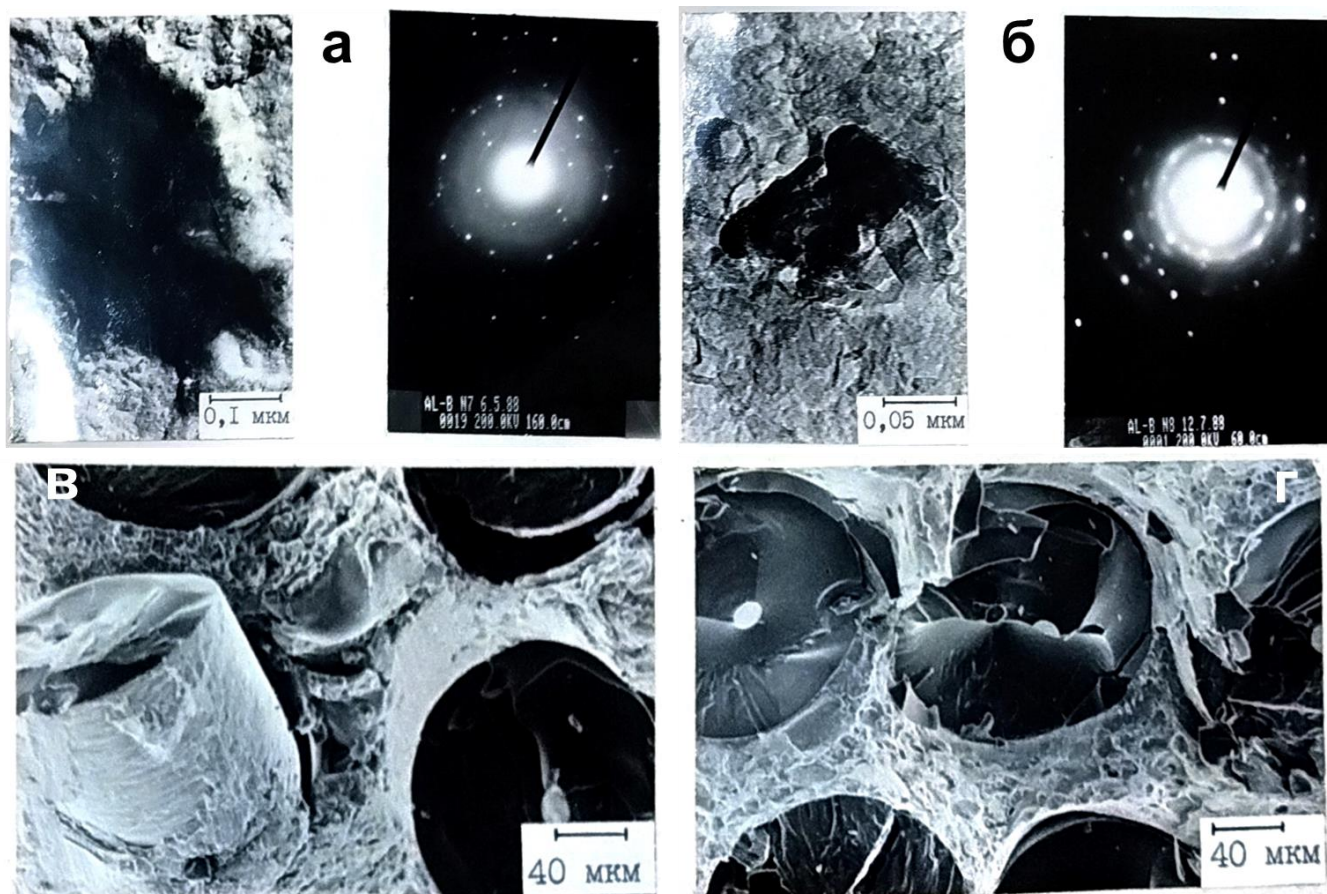


Рисунок 1.9 – Гексагональная фаза AlB_2 (а,б); сложное соединение фаз тетрагональной AlB_{12} и AlB_2 [50]

Другим фактором потери прочности композитных структур может служить механическое разрушение волокон из-за чрезмерно высоких и неоднородно распределенных давлений при прессовании. Развитие перечисленных процессов зависит от температуры, давления и времени компактирования. Применение эффекта сверхпластичности матричного материала значительно улучшает условия получения композитного материала.

Упоминание об использовании эффекта сверхпластичности при изготовлении композиционных материалов с алюминиевой матрицей отмечено в работах Астанин В.В. и Сиренко А.А. в 1986 году. Однако лишь в работах В.В. Астанина [53] в 2002 году экспериментально была показана целесообразность применения эффекта сверхпластичности для получения композитного материала. Автором на примере однослойного композитного материала продемонстрирована

разница в использовании полуфабриката из титанового листа с субмикrokристаллической и микrokристаллической структурами (Рисунок 1.10) [53]. В результате компактирования при температуре 700 °С удалось показать, что матрица с субмикrokристаллической структурой затекает в пространство между волокнами более чем на половину, в то время как на микrokристаллической матрице остается лишь след от волокон [53].

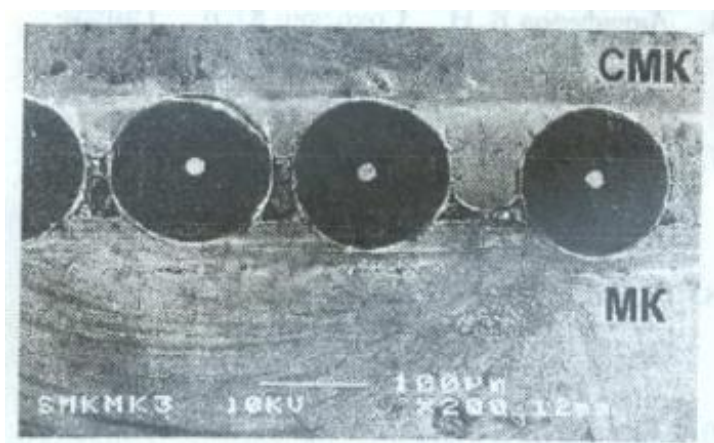


Рисунок 1.10 – Профили течения матричного материала на основе Тi сплава с микrokристаллической (МК) и субмикrokристаллической (СМК) структурой [53]

Однако при получении листовых полуфабрикатов толщиной менее 1 мм высока вероятность потери эффекта сверхпластичности. Ранее на примерен алюминиевого сплава Супрал 100 установлено [54], что проявление эффекта сверхпластичности зависит от отношения размера деформируемого тела D к размеру зерен d (масштабный фактор): при $D/d \leq 10$ сверхпластичность исчезает, несмотря на сохранение требуемой мелкозернистой структуры и температурно-скоростных условий [54, 55]. При получении в композитном материале объемной доли волокон ($\varnothing$ 140 мкм) 40 % минимальное расстояние между волокнами должно составлять 20 мкм, что ставит под сомнение реализацию эффекта сверхпластичности для материала матрицы с традиционным для сверхпластичности размером зерна 10-15 мкм [54].

Новые возможности для технологии композитной структуры открываются с применением в качестве полуфабрикатов матриц фольг в наноструктурированном состоянии. Такие материалы обладают сверхпластичностью при температурах менее $0,6T_{пл}$ [56-64], что позволяет снизить или полностью устранить термическую деградацию волокон и одновременно повысить эксплуатационные свойства матрицы. Получение подобных структур, чаще всего, осуществляется интенсивной пластической деформацией [65].

В работе [66] В.В. Астанина и сотрудников из ИСПМ РАН описывается способ получения полуфабриката в виде листа толщиной 0,8 мм из сплава ВТ6 в ультрамелкозернистом состоянии: пруток диаметром $\varnothing 40$ предварительно закаляли из β -области с температуры 1000 °С и подвергали последующей изотермической прокатке при 550 °С со степенью деформации 95 % [66]. Авторам удалось получить однородную зеренную (фрагментированную) структуру с размером порядка 300 нм. В таблице 1.9 приведены механические свойства данных листов.

Таблица 1.9 – Механические свойства листовых заготовок сплава ВТ6, полученных изотермической прокаткой при 550 °С [66]

Обработка сплава	Механические свойства при комнатной температуре		
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Закалка; последующая прокатка на 50%	1090	1040	11,3
Закалка; последующая прокатка на 75%	1166	1121	6,8
Закалка; последующая прокатка на 95%	1271	1240	4,6
Прокатка исходного полуфабриката на 95%	996	921	16,5

В 2008 году В.В. Астанин и О.А. Кайбышев из ИПСМ РАН запатентовали способ, описывающий изготовление листовых полуфабрикатов из титановых

сплавов путем всесторонней ковки и последующей изотермической прокатки при пониженных температурах [67]. Полуфабрикат получали методом термомеханической обработки, включающим всестороннюю ковку при 600-650 °С и последующую изотермическую прокатку при 500-550 °С со степенью деформации более 80 % [67]. В результате сформирована однородная ультрамелкозернистая структура со средним размером зерен и субзерен около 200 нм в титановом сплаве ВТ6 на листе толщиной 0,5 мм [67].

В работе [68] описан способ получения листов из титанового сплава ВТ22 с УМЗ структурой и приведены механические свойства данных листов. В качестве исходной заготовки выбран горячекатаный пруток диаметром 60 мм. Прокатка осуществлялась в два этапа, 1 этап включал прокатку до листа при температуре 850 °С, во втором этапе была проведена теплая изотермическая прокатка при температуре старения сплава и скорости деформации 10^{-2} с^{-1} . В результате были получены листы со средним размером зерен/субзерен не более 300 нм и ударной вязкостью KCU порядка 0,55 МДж/м² [68].

В работе [69] впервые успешно изготовлены крупноразмерные наноструктурированные листы толщиной 0,3 мм из титана марки ВТ1-0 методом холодной прокатки. В качестве исходной заготовки брали листы толщиной 4 мм и исходной структурой с равноосными зёрнами со средним размером 15 мкм и долей высокоугловых границ 87%. Прокатка осуществлялась при комнатной температуре с суммарной степенью деформации для всех образцов порядка 92,5% по двум маршрутам. Маршрут 1 (лента): заготовку поворачивали на 90° на начальных этапах деформации – после достижения степеней 5%, 5% и 15%, а затем докатывали на 89 % [69]. Маршрут 2 (лист): заготовку катали в одном направлении до степени деформации 62%, после чего изменяли направление прокатки на 90° и докатали оставшиеся 80% (относительно промежуточной толщины). В результате авторам удалось сформировать зеренно/субзеренную структуру со средним размером элементов 400-500 нм [69]. На рисунке 1.11 представлена микроструктура данных листов и лент, в таблице 1.10 приведены результаты механических испытаний данных образцов.

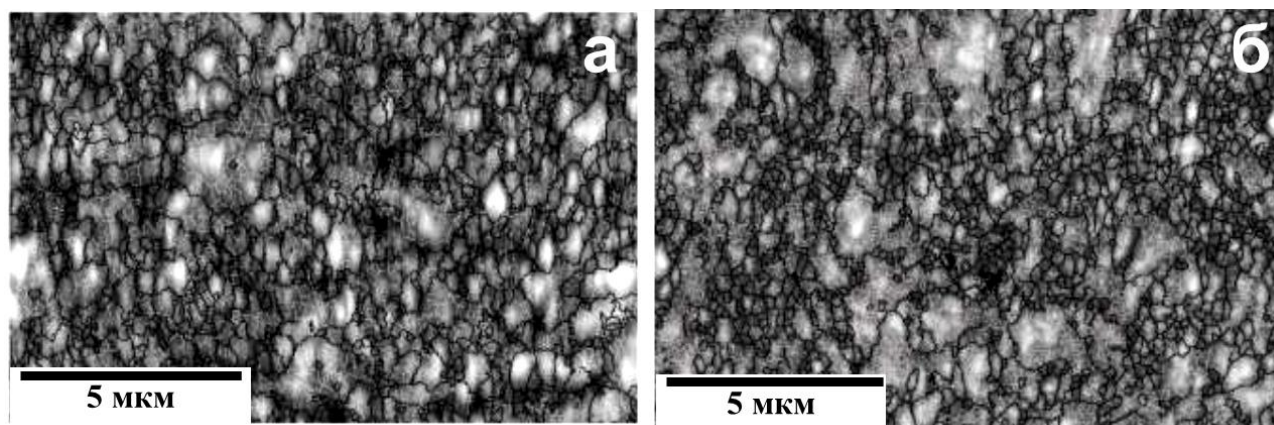


Рисунок 1.11 – Микроструктура ленты (а) и листа (б) из титана BT1-0 после прокатки на степень 92,5%. Дифракция обратнорассеянных электронов [69]

Таблица 1.10 – Механические свойства ленты и листа из титана BT1-0 [69]

Виды обработки образца	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
В состоянии поставки	-	428	49,3
Лента 40×500×0,3 вдоль направления прокатки	790	952	5,6
Лента 40×500×0,3 поперек направления прокатки	750	953	3,6
Лист 250×500×0,3 вдоль направления прокатки	682	857	4,7
Лист 250×500×0,3 поперек направления прокатки	644	834	4,8

Исследования позволили установить, что формирование таких ультрамелкозернистых структур в сплавах на основе Ti открывает возможности снижения температуры проявления сверхпластичности. Например, в сплаве BT6 с размером зерна 0,4 мкм [70] при 600 °C достигается удлинение 200 %. Сплав SP 700 проявляет сверхпластичность (СП) при 700 °C при $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, удлинение составило 900 %, $m = 0,45$ [72]. В сплаве BT22 после изотермической прокатки при 600 °C и размере зерна 0,3 мкм было достигнуто удлинение 620%, $m = 0,45$ [68].

Результаты многих исследований [56-64] свидетельствуют, что использование различных методов интенсивной пластической деформации для получения ультрамелкозернистых и наноструктурированных алюминиевых сплавов также обеспечивает проявление эффекта СП при пониженных температурах, т.е. ниже 0,5–0,6 $T_{пл}$. При этом установлено в алюминиевых

ультрамелкозернистых сплавах систем Al-Zn и Al-Mg, происходит формирование особого состояния границ зерен – образование сегрегаций отдельных легирующих элементов, или даже прослоек новых фаз по границам зерен [73, 74]. Формирование таких границ зерен обеспечивает в этих сплавах проявления эффекта сверхпластичности при необычно низких температурах, а в отдельных случаях даже при комнатной температуре [74].

Весьма важным является роль конкретных легирующих элементов в проявлении низкотемпературной сверхпластичности. Например, легирование Zn позволяет кардинально перестроить состояние высокоугловых границ в Al сплавах с ультрамелким зерном. В результате ускоренных диффузионных процессов атомы Zn при деформации перераспределяются и формируют сегрегации по границам зерен, облегчающие зернограницное проскальзывание [74]. Другой пример: сегрегации растворенного Mg вдоль границ ультрамелкозернистых зерен в исходной структуре улучшает их устойчивость к укрупнению зерен за счет уменьшения как энергии границ зерен, так и их подвижности [73].

1.3 Постановка задачи

Анализ литературы показывает перспективность применения композитных материалов, особенно в авиационной технике, однако для дальнейшего продвижения в этом направлении необходимо совершенствование технологических температурно-скоростных условий процесса изготовления композитных структур, обеспечивающих сохранение целостности армирующих волокон и образования прочной связи матрица-волокно.

В связи с вышеизложенным сформулированы цель и задачи работы.

Цель работы: сформировать наноструктурированные состояния в фольговых полуфабрикатах сплавов на основе Al и Ti для создания матричного материала композитных структур, армированных непрерывными волокнами, путем прессования в режиме низкотемпературной сверхпластичности для применения в авиационной технике.

Для достижения цели работы решались следующие **задачи**:

1. Разработать метод получения с помощью термомеханической обработки, включающей интенсивную пластическую деформацию и последующую изотермическую прокатку, фольгового полуфабриката из наноструктурированного сплава 1565ч системы Al-Mg-Mn для изготовления армированной композитной структуры; получить фольговый полуфабрикат из Ti ультрамелкозернистого сплава ВТ6 с помощью термомеханической обработки, включающей интенсивную пластическую деформацию и последующую изотермическую прокатку;
2. Изучить структуру и механические свойства наноструктурированных сплавов на основе Al и Ti для определения температурно-скоростных режимов изготовления армированной композитной структуры в условиях низкотемпературной сверхпластичности;
3. Провести компьютерное моделирование по установленным реологическим характеристикам процесса прессования матричного материала в присутствии волокон бора с обеспечением режима низкотемпературной сверхпластичности на всех этапах деформации образцов с композитной структурой;
4. Разработать научно-обоснованный подход получения композитных структур прессованием в режиме низкотемпературной сверхпластичности, установленного для каждого сплава на основе Al и Ti с распространением полученных результатов на другие сплавы Al по их технологическому применению; исследовать их механические свойства в условиях статических, циклических и ударных нагрузок.

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

2.1 Материалы исследования

Металлическая матрица. Материалами исследования в качестве матричного материала выбраны высокопрочные промышленные алюминиевые сплавы: 1565ч системы Al-Mg-Mn, 2024 системы Al-Cu-Mg, 7475 системы Al-Zn-Mg и промышленный двухфазный титановый сплав ВТ6 системы Ti-Al-V. Химический состав всех сплавов представлен в таблице 2.1.

Контроль поэлементного химического состава был осуществлен на оптико-эмиссионном спектрометре Bruker Tasman Q4.

Таблица 2.1 – Химический состав исследуемых матричных материалов [75-77]

Сплав	Химический состав, (вес %)	Наличие второй фазы
1565ч	Al – 5.66 Mg – 0.86 Mn – 0.67 Zn – 0.09 Zr – 0.07Cr – 0.3 (Fe+Si)	β (Al ₃ Mg ₂) Al ₆ Mn, Mg ₂ Si
	A	η (MgZn ₂)
	Al – 4.98 Cu – 1.49 Mg – 0.73 Mn – 0.04 Si	S(Al ₂ CuMg), θ (CuAl ₂)
BT6	Ti – 6.14 Al – 4,16 V – 0,03 Zr – 0,03 Si – 0,11 Fe	β (обогащена V)

Армирующие волокна. В качестве армирующего элемента использовались непрерывные высокопрочные борные волокна диаметром 140 мкм и временным сопротивлением разрыву 3100 МПа. Волокна переплетены между собой в виде тканой сетки тонкой проволокой. На рисунке 2.1 приведено схематическое изображение и снимок переплетенного борного волокна для композитного материала.

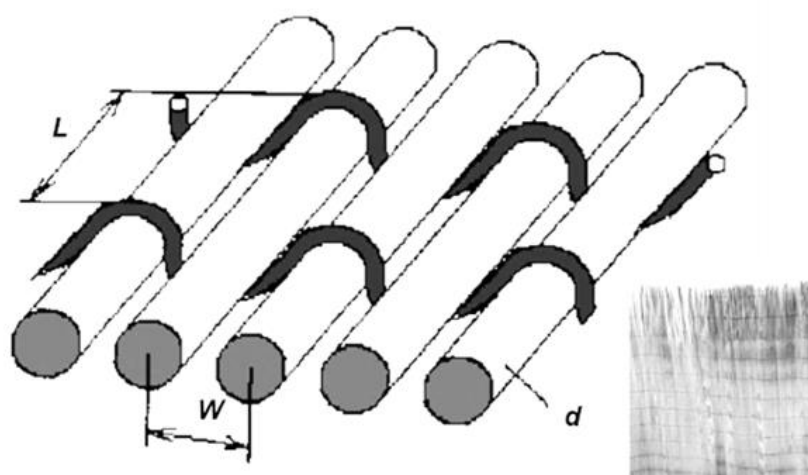


Рисунок 2.1 – Схематическое изображение переплетённой сетки из борных волокон

2.2 Методы получения наноструктурированных фольговых полуфабрикатов

На первом этапе формирования НС состояния в исследуемых материалах использовали методы ИПД. Для расширения набора структурно-фазовых состояний исследуемых сплавов в работе использовались известные методы обработки ИПД, такие как кручение под высоким давлением (КВД), равноканальное угловое прессования по схеме Конформ (РКУП-Конформ) и всесторонняя ковка [65]. Температуру ИПД выбирали исходя из задачи: максимально измельчить зеренную структуру и сохранить целостность заготовки.

Для получения пересыщенного твердого раствора легирующими элементами и максимального измельчения размера зерен в результате последующей интенсивной пластической деформации исходные заготовки алюминиевых сплавов подвергали отжигу в течение 1 часа с последующим охлаждением в воде.

Для получения ультрамелкозернистой структуры с размером зерен менее 500 нм в сплаве 1565ч заготовки с квадратным сечением $10 \times 10 \text{ мм}^2$, длиной 110 мм обработаны интенсивной пластической деформацией методом РКУП-Конформ, 6 циклов по режиму *Вс* при 200°C , суммарная степень деформации $e_6 \approx 4,2$ (0,7 за проход) [65]. Схема РКУП-Конформ представлена на рисунке 2.2а.

Для получения ультрамелкозернистой структуры с размером зерен менее 200 нм в сплавах 7475 и 2024 заготовки диаметром 20 мм, толщиной 1.8 мм обработаны интенсивной пластической деформацией методом КВД при комнатной температуре (КТ), 10 оборотов, скорость 1 об/мин [65]. Схема КВД представлена на рисунке 2.2б.

Фольговый полуфабрикат сплава ВТ6 получали по ранее установленным режимам термомеханической обработки проф. В.В. Астаниным и проф. О.А. Кайбышевым [67]. Для получения ультрамелкозернистой микроструктуры с размером зерна 400-500 нм в сплаве ВТ6 применяли всестороннюю ковку с изменением осей деформации заготовок в условиях постепенного охлаждения от 800 до 650 °С [66, 67].

Для получения фольгового полуфабриката под композитный материал и сохранения ультрамелкозернистой однородной структуры с преимущественно большеугловыми границами зерен полученные образцы прокатывали на шестивалковом прокатном стане производства HANKOOK M-TECH Industries, оснащенном системой нагрева рабочих валков собственной конструкции, до толщины 0,2 мм в изотермических условиях, определенных в результате оценки термической стабильности НС материала [78]. Схема прокатки представлена на рисунке 2.3. Алюминиевые сплавы подвергали прокатке при температуре 200 °С со скоростью деформации 0,3 м/мин, титановый сплав ВТ6 – при температуре 560 °С со скоростью деформации 0,2 м/мин. Общая степень деформации была равна $e = 3$. Суммарная степень обжатия при изотермической прокатке превысила 90 % для сплава ВТ6 и 98 % для Al сплавов: 30-35 проходов вдоль образца со степенью деформации при каждом проходе не более 10 %.

Такой способ прокатки приводит в действие механизм зернограницного проскальзывания и в результате относительного смещения и поворота зерен формируется УМЗ структура, наиболее пригодная для дальнейшей деформации в условиях сверхпластичности при температурах менее $0,6T_{пл}$.

В результате обработки методами ИПД и последующей изотермической прокатки получены бездефектные фольговые полуфабрикаты.

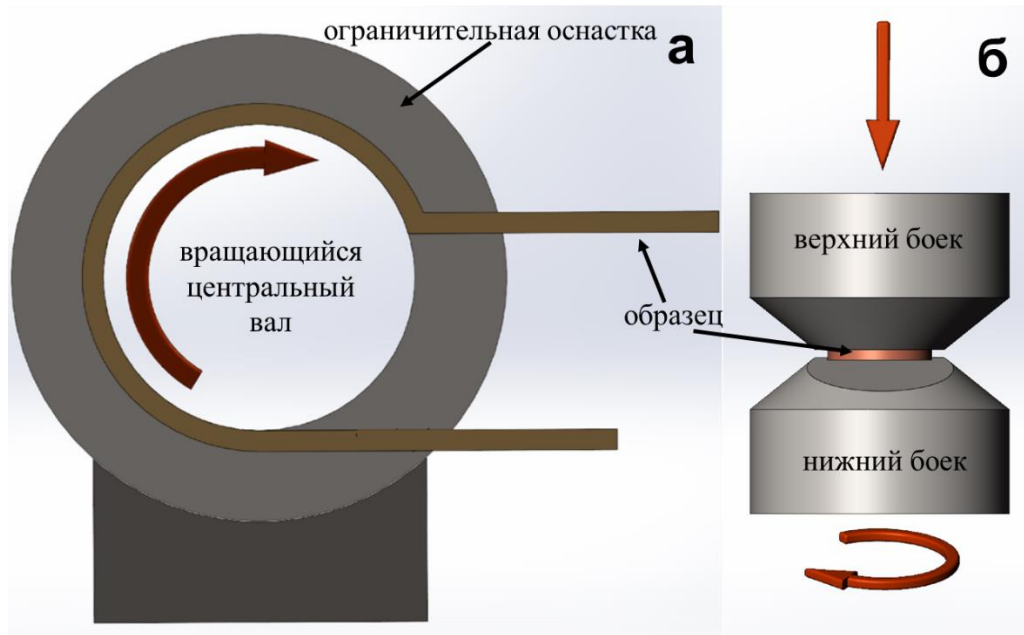


Рисунок 2.2 – Принципиальная схема РКУП-Конформ (а); принципиальная схема КВД (б) [79]

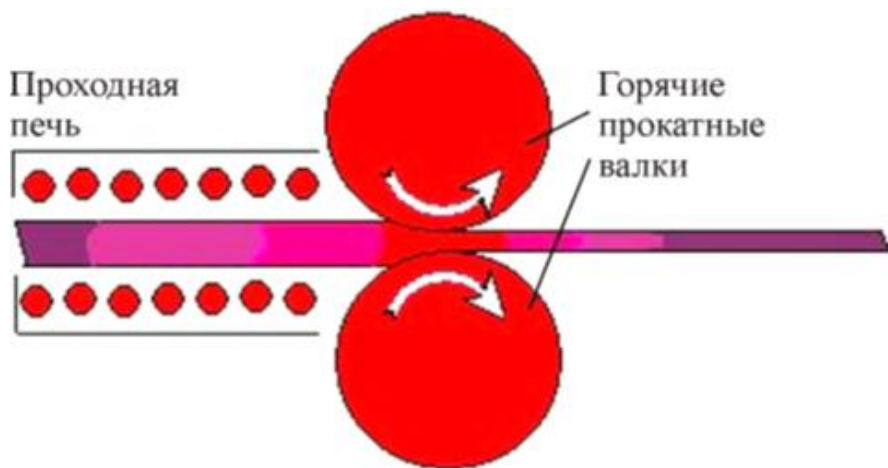


Рисунок 2.3 – Принципиальная схема изотермической прокатки [78]

2.3 Методы исследования микроструктуры

Исследование и анализ параметров микроструктуры проводили методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Для оценки фазового состава сплава использовали метод РСА.

С целью комплексного исследования структуры и характера разрушения материала образцов в результате испытаний проводили исследования с использованием растровых электронных микроскопов JEOL JSM-6490LV и TESCAN MIRA S6123.

Анализ химического состава сплавов осуществляли методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС) энергодисперсионным детектором рентгеновского излучения INCA X-Act. Для обработки изображений и количественных измерений применялось программное обеспечение ImageJ (версия 0.4.0.).

Подготовка образцов для металлографического анализа включала в себя вырезку темплетов, шлифовку, полировку и химическое травление.

Шлифовка образцов проводилась на абразивной бумаге с последовательным переходом от грубой P120 до мелкой шкурки P2500. Полировка шлифа композитного материала не проводилась, поскольку разная скорость обработки поверхности металла и армирующего волокна разная, полировка приводила к образованию ореола вокруг волокон. Полировку металлических шлифов проводили на войлоке и бархатном сукне с алмазной суспензией 1 мкм и суспензией оксида кремния 0,05 мкм соответственно с последующей промывкой на бархатном сукне с подачей воды.

Микроструктурный анализ так же проводился на микроскопе металлографическом CarlZeiss AxioObserverA1m, анализатор фрагментов микроструктуры твердых тел SIAMS 800. Шлифы для оптической микроскопии подготавливались аналогично образцам для исследований с помощью РЭМ.

Тонкую структуру изучали методом ПЭМ на микроскопе JEOL JEM0-2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ на специально подготовленных образцах (фольгах) диаметром 3 мм и толщиной около 150 мкм.

Фольги для изучения микроструктуры подвергали струйной электрополировке на оборудовании Struers Tenupol-5 с применением раствора, состоящего из 20 % азотной кислоты и 80 % метанола для алюминиевых сплавов, и с применением раствора, состоящего из 300 мл CH_3OH , 175 мл $\text{C}_4\text{H}_9\text{OH}$, 30 мл

HCl, для титанового сплава. Полирование осуществлялось при температуре раствора минус 30 °С и напряжении 25 кВ. Для получения статистически достоверных результатов исследовали не менее трех фольг на одно состояние.

Статистический анализ определения среднего размера зерен и частиц вторичных фаз осуществляли с помощью программы «GrainSize», для достоверных результатов измеряли не менее 300 зерен.

Рентгеновский фазовый и структурный анализ образцов исследуемых сплавов проводили на основе результатов съемок, выполненных на дифрактометре Bruker D2 Phaser с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения (напряжение и сила тока составили 30 кВ и 20 мА соответственно, излучение с длиной волны $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$). Значения параметра решетки (a), области когерентного рассеяния (d_{xrd}) и уровень упругих микроискажений кристаллической решетки ($\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$) вычислялись методом уточнения Ритвельда с использованием программы MAUD [80, 81]. Инструментальное уширение учитывали при помощи анализа съёмки эталонного образца Al_2O_3 . Для определения плотности дислокаций (ρ) в алюминиевых сплавах с гранецентрированной кубической решеткой применялось уравнение (2.1) [82]:

$$\rho = \frac{2\sqrt{2}(\varepsilon^2)^{1/2}}{d_{\text{xrd}} \cdot b}, \quad (2.1)$$

где $b = \sqrt{2} \cdot a / 2$, – вектор Бюргерса, $\text{\AA}$; $(\varepsilon^2)^{1/2}$ – уровень упругих микроискажений, %; d_{xrd} – размер областей когерентного рассеяния, нм.

Расчет плотности дислокаций (ρ) для титанового сплава с гексагональной плотноупакованной (ГПУ) решёткой проводился в соответствии с подходом [83], где рассматривается вклад дислокаций, характеризующихся разными векторами Бюргерса, которые раскладываются на a - и c -компоненты. Величина ρ определялась как [81].

$$\rho_a = \frac{K_a \varepsilon_a^2}{b_a^2} / \ln \frac{d_a}{2r_0}, \quad (2.2)$$

$$\rho_c = \frac{K_c \varepsilon_c^2}{b_c^2} / \ln \frac{d_c}{2r_0}, \quad (2.3)$$

где $K_a=52.1$, $K_c=26.1$, $r_0=1$ нм. Значения b_a and b_c , рассчитаны как $1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ и $[0001]$, соответственно. d_a/d_c и $\varepsilon_a/\varepsilon_c$ представляют собой размер областей когерентного рассеяния и микронапряжения, определённые для $\{10\bar{1}0\}$ и $\{11\bar{2}0\}$ кристаллографических плоскостей и для (0001) базисных плоскостей, соответственно. Для полнопрофильного анализа использовалось уточнение по Ритвельду экспериментальных данных с применением модели анизотропного уширения Рора [84], реализованной в программе Maud [81], в соответствии с подходом [85]. Поскольку плотность дислокаций с a -компонентой, как предполагается, существенно превосходит плотность дислокаций с c -компонентой, приведены только результаты для первых.

2.4 Методы определения механических, динамических и усталостных свойств

Статические испытания образцов на растяжение (Рисунок 2.4а) проводили на универсальной испытательной машине INSTRON модели 5982 с программным обеспечением Bluehill 3 в диапазоне скоростей ($\dot{\varepsilon}$) $10^{-2} - 5 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ для определения напряжения течения, относительного удлинения после разрыва, коэффициента скоростной чувствительности:

$$m = \frac{d \ln \sigma}{d \ln \dot{\varepsilon}}, \quad (2.4)$$

где σ – напряжение течения (МПа); $\dot{\varepsilon}$ – скорость деформации, с^{-1} .

Испытания на растяжение фольговых образцов (Рисунок 2.4б) исследуемых НС сплавов после изотермической прокатки проводили с кратковременным переключением скоростей деформирования, увеличивая скорость в 2 раза и возвращая ее на исходную позицию после стабилизации течения, для анализа изменения показателя чувствительности напряжений течения к изменению скорости деформации (m) [86].

Диапазон температуры механических испытаний и вид образца для механических испытаний исследуемых сплавов представлены в таблице 2.2 и на рисунке 2.4.

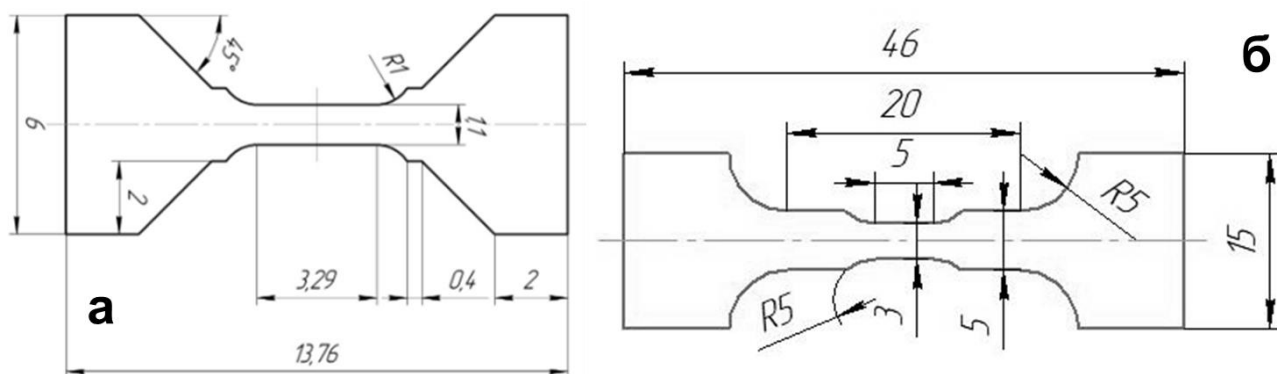


Рисунок 2.4 – Схема образцов для механических испытаний: после ИПД (а); после ИПД и последующей изотермической прокати (б)

Микротвердость по Виккерсу (HV) оценивали на приборе EMCO–TestDuraScan 50 под нагрузкой 1 Н в течении 15 сек.

Статические испытания на растяжение проводили при комнатной и повышенных температурах (Таблица 2.2).

Таблица 2.2 – Диапазон температуры механических испытаний образцов

Сплав	Температура (T), °C	Скорость, c^{-1}
1565ч системы Al-Mg-Mn		$10^{-2} - 5 \times 10^{-5}$
системы Al-Zn-Mg		$10^{-2} - 10^{-4}$
2024 системы Al-Cu-Mg		$10^{-3} - 10^{-4}$
BT6 системы Ti-Al-V		10^{-3}

Для оценки предела прочности на изгиб образцов с композитной структурой с продольным армированием и образцов из матричного материала проводили на трехточечный изгиб при комнатной температуре по ГОСТ 14019 «Материалы металлические. Метод испытания на изгиб» на испытательном оборудовании

Instron 5982 с программным обеспечением Bluehill 3. Образцы представляли собой пластины толщиной от 1 до 2 мм, шириной от 2 до 7 мм (Рисунок 2.5).



Рисунок 2.5 – Образец для испытаний на трехточечный изгиб

Испытание на ударный изгиб проводилось при комнатной температуре по ГОСТ 9454 «Метод испытаний на ударный изгиб при пониженных, комнатной и повышенных температурах» на маятниковом копре ТСМК-50 и копре с вертикально падающим грузом Instron CEAST 9350. Потенциальная энергия удара 50 Дж, скорость удара $4 \pm 0,25$ м/с.

По результатам испытаний на трехточечный изгиб (R_0) определен уровень напряжений для усталостных испытаний при комнатной температуре по ГОСТ 25.502-79 «Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость» в диапазоне от 300 до 650 МПа с шагом 50 МПа для композитной структуры Al-B и от 800 до 1500 МПа с шагом 100 МПа для композитной структуры Ti-B. Частота нагружения составляла 10 Гц, диаметр нагружающего пуансона 3 мм, расстояние между опорами 8 мм. Тип образцов гладкие плоские, без концентраторов. Испытания проводились до появления трещин, которые образуются в зоне максимальных напряжений – напротив нагружающей опоры.

Для обеспечения достоверности результатов в каждом эксперименте испытывалось не менее трех образцов.

2.5 Метод получения образцов композитной структуры методом твёрдофазного прессования

Для моделирования процесса методом конечных элементов в качестве входных данных необходимы истинные кривые «напряжения-деформации» для воспроизведения напряжений течения. Для кривых, записанных в режиме сверхпластичности, принято, что деформация до 100...150 % является равномерной согласно гипотезе единой кривой [87], что позволяет построить истинные диаграммы «напряжение-деформация» в условиях постоянных объемов.

Для моделирования процесса твёрдофазного уплотнения композитной структуры применялся пакет Deform (лицензия PC SFTS, ключ № 9190/Ufa, Россия). Используется инструмент без теплопередачи. Так как длина волокон значительно превышает их сечение и величину шага укладки, в работе рассматривалась деформация матричного материала как двумерная.

В силу симметрии образца матрица композитной структуры была разделена на ячейки – сетку с шагом 0,02 мм с продвижением переднего фронта для математического описания течения материала матрицы в межволоконное пространство. Для узлов, контактирующих с волокном, учитывались силы трения, пропорциональные нормальному давлению; коэффициент трения составлял для алюминиевого сплава – 0,35, для титанового сплава – 0,40. Соотношение между силой и перемещением для линейной статической задачи выражается как [88]:

$$Ku = f, \quad (2.5)$$

где K обозначает жесткость системы матрицы, u – смещение узлов, f – вектор силы.

В двумерном случае уравнение (1) выглядит в следующем виде [88]:

$$\begin{pmatrix} K_{11} & K_{12} \\ K_{21} & K_{22} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u_1 \\ u_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} f_1 \\ f_2 \end{pmatrix} \quad (2.6)$$

После решения для вектора узловых смещений и деформации в каждом конечном элементе рассчитаны по соотношению деформация – смещение, выраженному через узловые перемещения элемента, как:

$$\varepsilon_{el} = \beta u_{el} \quad (2.7)$$

Напряжения в элементе находятся из определяющих соотношений (закона деформирования) следующим образом:

$$\sigma_{el} = L\varepsilon_{el}, \quad (2.8)$$

где σ_{el} и ε_{el} напряжения и u_{el} – деформации в элементах, a – вектор перемещений, соответствующий узловым точкам элемента; β и L представляют собой матрицы связи деформаций с перемещениями и напряжений с деформациями соответственно.

Опытный образец с композитной структурой, армированной непрерывным борным волокном диаметром 140 мкм и $\sigma_b = 3100$ МПа, был изготовлен методом компактирования многослойной укладки по схеме фольга – волокно – фольга (Рисунок 2.6), где волокна укладывались в виде тканой сетки с редким переплетением тонкой проволокой. Поверхность листов предварительно шлифовалась для удаления окисленного слоя после изотермической прокатки.

Формировался многослойный пакет, содержащий пять-шесть слоев алюминиевой или титановой фольги толщиной 0,2 мм и четыре-пять слоя волокон. Объемная доля волокон в композитной структуре порядка 24-25 %.

Заготовка для композитной структуры размещалась в контейнер из нержавеющей стали с трубкой для откачки вакуума. Прессование проводилось в вакууме 10^{-4} мм рт. ст. при температуре 300 °С с постепенным повышением до 350 °С в конце процесса деформации для Al сплава 1565ч и при температуре 650 °С с постепенным повышением до 700 °С в конце процесса деформации для сплава ВТ6. Заполнение межволоконных зазоров происходило за счет пластического затекания НС матрицы в режиме сверхпластического течения. После выдержки при температуре под нагрузкой не менее 1 часа нагрузка снималась, охлаждение проводилось при комнатной температуре.

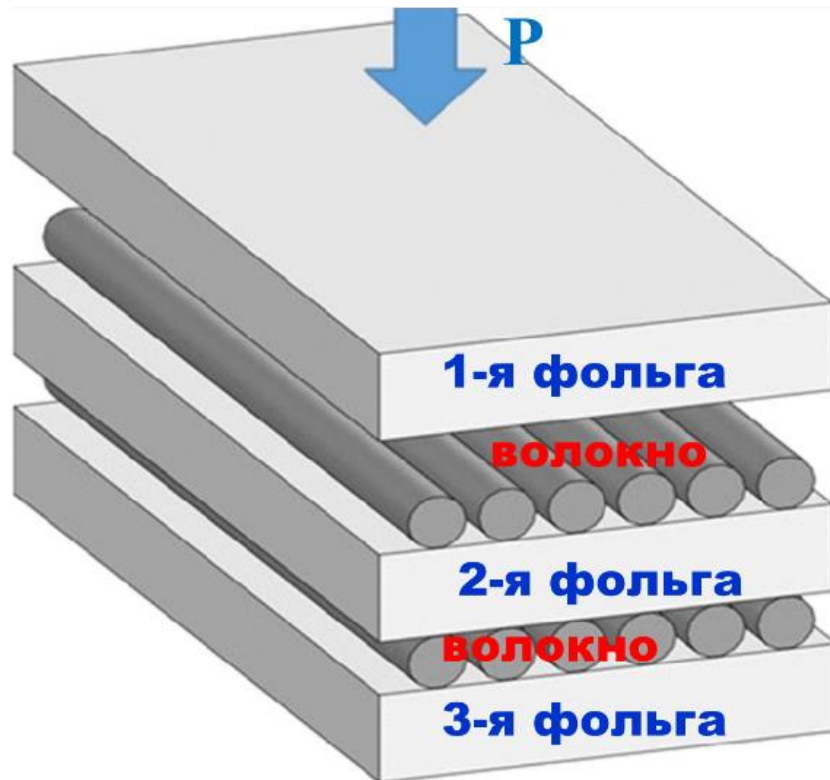


Рисунок 2.6 – Схема укладки для формирования многослойной композитной структуры [79]

ГЛАВА 3 ОСОБЕННОСТИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННОЙ АЛЮМИНИЕВОЙ ФОЛЬГИ ИЗ ТЕРМИЧЕСКИ НЕУПРОЧНЯЕМОГО СПЛАВА 1565ч СИСТЕМЫ Al-Mg-Mn

В третьей главе рассмотрены особенности формирования НС состояния в процессе термомеханической обработки, включающей интенсивную пластическую деформацию и последующую изотермическую прокатку, и его влияние на СП поведение при пониженных температурах и повышенных скоростях деформации в фольговом полуфабрикате сплава 1565ч системы Al-Mg-Mn, разработанного компанией Алкоа Россия в качестве СП материала.

Многокомпонентный сплав 1565ч на основе алюминия, в котором каждый легирующий элемент выполняет строго определённую функцию для достижения комплекса механических и коррозионных свойств. Основным упрочняющим элементом является магний, содержание которого находится в пределах 5,4–6,0 мас. % [75, 76]. Именно магний обеспечивает твердорастворное упрочнение, повышая как временное сопротивление, так и предел текучести. Марганец вводится в количестве 0,4–1,2 мас. % [75, 76]. Он присутствует в виде дисперсных частиц фазы Al_6Mn , которые повышают коррозионную стойкость и, после деформации, служат эффективным барьером для роста зерна. Наиболее интенсивный прирост прочностных характеристик наблюдается при содержании марганца от 0,2 до 1 % [75, 76]. Содержание цинка ограничено 0,45–1,0 мас. % . В этих пределах цинк остаётся в твёрдом растворе, не образуя отдельной фазы, и способствует дополнительному упрочнению. Цирконий присутствует в количестве около 0,09 мас. %, образует частицы фазы Al_3Zr , которые являются центрами кристаллизации алюминиевого твёрдого раствора, когерентны матрице и эффективно подавляют рекристаллизацию вплоть до температур 300 °C [75, 76]. Хром и титан относятся к модификаторам, вводимым для измельчения структуры, в составе сплава в малых количествах: Cr около 0,07–0,09 %, Ti около 0,04 % [75, 76].

Примеси кремния и железа неизбежны в промышленных алюминиевых сплавах. В сплаве 1565ч их суммарное содержание составляет около 0,3 %. Кремний образует частицы Mg_2Si , которые повышают прочность [75,76].

Такое сочетание легирующих элементов позволяет сплаву сохранять высокую коррозионную стойкость, технологичность при сварке и стабильность структуры вплоть до температур около 300 °С, что делает его пригодным для ответственных конструкций, включая криогенное применение.

Кристаллизация сплава 1565ч начинается с образования метастабильной фазы Al_3Zr и завершается эвтектическими превращениями с образованием фаз $Al_6(Mn,Fe)$ и Mg_2Si [75, 76].

3.1 Влияние интенсивной пластической деформации и изотермической прокатки на формирование наноструктурированного состояния сплава 1565ч в фольговом полуфабрикате

С целью формирования пересыщенного твердого раствора легирующих элементов образцы сплава 1565ч отжигали при 380 ± 5 °С в течение 1 часа с последующей закалкой в воде. Затем для достижения ультрамелкозернистой структуры заготовки сплава 1565ч подвергали шести проходам РКУП-Конформ по маршруту *Bc* при температуре 200 °С [78,79].

На первом этапе термомеханической обработки в ходе РКУП-Конформ исходная крупнозернистая (КЗ) структура преобразовывалась (рисунок 3.1) в однородную УМЗ структуру (Рисунок 3.2) [78,79].

После РКУП-Конформ в сплаве 1565ч средний размер зерен составил 180 ± 5 нм в поперечном сечении и 200 ± 5 нм в продольном сечении заготовки, а коэффициент вытянутости $K_f=1,3$. Границы зерен характеризуются преимущественно (до 80 %) большеугловой разориентировкой (БУГЗ).

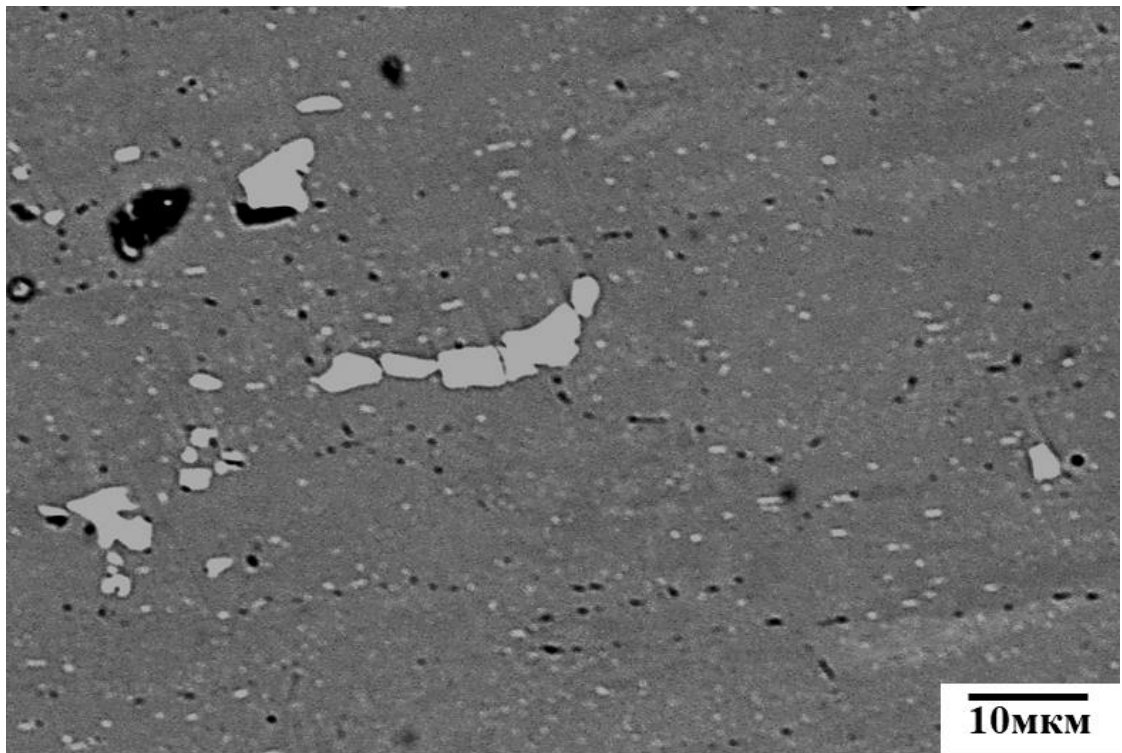


Рисунок 3.1 – Микроструктура в исходном состоянии (РЭМ) [78,79]

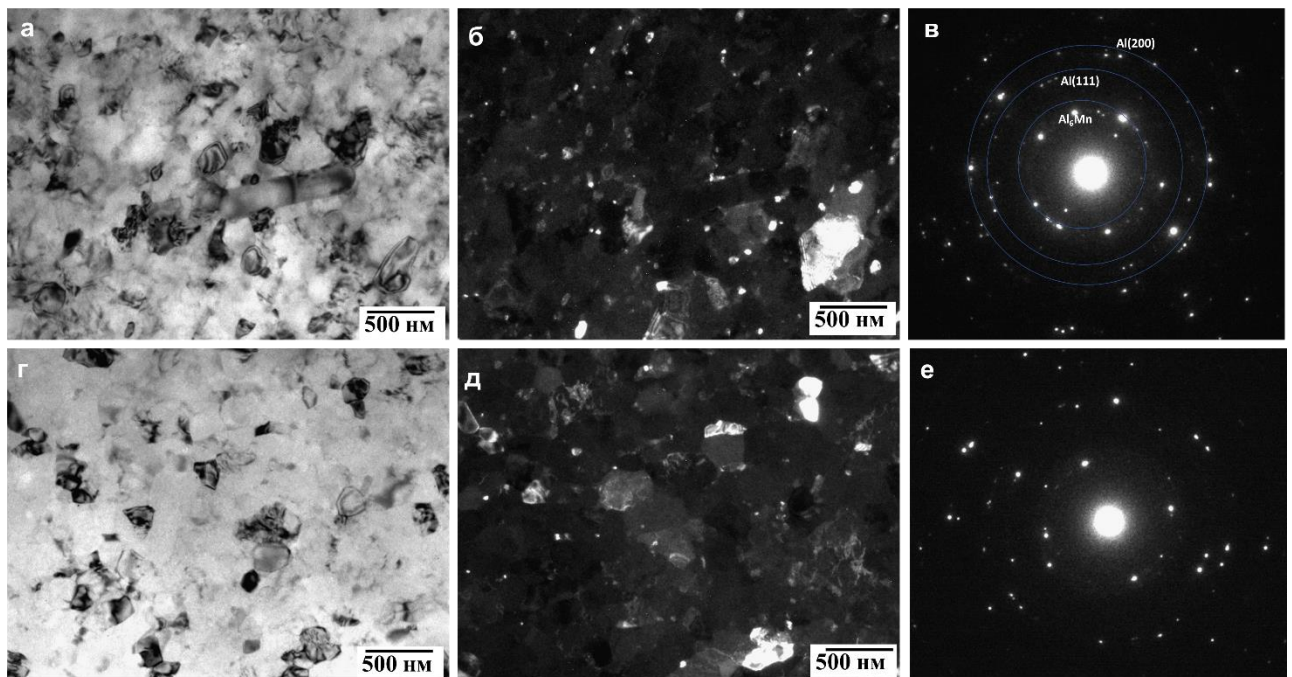


Рисунок 3.2 – Микроструктура после обработки РКУП-Конформ: светлое (а) и темное поле (б) с электронограммой (в) в продольном сечении заготовки; светлое (г) и темное поле (д) с электронограммой (е) в поперечном сечении заготовки, ПЭМ [78,79]

Внутри и по границам зерен наблюдаются многочисленные выделения частиц (Рисунок 3.2). Рентгеновские профили, полученные от образца сплава 1565ч в НС состоянии, представлены на рисунке 3.3. Индексирование пиков показало, что фазовый состав сплава в исходном состоянии описан наличием в структуре интерметаллидных частиц типа Mg_2Si и $Al_6Mn(Fe)$ [78], что хорошо согласуется с литературными данными о составе данного сплава, термообработанного при $T > 400\text{ }^{\circ}C$ [73, 75, 76, 78].

Результаты расчетов структурных параметров сплава 1565ч в исходном и НС состоянии показали, что параметр решетки сплава в состоянии до деформации ($a = 4.0785\text{ }\text{\AA}$) заметно превышает значение характерное для чистого Al ($a \sim 4.05\text{ }\text{\AA}$). Известно, что растворение в Al одного ат. % Mg приводит к увеличению параметра решетки на $0.0046\text{ }\text{\AA}$ [75, 78], таким образом, содержание Mg в твердом растворе до деформации ~ 6.2 ат. %, что соответствует концентрации Mg в сплаве (5.66 вес. % ~ 6.24 ат. %). ИПД приводит к заметному уменьшению параметра решетки в сплаве (с 4.0785 до $4.0760\text{ }\text{\AA}$), указывая на то, что некоторая доля Mg (~ 0.4 ат. %) покинула твердый раствор и образовала частицы β -фазы Al_3Mg_2 размером 10-30 нм [75, 78].

С целью получения фольгового полуфабриката с сохранением ультрамелкозернистой структуры применяли изотермическую прокатку при температуре $200\text{ }^{\circ}C$. В результате прокатки при $200\text{ }^{\circ}C$ сплава 1565ч после РКУП-Конформ получена однородная микроструктура с равноосными зернами с преимущественно БУГЗ (Рисунок 3.3). Размер зерен увеличился до 230 нм. Кроме того, теплая прокатка на малой скорости способствовала дополнительному преобразованию малоугловых границ в высокоугловые [64, 77, 78, 87].

Рентгенограмма сплава 1565ч с УМЗ структурой, сформированной в результате обработки РКУП-Конформ, демонстрирует дифракционные пики от частиц β -фазы Al_3Mg_2 (Рисунок 3.4а) [79], наличие которой отмечается и в других в сплавах Al–Mg с содержанием магния более 4 вес. %, например, в сплаве 1560 с УМЗ структурой, сформированной в результате РКУП в аналогичных температурных условиях [73].

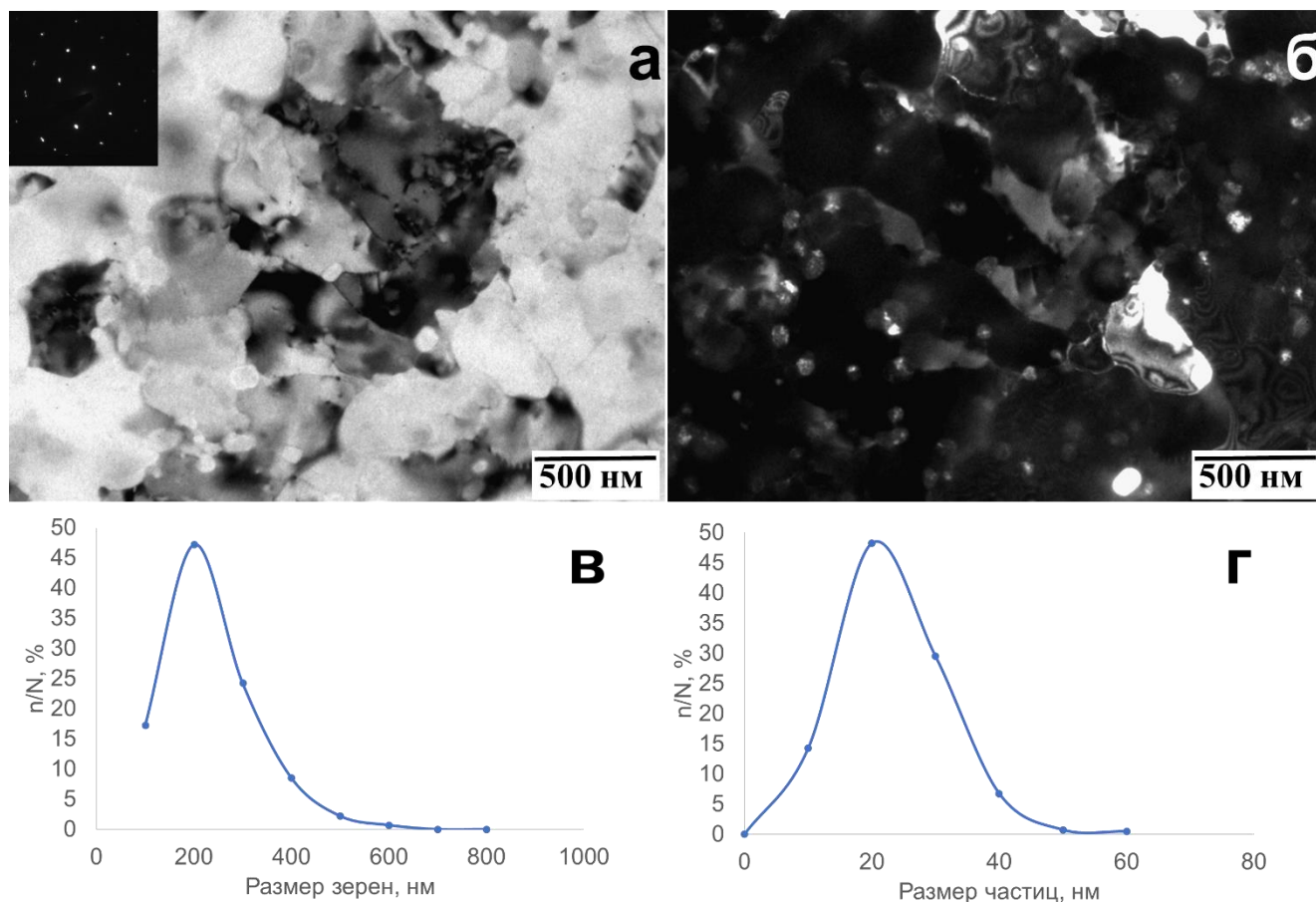


Рисунок 3.3 – Микроструктура сплава 1565ч в состоянии после обработки РКУП-Конформ + прокатка, светлое поле с электронограммой (а) и темное поле (б), ПЭМ, гистограмма распределения по размерам: зерен (в), частиц (г) [86]

РФА также установил, что прокатка при 200 °С НС сплава Al-Mg-Mn стимулирует дальнейшее выделение частиц β -фазы Al_3Mg_2 , о чем свидетельствует увеличение интенсивности соответствующих пиков (Рисунок 3.4а). Наблюдения за выделением β -фазы Al_3Mg_2 также согласуются с уменьшением параметров решетки по сравнению со значениями, достигнутыми после РКУП-Конформ (Таблица 3.1) [78,79]. Анализ пиков, соответствующих частицам фаз Al_6Mn и Mg_2Si , не показал каких-либо существенных изменений в результате прокатки.

В результате прокатки при 200 °С сплава 1565ч в НС состоянии установлено значительное перераспределение интенсивности среди рентгеновских пиков – интенсивность пиков Al (111) и (200) снижена в пользу рефлексов Al (220) (Рисунок 3.4б), что вызвано изменениями в кристаллографической текстуре в результате

низкотемпературной деформации, и затрудняет провести надежный количественный фазовый анализ из-за ориентационных соотношений между выделениями и матрицей [64, 78, 79].

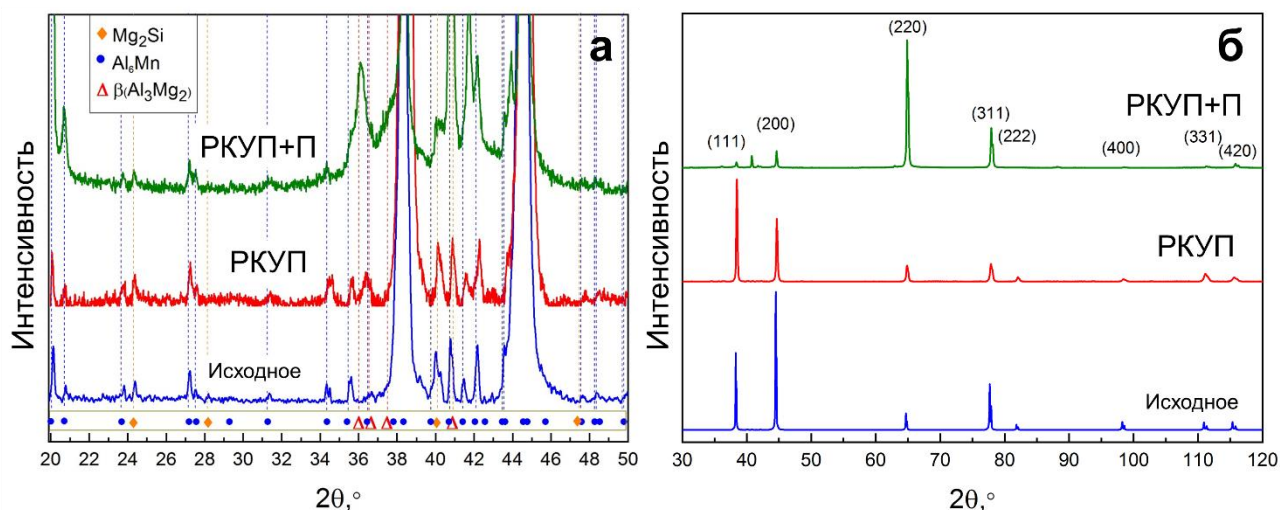


Рисунок 3.4 – Рентгенограммы, полученные РФА с образца сплава 1565ч: в исходном состоянии и НС состоянии после обработки РКУП-Конформ [64, 78, 79]

Прокатка при температуре 200 °С вызвала снижение плотности дислокаций (Таблица 3.1), уменьшилось размытие рефлексов и увеличилось количество четко-выявляемых БУГЗ.

Таблица 3.1 – Рентгенофазовый анализ сплава 1565ч [79]

Обработка	a (Å)	ρ ($\text{м}^{-2} \times 10^{13}$)
Исходное состояние	4.0785 ± 0.0003	-
РКУП-Конформ	4.0760 ± 0.0005	8.6 ± 0.7
РКУП-Конформ + прокатка	4.0706 ± 0.0003	1.3 ± 0.1

Можно предположить, что в процессе изотермической прокатки на низкой скорости проявил активность механизм зернограницного скольжения, альтернативный внутризеренному дислокационному скольжению, т.к. зернограницное скольжение обычно сопровождается поворотом зерен, в результате

которого увеличивается доля БУГЗ [64]. Возникает явление самоорганизации структуры материала, характерной для Al сплавов, – преобразования малоугловых ГЗ (МУГЗ) по механизму непрерывной геометрической рекристаллизации в высокоугловые, способные к зернограничному скольжению и необходимые для выполнения одного из условий реализации сверхпластичности [79]. Трансформация границ зерен связана с поглощением решеточных дислокаций границами зерен.

3.2 Влияние интенсивной пластической деформации и изотермической прокатки на механические свойства при комнатной и повышенных температурах наноструктурированного сплава 1565ч

В НС сплаве 1565ч после обработки методом РКУП-Конформ достигнуты значения условного предела текучести 400 ± 5 МПа, предела прочности 450 ± 5 МПа при относительном удлинении после разрыва $18 \pm 0.5\%$ при КТ (Рисунок 3.5). Микротвердость составила 158 ± 4 HV [78].

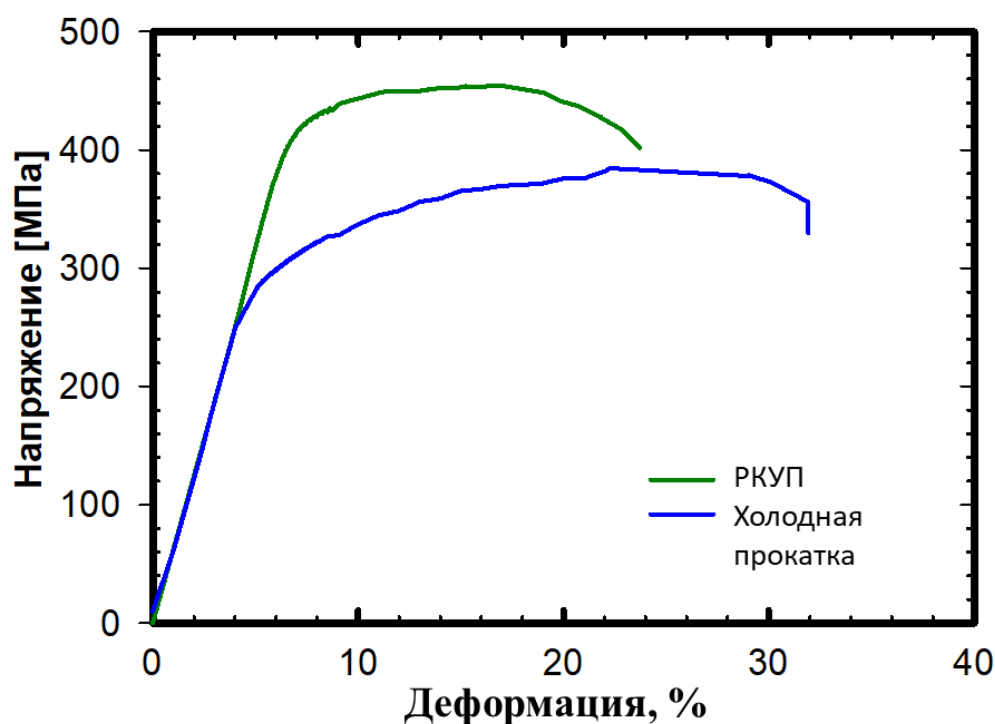


Рисунок 3.5 – Кривые растяжения сплава 1565ч при КТ [78]

Характеристики прочности сплава 1565ч в НС состоянии значительно превышают значения механической прочности сплава в состоянии после традиционной холодной прокатки: условный предел текучести 330 ± 3 МПа, предел прочности 380 ± 6 МПа при относительном удлинении после разрыва $16 \pm 0.2\%$ (Рисунок 3.5), 110 ± 2 HV [78].

Для анализа температурно-скоростного диапазона проявления высоких значений пластичности проведены механические испытания растяжением при температурах 250, 300, 350 и 400 °С, кривые растяжения представлены на рисунке 3.6.

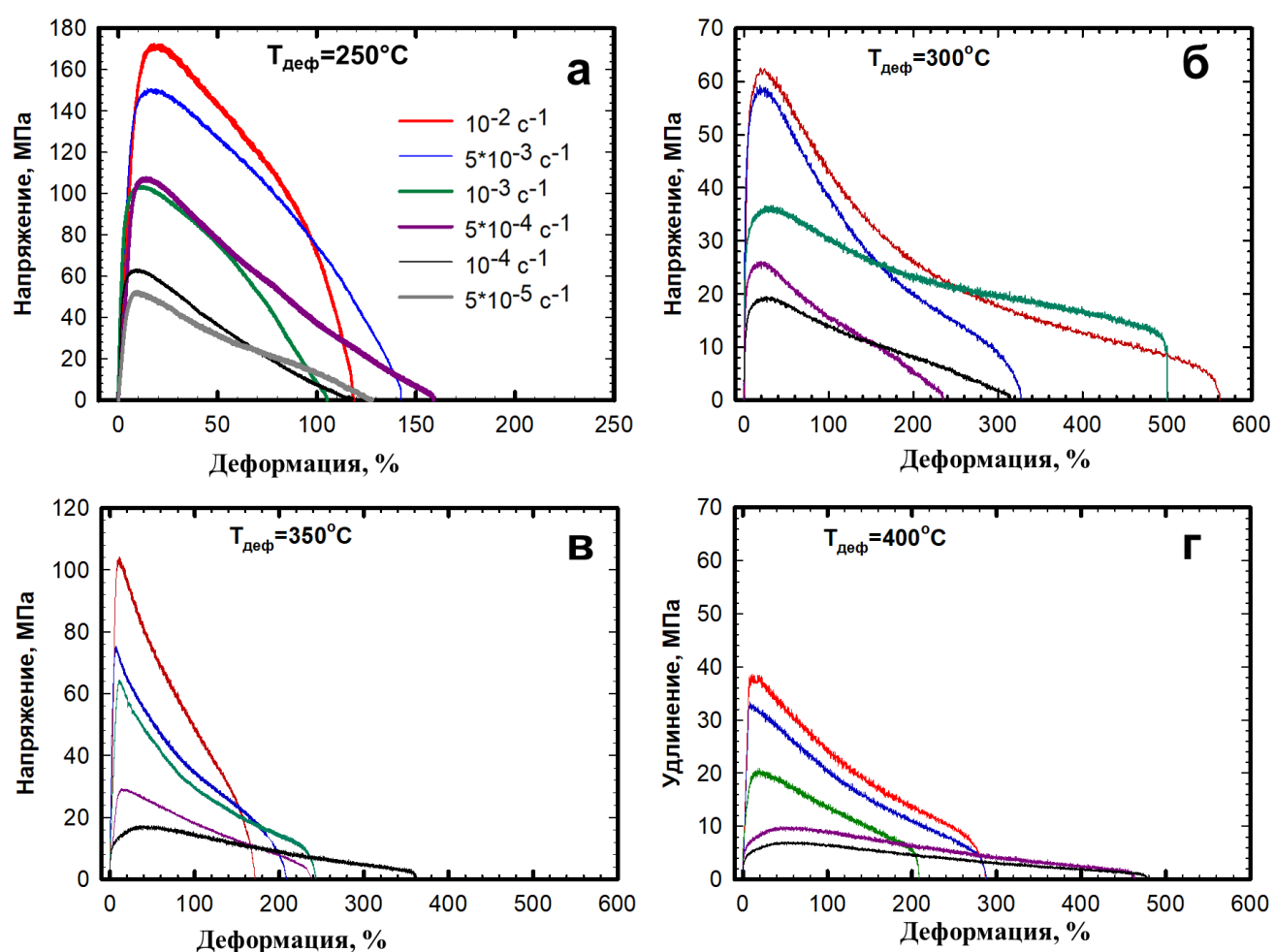


Рисунок 3.6 – Кривые растяжения НС сплава 1565ч после РКУП-Конформ после испытаний при температурах: 250 °С (а); 300 °С (б); 350 °С (в); 400 °С (г).

[78, 89]

В НС сплаве 1565ч с размером зерен 200 нм после РКУП-Конформ при температуре деформации 250 °С максимальный коэффициент скоростной чувствительности (m) находится в пределах 0,32-0,35 (Рисунок 3,7), удлинение не превышает 150 % [78, 89]. При этом, напряжения течения имеют очень высокие значения порядка 170 МПа. Повышение температуры деформации до 300 °С приводит к увеличению значения удлинения до 560 % при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} . Повышение температуры также сопровождается заметным снижением напряжения течения в 2,5 раза до 60 МПа, а параметр m повышает до 0,52 (Рисунок 3.7) [78, 89].

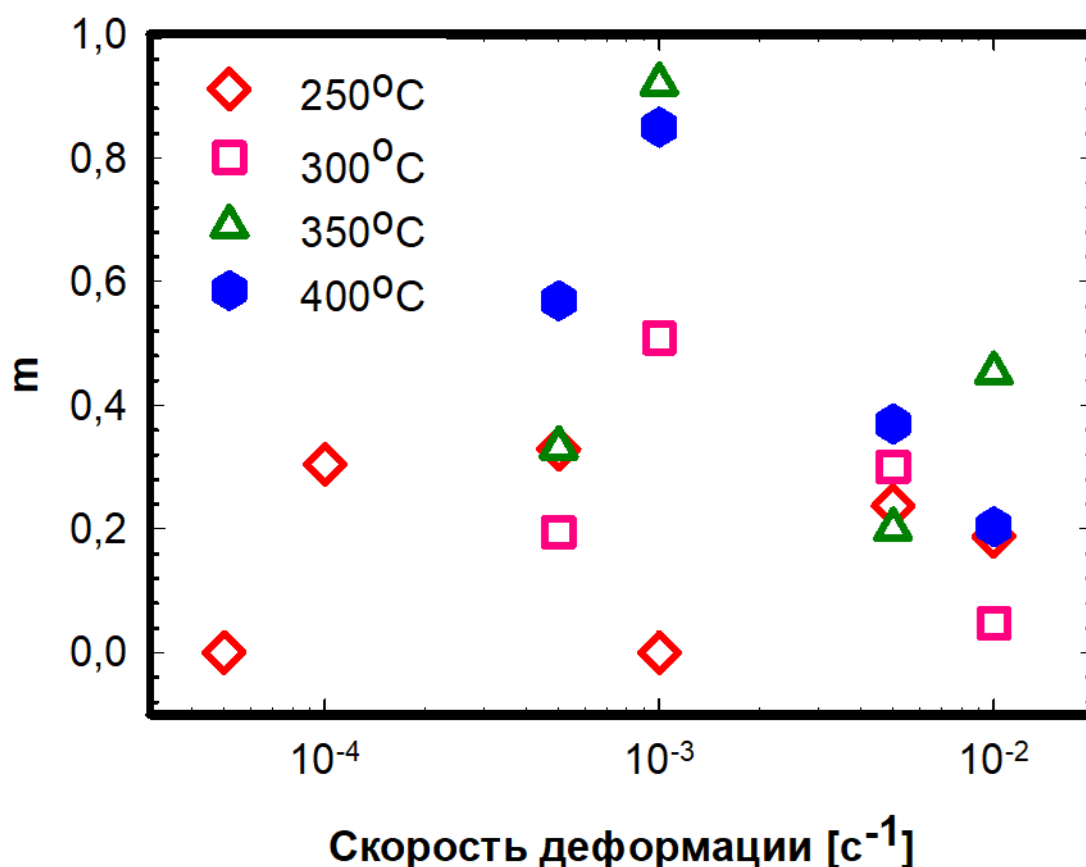


Рисунок 3.7 – Зависимость параметра m от скорости деформации НС сплава 1565ч после РКУП-Конформ при разных температурах деформации [78, 89]

Повышение температуры деформации до 350 °С сохраняет уровень пластичности 350 %, при этом максимальные напряжения течения выше.

Дальнейшее повышение температуры деформации до 400 °С приводит к снижению напряжений до 38 МПа и максимальной пластичности до 500 %.

В результате исследований механических свойств отобраны условия, при которых явно выражен эффект высокоскоростной СП: температура 300 °С и скорость 10^{-2} с^{-1} .

Для оценки влияния СП деформации на прочность сплава 1565ч в НС состоянии проведены испытания на растяжение при КТ на образцах, подвергнутых СП деформации при 300 °С и при 250 °С. НС сплав сохраняет прочность на уровне 400 ± 3 МПа и пластичность $17 \pm 0,3\%$ после обработки сплава в условиях СП (Рисунок 3.8).

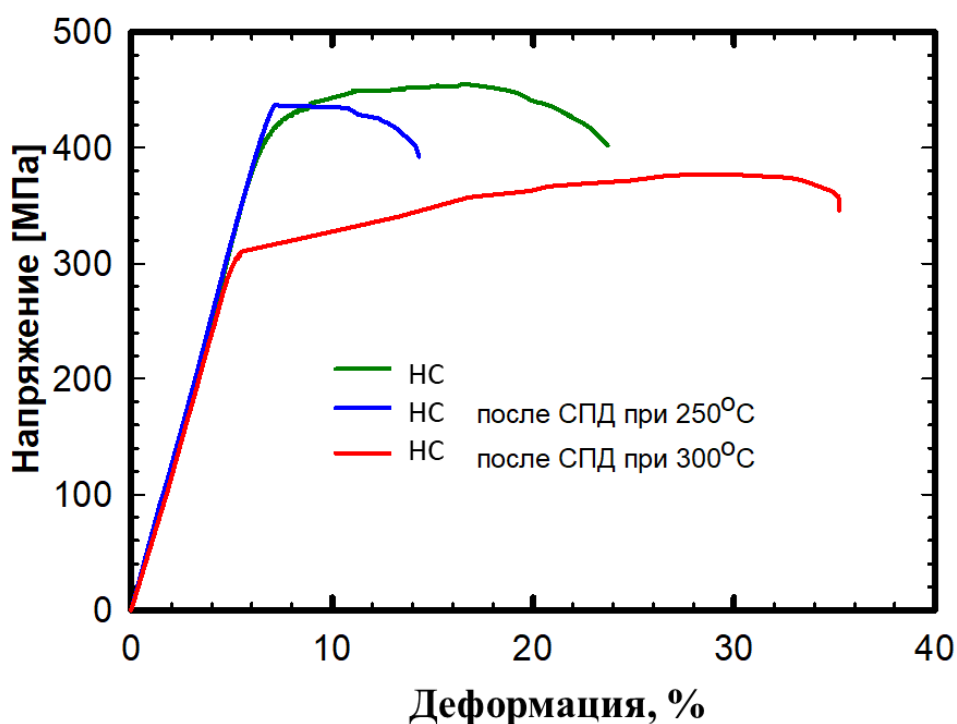


Рисунок 3.8 – Влияние СП деформации при температурах 250 и 300 °С на механические свойства при КТ. Кривые растяжения НС сплава 1565ч после РКУП-Конформ и последующей СП деформации [78, 89]

В тоже время известно, что реализация сверхпластичности в листовом полуфабрикате материале зависит от отношения размера деформируемого тела D к

размеру зерен d : при $D/d \leq 10$ [54, 55]. Сверхпластичность исчезает из-за невозможности протекания зернограницного скольжения, несмотря на сохранение требуемой мелкозернистой структуры, и температурно-скоростных условий [54, 55]. Поэтому важной задачей является оценить температурно-скоростные условия реализации СП в фольге толщиной не более 0,2 мм с размером зерен менее 1 мкм при температуре 300 °С, при которой реализуется СП в наноструктурированном сплаве 1565ч [64].

Испытания на растяжение НС сплава 1565ч после изотермической прокатки проводили при температуре 300 °С с кратковременным переключением скоростей деформирования, увеличивая скорость в 5 раз и возвращая ее на исходную позицию после стабилизации течения для анализа изменения показателя чувствительности напряжений течения к изменению скорости деформации (m) [79]. Образцы после изотермической прокатки сохранили характерные признаки сверхпластичности НС сплава 1565ч.

На рисунке 3.9 приведена кривая растяжения при температуре 300 °С с переключением скоростей деформации $\dot{\varepsilon}=10^{-2}-5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ НС сплава после прокатки. Следует отметить, что при скорости деформации $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ достигаются не только удлинения до разрушения 660 %, но и однородность течения материала [79].

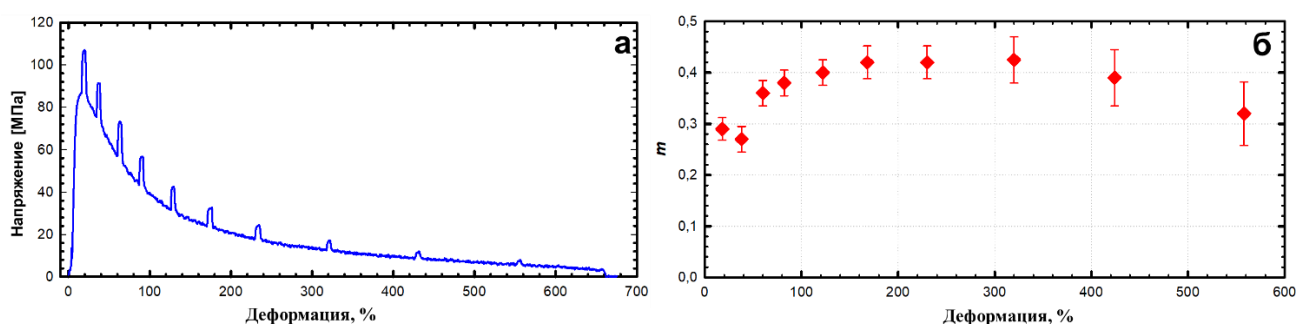
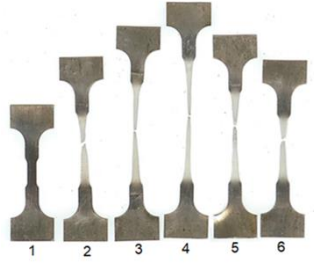


Рисунок 3.9 – Напряжение течения - удлинение (а) и изменение коэффициента скоростной чувствительности (б) в процессе испытания на растяжение при температуре 300 °С, $\dot{\varepsilon}=10^{-2} - 5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ НС сплава 1565ч после прокатки при 200 °С [86]

Максимальные напряжения течения в этом случае составили 86 МПа, а показатель скоростной чувствительности (m) вышел на уровень $m=0,42$ [86]. В таблице 3.2 приведены результаты механических испытаний с переключением скоростей НС сплава после изотермической прокатки. Снижение скорости деформации до 10^{-3} приводит к снижению напряжений, повышению m , но и к снижению δ , что противоречит традиционным представлениям о механизмах СП деформации [90].

Таблица 3.2 – Испытания на растяжение фольгового полуфабриката сплава 1565ч [86]

РКУП-Конформ + прокатка	$\dot{\epsilon}$, s^{-1}	$\sigma_{\text{макс}}$, МПа	$m_{\text{макс}}$	δ , %
	10^{-1}	160 ± 5	0.3	270 ± 3
	5×10^{-2}	136 ± 5	0.39	468 ± 5
	10^{-2}	86 ± 5	0.42	660 ± 5
	5×10^{-3}	64 ± 5	0.55	540 ± 5
	10^{-3}	36 ± 3	0.38	410 ± 3

Изменение параметра чувствительности напряжения течения (m) в зависимости от изменения скорости деформации при температуре 300°C , $\dot{\epsilon}=10^{-2} - 5 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ НС сплава 1565ч типична для СП Al сплавов. Постепенный подъем величины m на начальной стадии деформирования (до 150 %) связан с необходимостью преобразования в результате непрерывной геометрической рекристаллизации МУГЗ в БУГЗ, способных к зернограничному скольжению [64, 86].

Участие внутризеренного скольжения обуславливает значение $m \approx 0,3$. По мере развития деформации повышаются значения параметра скоростной чувствительности m , что связано с доминированием зернограничного скольжения, и начинают активно формироваться полосы длиной до 80 мкм (Рисунок 3.10) [64, 86]. СП течению соответствует участок стабильного значения параметра m . Снижение m на больших степенях деформации свидетельствует об усилении

участия внутризеренного скольжения, что связано с ростом зерен, уменьшением сечения образца и образованием пор (Рисунок 3.10б). Эти факторы нарушают условия развития полос в объеме образца, и материал больше не проявляет СП свойства [86].

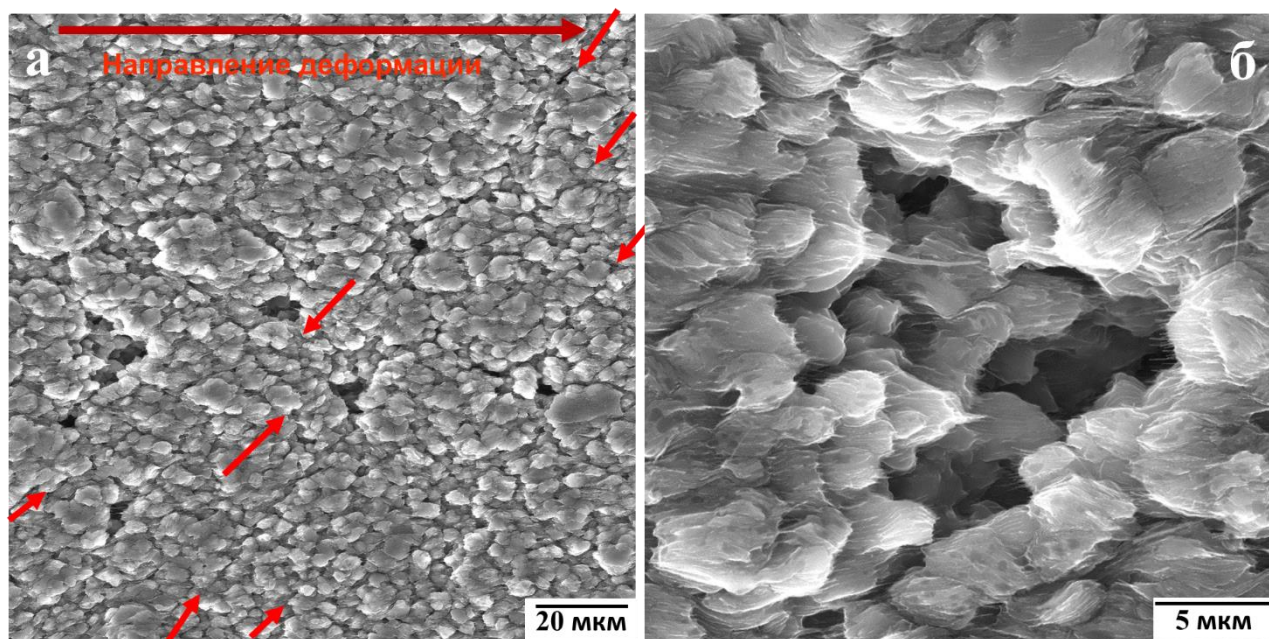


Рисунок 3.10 – Деформационный рельеф образцов на конечной стадии СП деформации при температуре 300 °С со скоростью. Полосы зернограницного скольжения (а), ограниченной порами (б) на конечной стадии деформации растяжением при температуре 300 °С, $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ с}^{-1}$ (а) [64, 86]

Фрагменты рельефа представляют собой блоки, состоящие из одного, но чаще, из нескольких зерен, разделенные на поверхности полосами зернограницного скольжения. На поверхности зерен присутствуют следы внутризеренного дислокационного скольжения. Форма блоков с заостренными углами говорит о прошедшем процессе аккомодационной поверхностной диффузии [64, 86].

3.3 Микроструктура сплава 1565ч после низкотемпературной сверхпластичности

Анализ тонкой микроструктуры установил, что в результате СП деформации при температурах 250 и 300 °С сохранилась однородная УМЗ структура с частицами фазы Al_3Mg_2 и фазы Al_6Mn с размером 10-30 нм по границам зерен (Рисунок 3.17) [64, 79].

Размер зерен в НС сплаве 1565ч в результате СП деформации растяжением до 300 % при температуре 250 °С и скорости деформации $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ увеличивается до 400-500 нм, а при температуре 300 °С с относительным удлинением 580 % и скорости деформации $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ увеличивается до 1 мкм.

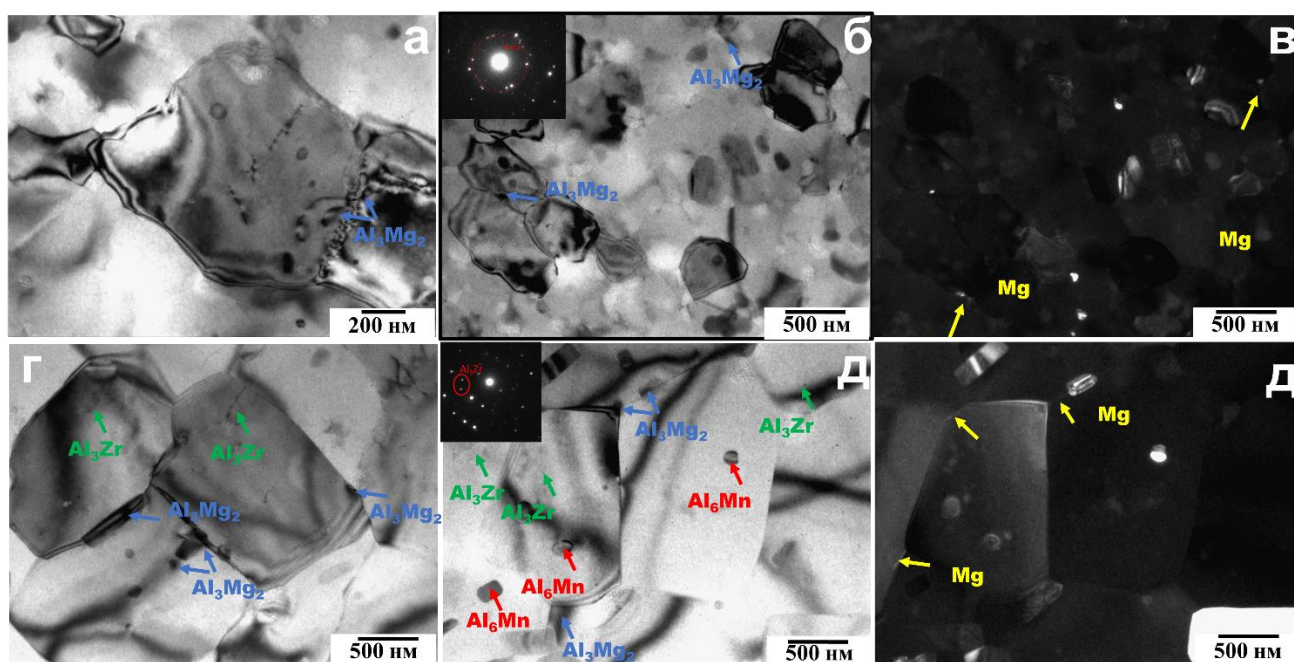


Рисунок 3.11 – Микроструктура НС сплава после 1565ч деформации: при 250 °С, $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (а-в); при 300 °С, $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, (г-е), ПЭМ с рабочей части образца после растяжения [79]

Одной из главных причин проявления высоких значений удлинений при пониженных температурах в фольговом материале является высокая однородность и стабильность УМЗ структуры сплава 1565ч, зерно с размером 230 нм облегчает

зернограничное скольжение [64] и аккомодацию дислокационного скольжения, поэтому СП наблюдается при более высоких скоростях деформации и более низких температурах. Дисперсные частицы фазы Al_3Mg_2 и Al_6Mn играют двойную роль в реализации эффекта СП. Находясь в теле зерен частицы фаз Al_3Mg_2 и Al_6Mn , размером от 10 и 30 нм, соответственно, ограничивают внутризеренное скольжение, оставляя приоритет за зернограничным проскальзыванием; выделяясь на границах зерен, частицы фазы Al_3Mg_2 ограничивают движение дислокаций и миграцию границы зерен, увеличивая время полной рекристаллизации, что сдерживает рост зерен [64].

Уникальная возможность НС фольги затекать в узкие зазоры между волокнами позволит существенно снизить температурно-силовые параметры получения образцов композитной структуры и тем самым улучшить их качество. Установив температурно-скоростные условия проявления СП в исследуемых заготовках НС сплава 1565ч, проведено компьютерное моделирование прессования в изотермических условиях образцов композитной структуры и осуществлён физический эксперимент.

3.4 Формирование армированной композитной структуры из наноструктурированной Al матрицы и непрерывных волокон бора

Получив реологические характеристики для режима СП в исследуемых заготовках НС сплава 1565ч, осуществили компьютерное моделирование прессования композитного материала при температурах 300, 350 и 400 °С, что позволило оценить напряженно-деформированное состояние и поведение матрицы на разных стадиях процесса. Принимая во внимание типичные деформации (гипотезу единой кривой), возникающие при изотермическом прессовании, использованы кривые растяжения с удлинением до 150 %, (Рисунок 3.12) [89].

По результатам исследований механического поведения в ходе моделирования методом конечных элементов исследовано напряженно-деформированное состояние композитной структуры: фольговая матрица из НС

сплава 1565ч, наполнитель – высокопрочное непрерывное волокно бора.

Величина размера зерен d с учетом влияния масштабного фактора зависит от толщины фольги t , при укладке волокон определяется как:

$$t = \frac{D\sqrt{\pi V_f}}{2} \left(\frac{1}{V_f} - 1 \right), \quad (3.1)$$

где D – диаметр волокна, V_f – объемное содержание волокон в композитной структуре.

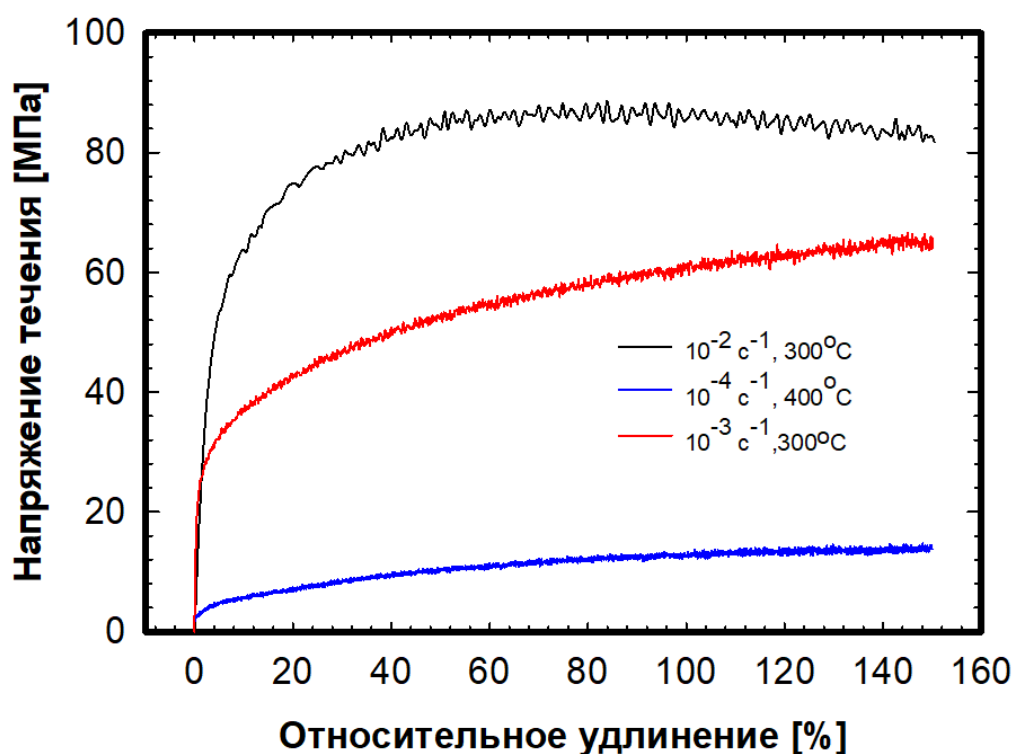


Рисунок 3.12 – Зависимость истинного напряжения течения от степени деформации при температуре 300 °C НС сплава 1565ч [89]

Для модели композитной структуры, армированной волокном диаметром 140 мкм и объемной долей V_f около 40 % (необходимое условие достижения высокой прочности согласно анализу литературы, представленному в первой главе) расстояние между волокнами задавалось 20 мкм [89]. При моделировании уплотнения композитной структуры в режиме СП скорость деформации поддерживалась постоянной. Для узлов, контактирующих с волокном, учитывались силы трения, пропорциональные нормальному давлению,

коэффициент трения (μ) составлял 0,35. Температуру принимали 300, 350 и 400 °С, скорость поперечного перемещения - 0,004 мм/сек [89].

В задачи прессования композитной структуры, кроме заполнения пустого пространства, входит создание прочной металлической связи матричных слоев в промежутках между волокнами за счет формирования наноразмерных продуктов реакции боридов на границе матрица-волокно. Моделирование показало, что наиболее интенсивная деформация происходит как раз у границы с волокном (Рисунок 3.13) [64, 89].

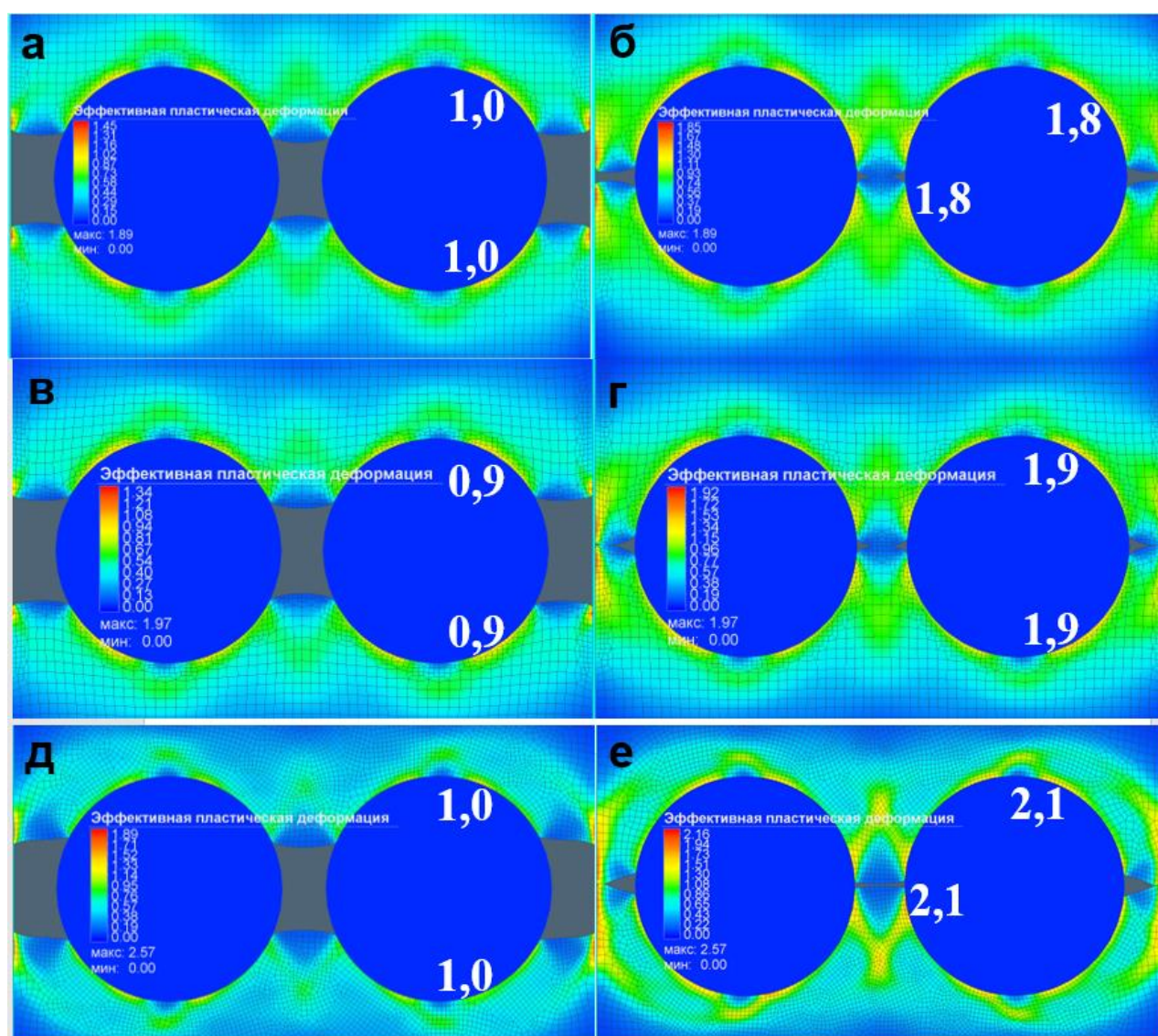


Рисунок 3.13 – Пластическая деформация на этапах прессования 50 и 95 % композитной структуры с матрицей из НС сплава 1565ч при температурах: 300 °С (а,б); 350 °С (в,г) и 400 °С (д,е)

При температуре 300°C в точке встречи потоков матрицы в пространстве между волокнами степень деформации на поверхности порядка 0,45, после первичного контакта интенсивность деформации в этой области возрастает до 0,98, что должно обеспечить образование металлической связи [89]. При этом с повышением температуры с 300 до 400 °C повышается значение эффективной деформации 1,85 до 2.16 (Рисунок 3.13д,е).

Для анализа реакций на соединяемых поверхностях важна не столько накопленная степень деформации, сколько локальная скорость деформации в области набегания одной поверхности на другую. Как показало моделирование скорость деформации в этой узкой области более чем на порядок превышает заданную скорость (Рисунок 3.14) [64, 89]. Здесь происходит первичное схватывание поверхностей, чему способствует вынос на поверхность избыточной энергии в виде деформационных дефектов. Активная область обегает контур волокна и переходит в точку соприкосновения встречных потоков материала матрицы. В этой зоне формируются зародыши боридов алюминия, ответственные за прочность межкомпонентной связи и деградацию волокон [64, 89]. Большинство высокопрочных в продольном направлении волокон оказываются уязвимыми со стороны поперечных нагрузок. Результаты моделирования показывают, что эквивалентные напряжения в волокне приобретают максимальное значение на стадии 50 % прессования, но в этом случае преобладает схема всестороннего сжатия, не угрожающая разрушением волокнам (Рисунок 3.15). Максимальные значения (до 250 МПа) эквивалентного напряжения в волокне зафиксированы при температуре 350 °C. При этом, испытания на сжатие борного волокна установило, что волокно способно выдержать до 400 МПа.

Наиболее опасная стадия – начало прессования, но на этой стадии напряжения ограничены благоприятными СП свойствами материала. На конечных стадиях прессования эквивалентные напряжения в волокнах снижаются [89].

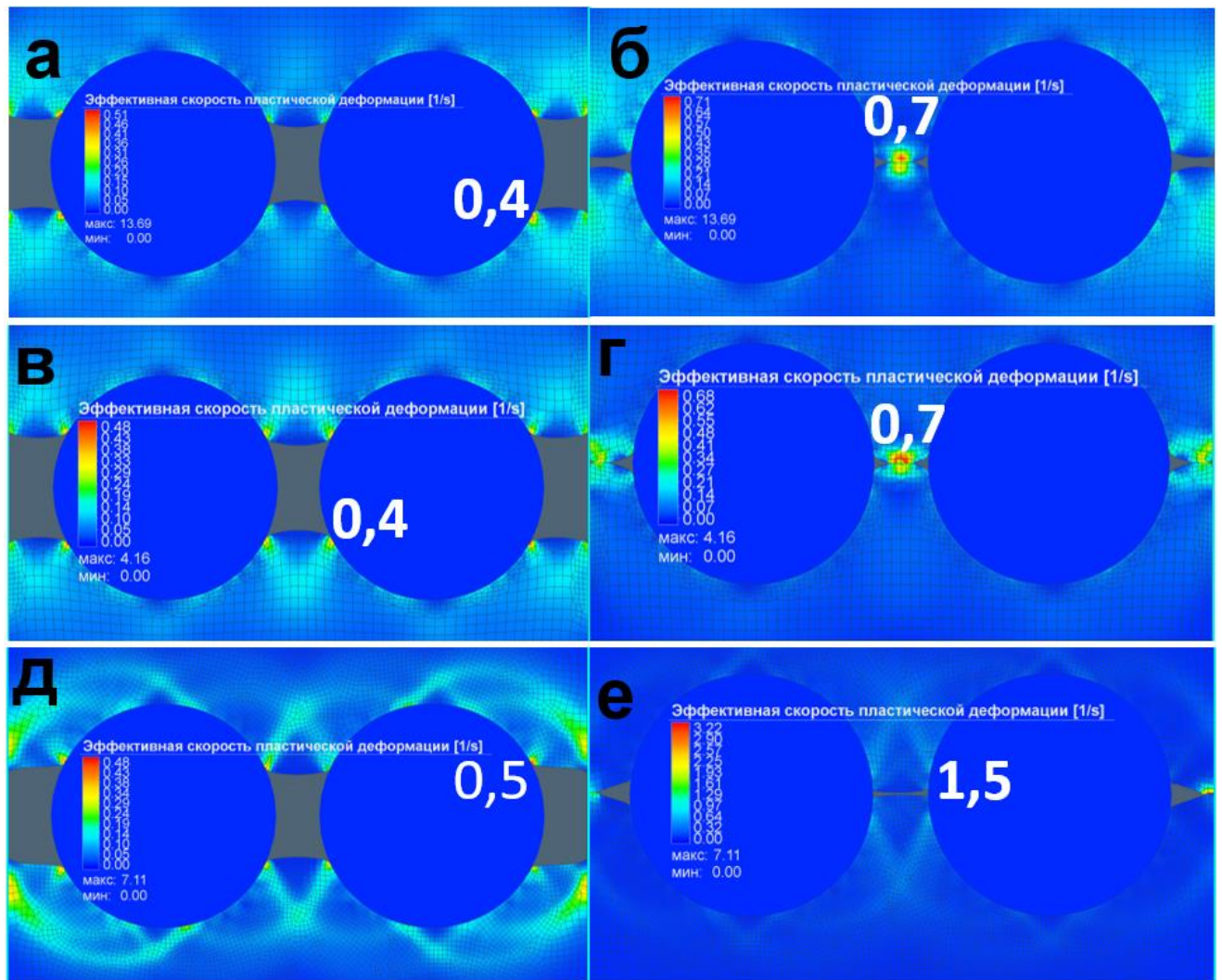


Рисунок 3.14 – Скорость пластической деформации на этапах прессования 50 и 90 % композитной структуры с НС матрицей при температуре 300 °C (а,б); 350 °C (в,г) и 400 °C (д,е)

Моделирование процесса прессования с матрицей из сплава 1565ч в мелкозернистом состоянии с размером зерен около 10 мкм представлено на рисунке 3.16, где наглядно видно, что материал течет в центральной части образца. На конечной стадии деформации наблюдается граница раздела между отдельными слоями – качественное соединение отсутствует. Значения эквивалентных напряжений и эффективной пластической деформации значительно выше даже при температуре 500 °C [89].

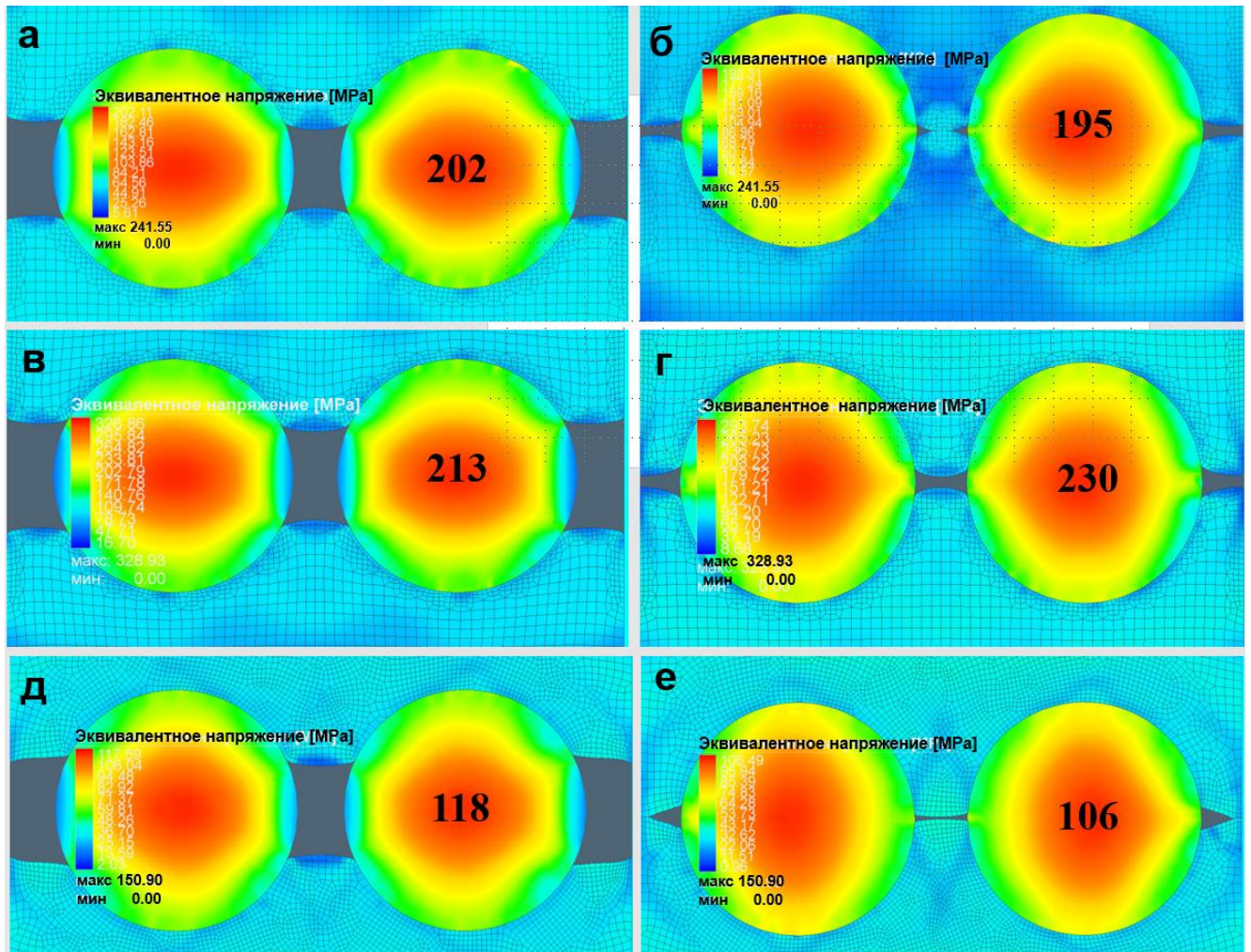


Рисунок 3.15 – Эквивалентные напряжения в высокопрочном волокне на этапах прессования 50 и 90 % композитной структуры с НС матрицей при температуре 300 °C (а,б); 350 °C (в,г) и 400 °C (д,е)

Моделирование позволило установить ряд практических параметров прессования композитной структуры. В процессе моделирования оценены эквивалентные напряжения, накопленная пластическая деформация и контактное давление. Учтены реологические характеристики (скорость, давление, температура) матричного сплава с учетом различных стадий прессования композиционного материала. Это дает возможность оценить напряженно-деформированное состояние матрицы в любой момент времени изготовления композиционного материала.

По результатам исследований выбран температурно-скоростной режим прессования композитной структуры 300 °C со скоростью деформации 10^{-2} с^{-1} с

постепенным повышением до 350 °С в конце процесса деформации для достижения 100 % металлической связи [91].

Далее изготовлен пилотный образец с композитной структурой с борным волокном и двумя разными матрицами из наноструктурированного и мелкозернистого сплава 1565ч (Рисунок 3.17, 3.18) на универсальной испытательной машине INSTRON 5982 с программным обеспечением Bluehill 3 в вакуумном контейнере при температуре 300 °С со скоростью деформации 10^{-2} с^{-1} для НС состояния и 500 °С со скоростью деформации 10^{-3} с^{-1} для мелкозернистой.

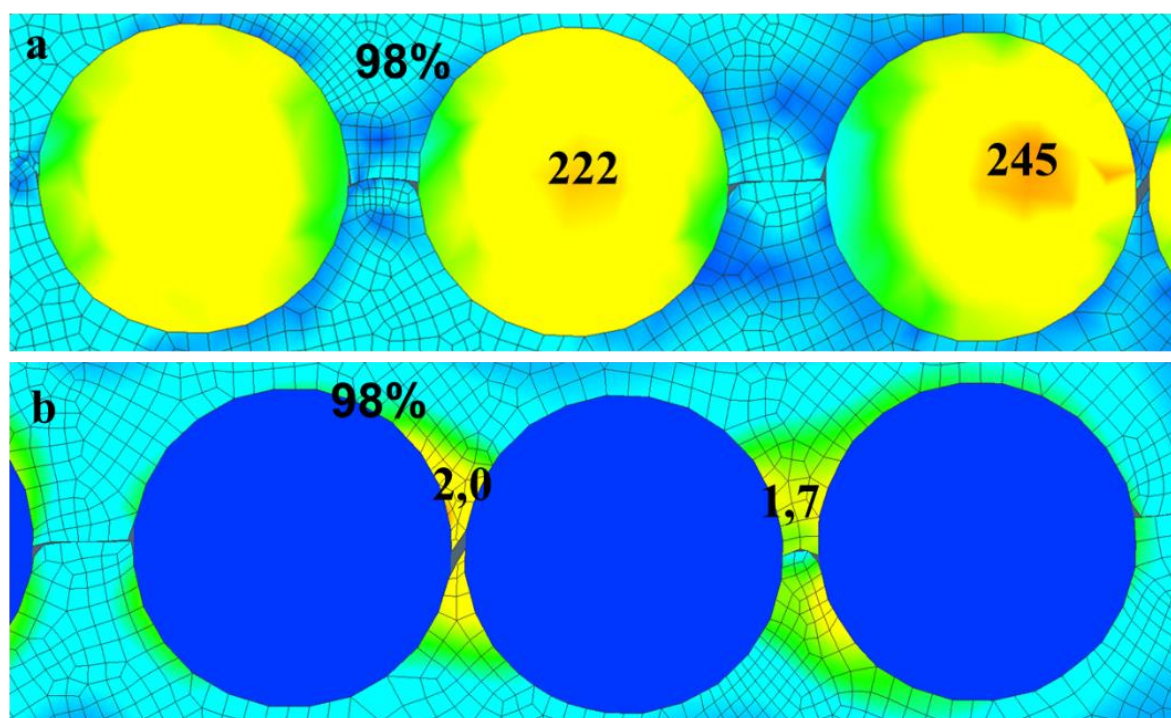


Рисунок 3.16 – Эквивалентные напряжения в высокопрочном волокне на финальной стадии прессования (а); эффективная пластическая деформация на финальной стадии прессования (б) композитной структурой с мелкозернистой матрицей при 500 °С [64]

В композитном материале, изготовленном при температуре 500 °С с использованием мелкозернистой матрицы (размер зёрен $>10 \text{ мкм}$), по всему объёму фиксируется однородная структура. На микрошлифах отчётливо

идентифицируется граница раздела между соседними слоями, а также визуализируются трещины в высокопрочном волокне (Рисунок 3.17).

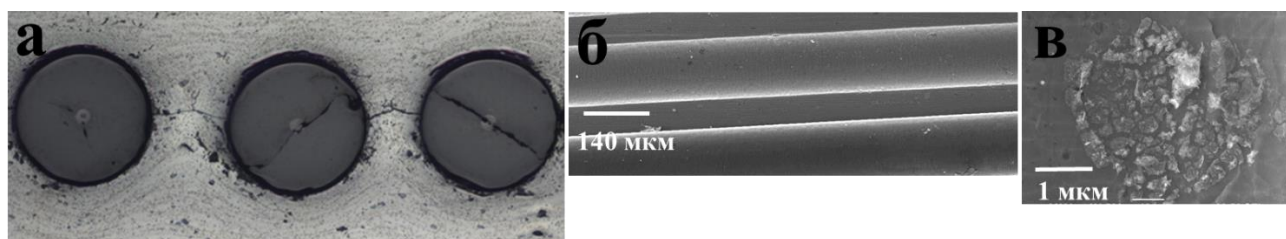


Рисунок 3.17 – Композитная структура с мелкозернистой матрицей (прессование при 500 °С): общий вид в поперечном направлении образца (а), волокна бора с боридами, извлечённые из композитной структуры (б,в) [64, 89]

При получении в образце композитной структуры с НС матрицы с размером зёрен менее 500 нм с применением эффекта сверхпластичности (СП) при температуре 300 °С однородность структуры сохраняется во всём объёме. Граница раздела между слоями металлографическими методами не выявляется; межволоконное пространство полностью заполнено матричным материалом, что однозначно указывает на формирование качественного сварного соединения (Рисунок 3.18).

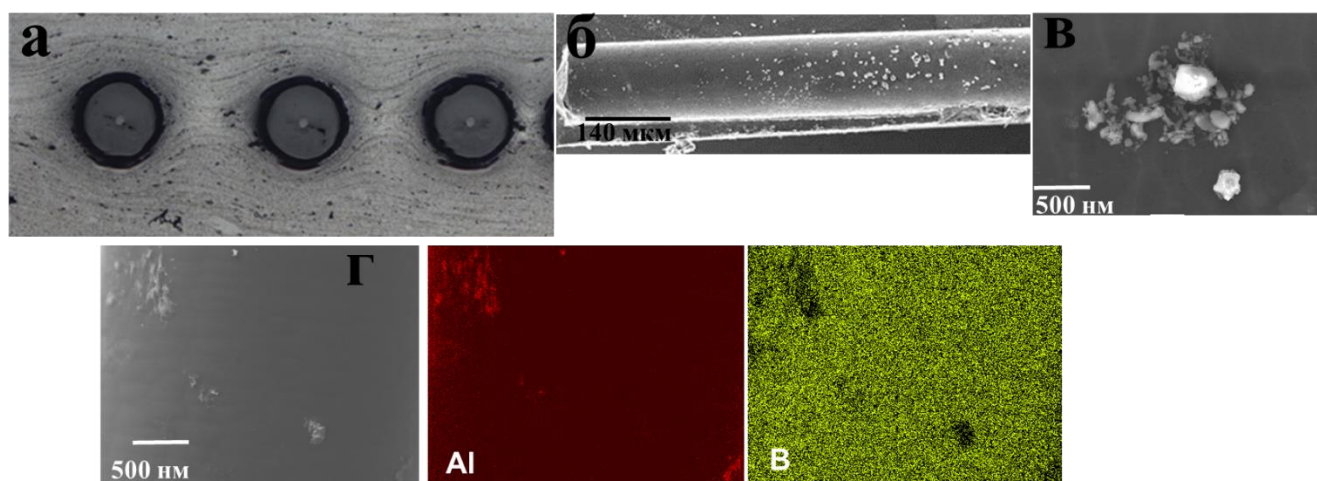


Рисунок 3.18 – Композитная структура с НС матрицей (прессование при 300 °С): общий вид в поперечном направлении образца (а), волокно (б) с боридами (в), извлеченные из композитной структуры, поэлементное картирование (г) [64, 89]

При прессовании образца с композитной структурой из НС сплава 1565ч в условиях СП локализация деформационного течения наблюдается в непосредственной близости от волокон, что способствует выравниванию характера течения материала. Заполнение межволоконных зазоров при этом осуществляется за счёт уширения выступа матрицы.

После анализа всех собранных данных установлено наиболее перспективное сочетание параметров для изготовления композитного материала: температура 300 °С, скорость деформации 10^{-2} с^{-1} с постепенным повышением до 350 °С в конце процесса деформации. Эти параметры обеспечивают минимальные значения пластического течения в условиях деформации, что благоприятно для оптимизации параметров моделирования с целью получения качественного бездефектного изделия. Минимально возможная температура прессования композитной структуры в режиме СП позволит сохранить УМЗ структуру основного металла, снизить или полностью устранить термическую деградацию волокон (потеря прочности) и одновременно повысить эксплуатационные свойства матрицы. Низкая температура также привлекательна с точки зрения требований энергосбережения.

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3

1. В результате отжига при температуре 380 °С с последующим охлаждением в воде, РКУП-Конформ при 200 °С и изотермической прокатки при 200 °С в фольговом полуфабрикате сформирована УМЗ структура с размером зерен 230 ± 5 нм и частицами вторых фаз размером 10-30 нм как в теле, так и по границам зерен в сплаве 1565ч. Рентгенофазовый анализ установил наличие пиков от частиц фаз Al_6Mn и Mg_2Si , а также от частиц β -фазы Al_3Mg_2 .

2. В полученном фольговом полуфабрикате толщиной 0,2 мм сплава 1565ч реализован эффект высокоскоростной низкотемпературной СП при температуре 300 °С, скорости деформации 10^{-2} с^{-1} . Значение напряжения течения составило 85 МПа, относительное удлинение достигло 660 %, параметр m составил 0,42 при

степени деформации 150-400 %.

3. После СП деформации при температуре 300 °С и скорости 10^{-2} с^{-1} в НС сплаве 1565ч сохранились значения предела прочности на уровне 400 МПа, значения пластичности превысили 30 %.

4. Установлено, что УМЗ структура с размером зерен 230 нм и наноразмерные частицы фаз Al_3Mg_2 и Al_6Mn размером до 30 нм по границам зерен сплава 1565ч в процессе деформации сдерживают укрупнение зерен за счет уменьшения их подвижности, что приводит к достижению высоких значений пластичности (свыше 600 %).

5. В результате компьютерного моделирования и физического эксперимента установлено, что режим высокоскоростной сверхпластичности при 300 °С обеспечивает однородное заполнение матричного материала между волокнами и соединение слоев фольги. Объемная доля волокон в композитном материале составила 24 %.

ГЛАВА 4 ОСОБЕННОСТИ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОМПОЗИТНОЙ СТРУКТУРЫ ИЗ ТИТАНОВОЙ ФОЛЬГИ ДВУХФАЗНОГО СПЛАВА ВТ6

В предыдущей главе продемонстрирована возможность реализации низкотемпературной СП в фольговом алюминиевом полуфабрикате при изготовлении образцов композитной структуры, армированной непрерывным борным волокном. Однако разработка перспективных авиационных двигателей требует применение титановых сплавов. В данной главе в том числе с применением компьютерного моделирования продемонстрирован этот технологический подход создания композитной структуры в условиях низкотемпературной СП на примере фольгового полуфабриката из титанового УМЗ сплава ВТ6. Фольговый полуфабрикат получен по ранее установленным режимам термомеханической обработки проф. В.В. Астаниным и проф О.А. Кайбышевым [67].

4.1 Формирование ультрамелкозернистой структуры в фольговом полуфабрикате сплава ВТ6

В фольговом полуфабрикате после термомеханической обработки, включающей всестороннюю ковку со сменой осей деформации заготовок в условиях постепенного охлаждения от 800 до 650 °С и последующую изотермическую прокатку при температуре 560 °С, структура сплава ВТ6 имеет смешанный характер (Рисунок 4.1) [88, 92]. Наряду с равноосными субмикронными зернами с высокоугловыми границами присутствуют субзерна (объемная доля 50 %). Средний размер зерна/субзерна составляет около 460 ± 10 нм (Рисунок 4.1 а,в) [88, 92]. Изотермическая прокатка при 560 °С привела к уменьшению размера структурных фрагментов (зерна/субзерна) до 160 ± 7 нм (Рисунок 4.1б,г) и улучшению однородности структуры, представляющей собой смесь субзерен и зерен с высокоугловыми границами. Высокая плотность дислокаций ($25 \times 10^{-14} \text{ м}^{-2}$) обеспечивает высокий уровень остаточных напряжений, о чем свидетельствует размытие отражений на дифракционной картине электронов

и значительное искажение фольги [88]. Выравнивание фольги и окончательное формирование структуры были достигнуты в результате отжига для снятия напряжений. Эта процедура может быть совмещена с предварительным нагревом заготовки перед прессованием, но важно определить ее режим.

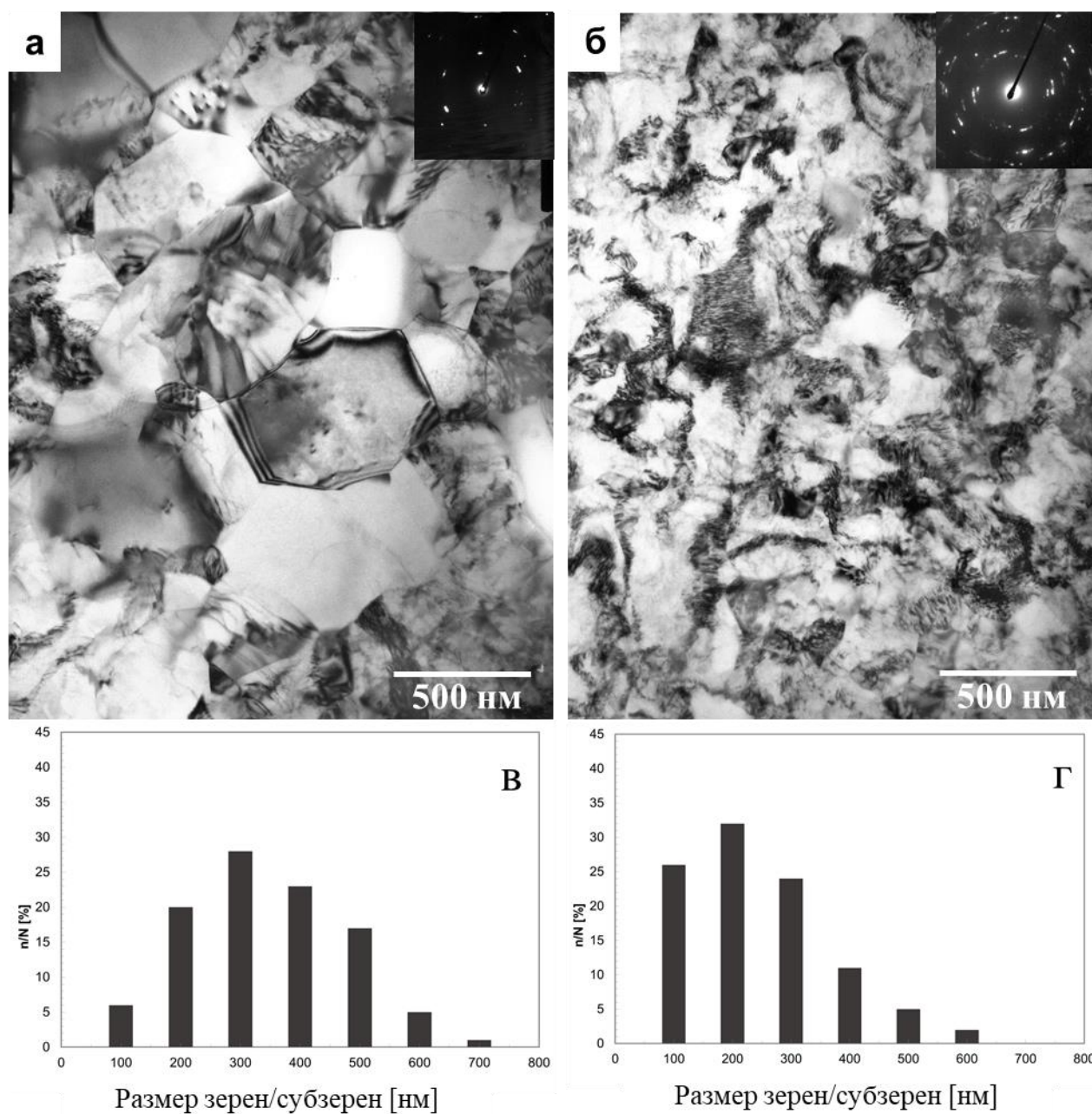


Рисунок 4.1 – Микроструктура и гистограмма распределения зерен по размерам сплава ВТ6 в состоянии послековки (а) и последующей прокатки (б), светлое поле с электронограммой, ПЭМ [88]

На рисунке 4.2а,в представлена микроструктура и гистограмма распределения зерен по размерам образцов после отжига для снятия напряжений при 650 °С в течение 15 минут.

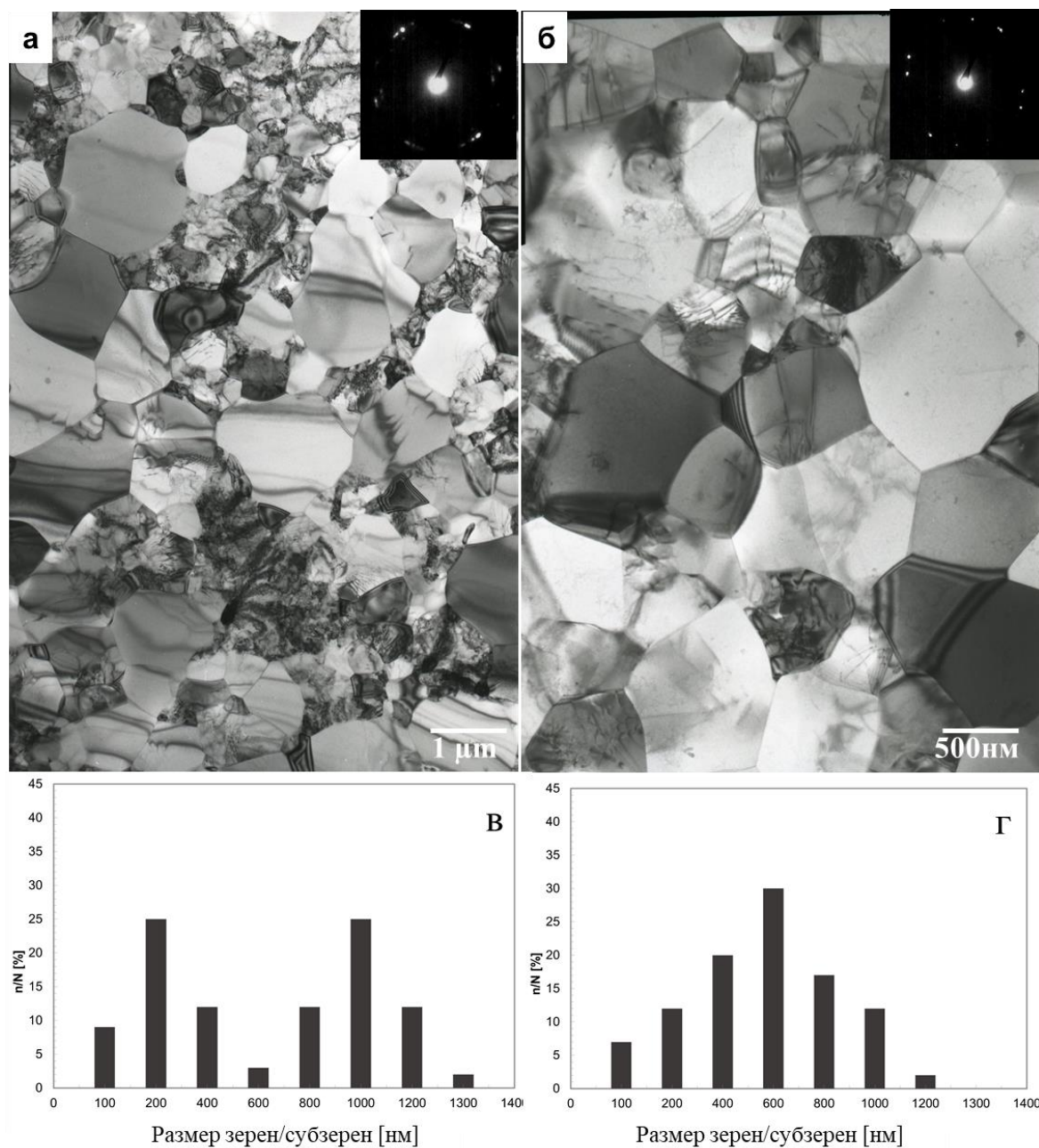


Рисунок 4.2 – Микроструктура и гистограмма распределения зерен по размерам сплава ВТ6 в состоянии послековки + последующей прокатки и отжига при 650 °С в течение: 15 минут (а,в); 40 минут (б,г), светлое поле с электронограммой, ПЭМ [88]

Появились рекристаллизованные зерна, но средний размер зерен остался 160 ± 10 нм. Судя по размытию рефлексов на дифракционной картине и характерным контурам экстинкции, уровень напряжений снижается, но остается высоким. С увеличением времени отжига до 30 минут на границах зерен появился полосчатый контраст, указывающий на возврат структуры, наблюдается слабый рост зерен до 200 ± 10 нм (Рисунок 4.2б,г) [88].

Контур экстинкции практически исчезли, а рефлексы на дифракционной картине стали более четкими, что свидетельствует о релаксации остаточных напряжений. Таким образом, в результате отжига при 650°C в течение 40 минут происходит возврат структуры без значительного роста зерен, но в практических целях предпочтительнее остановиться на бимодальной структуре после 10-15 минут выдержки. Бимодальная структура способна к дальнейшим преобразованиям в процессе деформации [88].

4.2 Температурно-скоростные условия проявления низкотемпературной сверхпластичности сплава ВТ6 с ультрамелкозернистой структурой

Для установления температурно-скоростных условий реализации низкотемпературной сверхпластичности листового полуфабриката толщиной 0,2 мм УМЗ сплава ВТ6 проведены испытания на растяжение с переключением скоростей при температурах 600 и 650°C . На рисунке 4.3а представлены кривые растяжения с максимальной пластичностью, полученные в результате испытаний на растяжение с переключением скоростей: при температуре 600°C значения параметра скоростной чувствительности m составили 0,4, $\delta = 560\%$, $\sigma = 125$ МПа; при температуре 600°C значения $m = 0,38$, $\delta = 415\%$, $\sigma = 110$ МПа [88]. Подобные результаты были получены в работе [93].

На основе результатов испытаний определены температурно-скоростные условия СП для данного УМЗ сплава ВТ6, оценены значения максимальных напряжений, которые могут проявляться на начальной стадии прессования композитной структуры. Для получения композитной структуры температура

выбрана 650 °С, чтобы уменьшить деформационные напряжения и получить соответствующие параметры деформации для выбранного диапазона скоростей деформации.

На обеих кривых растяжения (Рисунок 4.3б) значение показателя m постепенно увеличивается с ростом деформации и снижается после достижения максимального значения [88, 90]. В рамках известной модели СП такое поведение объясняется развитием полос кооперативного скольжения границ зерен на начальной стадии деформации и истощением их ресурса по мере приближения к конечной стадии [88]. Причины истощения ресурсов могут быть различными для разных материалов: порообразование, вращение зерен в «неудобное» положение, рост зерен в процессе деформации. Анализ кривых показал, что фактическое течение материала в состоянии СП при 650 °С начинается при меньших деформациях и продолжается дольше, чем при 600 °С [88]. Свойства образцов, вырезанных вдоль и поперек направления прокатки, различались менее чем на 10 %. Другими словами, в условиях низкотемпературной СП свойства материала изотропны, что очень важно для его практического применения.

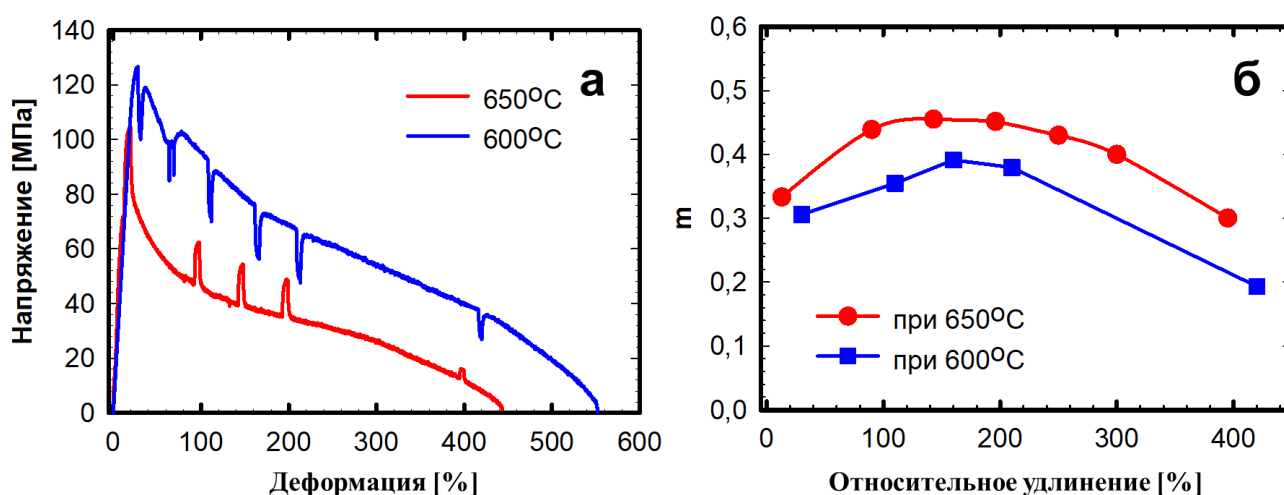


Рисунок 4.3 – Кривые растяжения сплава ВТ6 с ультрамелкозернистой структурой, полученные при деформации с переключением скоростей при температуре 600, $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \leftrightarrow 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и 650 °С, $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \leftrightarrow 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ [88]

Рентгеновские профили прокатанного, отожженного состояний и состояния после низкотемпературной СП представлены на рисунке 4.4. На рисунке 4.4.а показано, что состояние материала после прокатки характеризуется более расширенными пиками. Это можно объяснить сильно деформированной структурой (высокой плотности дислокаций), что согласуется с данными, представленными на рисунке 4.1б. Отжиг для снятия напряжений привел к заметному уменьшению ширины пиков и разделению компонентов $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$ в результате рекристаллизации [88]. СП деформация повлекла за собой незначительное, но видимое сужение пиков, выраженное в дальнейшем разделении пиковых компонентов $K\alpha_1$ и $K\alpha_2$ по сравнению с отожженным состоянием. Следует отметить, что происходит заметное изменение кристаллографической текстуры, как это косвенно видно из рисунка 4.4б по относительным изменениям интенсивности пиков.

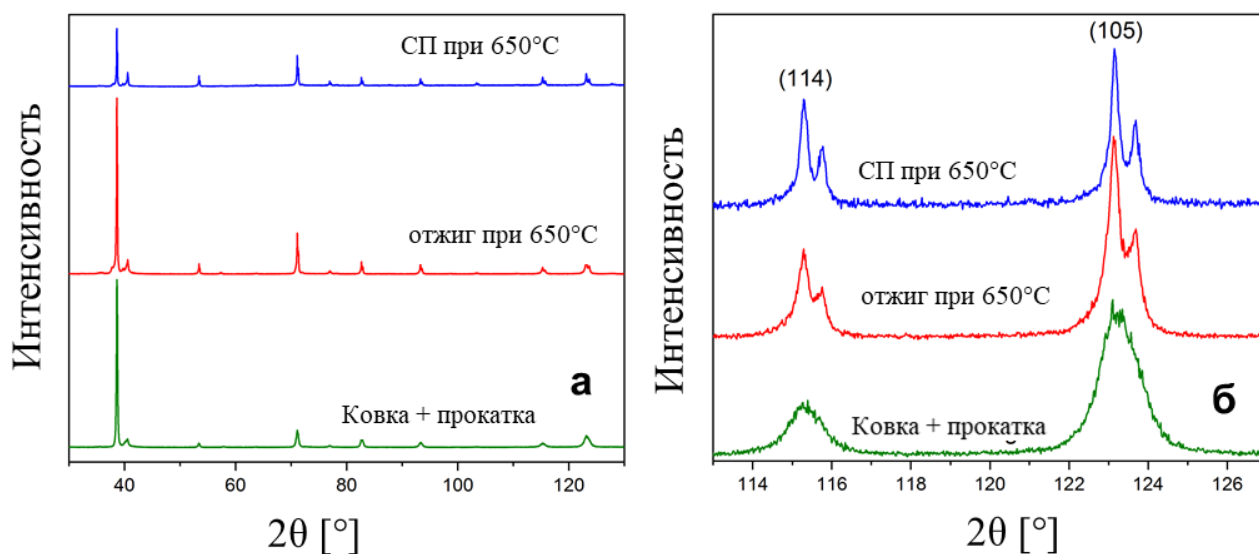


Рисунок 4.4 – Рентгеновские профили при больших углах дифракции, показывающие различное уширение пиков, соответствующих состояниям после прокатки, отжига и низкотемпературной СП: линии полного профиля (а), увеличенное изображение (б) [88]

Количественный рентгеноструктурный анализ показал, что после прокатки плотность дислокаций достигает $2.5 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$, отжиг снижает ее до значений 4.9×10^{14}

м^{-2} , СП деформация приводит к снижению плотности дислокаций до $0.6 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$ [88]. Это согласуется с результатами [93], в которых сообщалось о заметном уменьшении ρ , сопровождающемся эффектом динамического роста зерен.

Таблица 4.1 – Рентгеноструктурный анализ УМЗ сплава ВТ6 [91]

состояние	УМЗ	УМЗ + отжиг	УМЗ + СП
d_a (нм)	28 ± 3	110 ± 9	201 ± 14
микронапряжения	$0.0011 \pm 1.3 \times 10^{-4}$	$6.0 \times 10^{-4} \pm 2.3 \times 10^{-4}$	$1.3 \times 10^{-4} \pm 4.3 \times 10^{-5}$
$\rho (\text{м}^{-2}) \times 10^{-14}$	25.0	4.9	0.6

Важной задачей является исследование влияния низкотемпературной СП при температуре 650°C на эволюцию структуры (Рисунок 4.5). В результате деформации в условиях низкотемпературной СП наблюдается некоторый рост зерен, а процессы эволюции структуры ускоряются по сравнению со статическим отжигом (Рисунок 4.2). Размер зерен после деформации при 650°C и скорости деформации $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ достигает 400 нм, а при $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ - 500 нм, при этом формируется более однородная структура, чем после отжига с преобладающей долей БУГз [88]. Заметная плотность дислокаций сохраняется в теле зерна, особенно после обработки с более высокой скоростью деформации. Дислокации часто связаны с границами зерен, что является структурной особенностью действующих механизмов СП: скольжения по границам зерен и внутризеренного скольжения дислокаций.

Зерна остаются равноосными, рефлексy на электронограмме четкие, контуры экстинкции становятся размытыми, а местами исчезают. Таким образом, данный вид деформации не приводит к возникновению высокого уровня внутренних напряжений. В то же время наличие дислокаций в более или менее совершенных зернах указывает на возникновение динамической рекристаллизации в сплаве при этой температуре [93]. Необходимо отметить роль β -фазы размером до 100 нм в УМЗ структуре с размером зерен 160 нм после термомеханической обработки, включающей всестороннюю ковку и последующую изотермическую прокатку в условиях низкотемпературной сверхпластичности в фольговом полуфабрикате из

сплава ВТ6. Остаточная наноразмерная β -фаза размером до 100 нм обеспечивает стабильность УМЗ структуры в процессе СП деформации в фольговом полуфабрикate сплава ВТ6 [70, 71, 93].

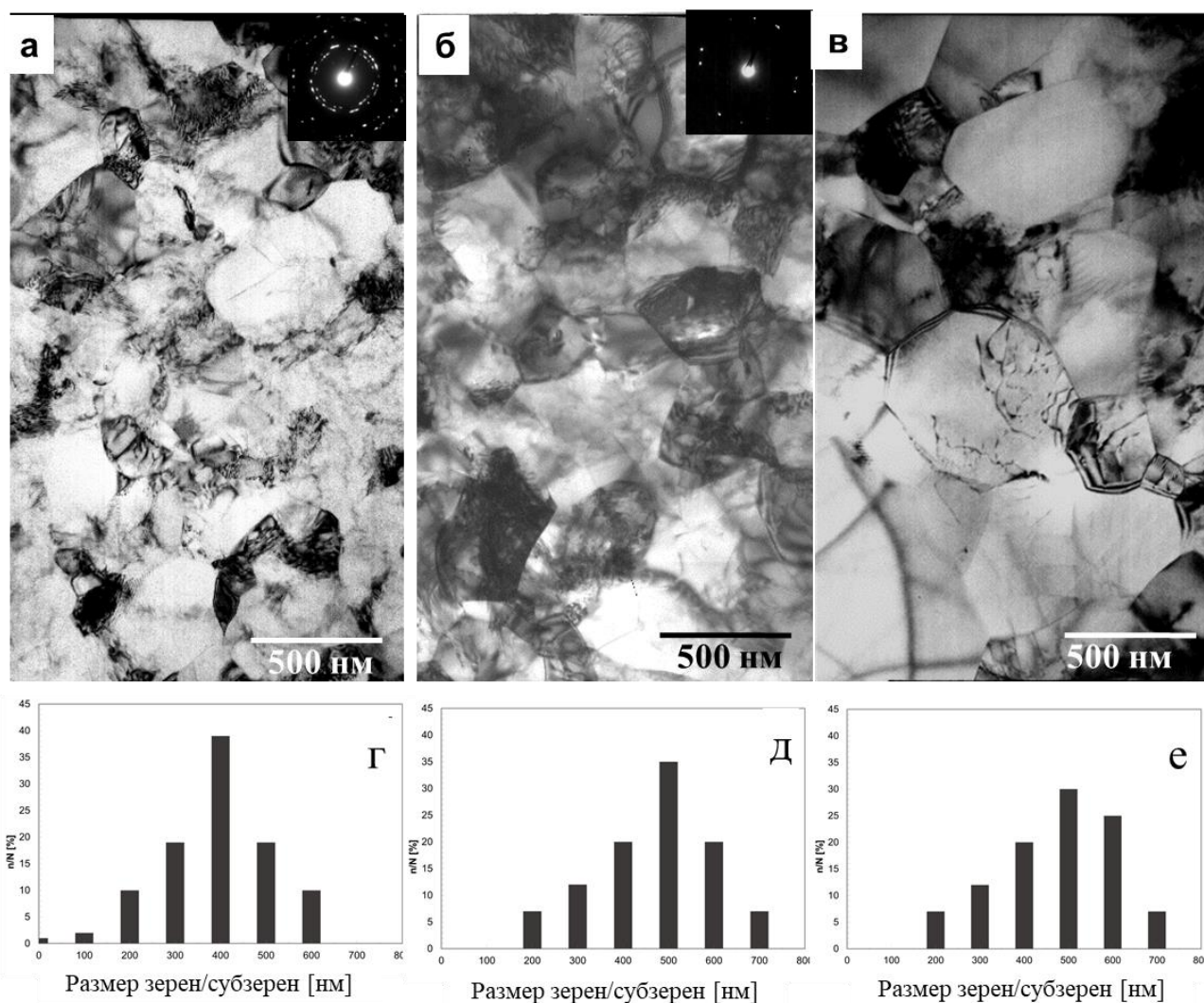


Рисунок 4.5 – Микроструктура и гистограмма распределения зерен по размерам сплава ВТ6 с УМЗ структурой после: деформации при температуре 650 °C, $\dot{\epsilon}=10^{-2} \text{ c}^{-1}$, 50 % (а,г); деформации при температуре 650 °C, $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ c}^{-1}$, 50 % (б, д); после отжига при температуре 650 °C, в течении 4 часов (в, е) [88]

Анализ деформационного рельефа после СП деформации проводился на поверхности предварительно полированных образцов. Интенсивное окисление поверхности титановых сплавов затрудняет исследование деформационного рельефа при повышенных температурах. Эксперимент на растяжение образцов

проводился в вакууме на установке ИМАШ 20-78 при температурах 650 и 700 °С и скорости деформации $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ [92]. Степень деформации в обоих случаях составила около 50 % (Рисунок 4.6).

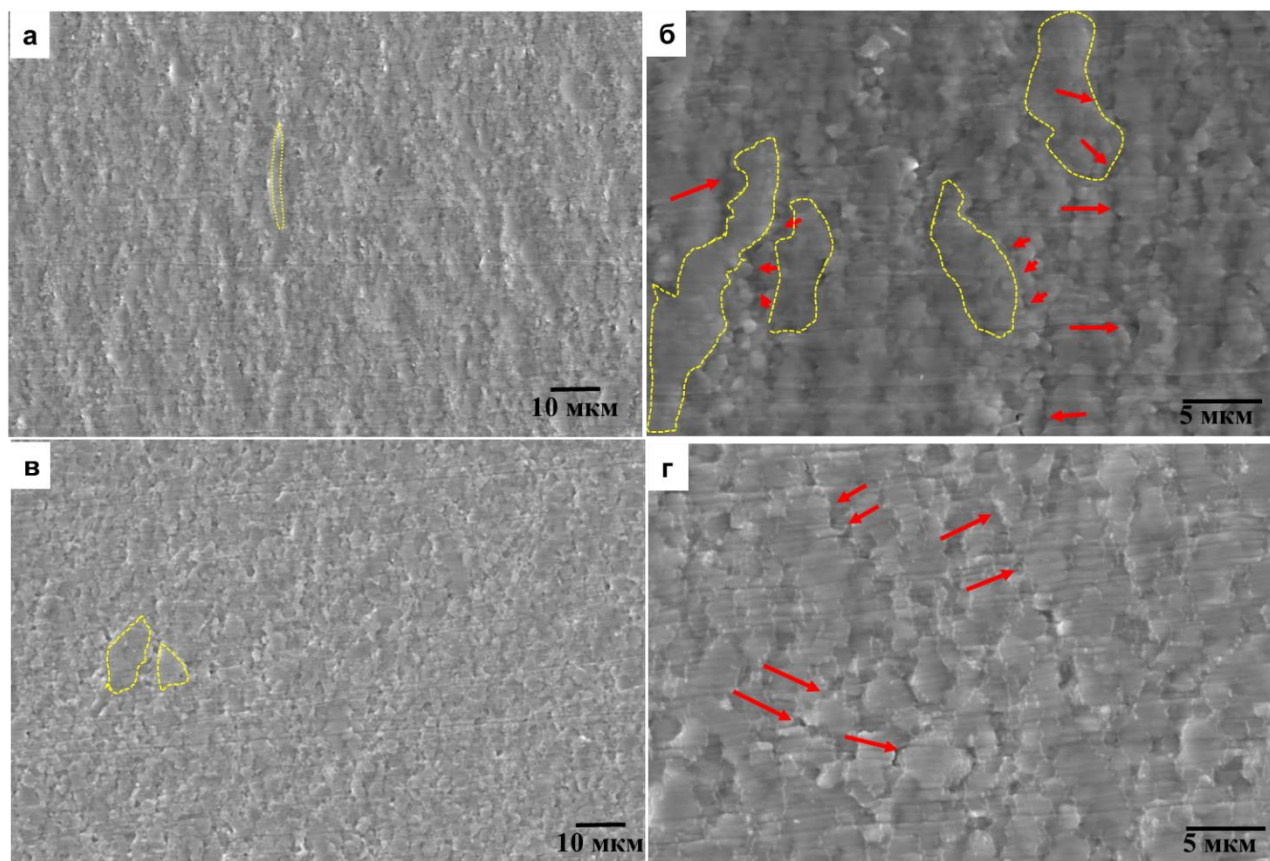


Рисунок 4.6 – Деформационный рельеф образцов после низкотемпературной СП растяжением: при 650 °С (а,б) и 700 °С (в,г) НС сплава ВТ6, $\dot{\varepsilon} = 2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, $\varepsilon = 50 \%$

При 650 °С деформационный рельеф имеет вид зерен или групп зерен, разделенных за счет скольжения по границам и наблюдаемых при разрывах оксидной пленки (Рисунок 4.6а). При температуре ниже 700 °С оксидная пленка устойчива на поверхности образцов, не растворяется в титане и видна на изображении в виде размытых участков. Разрушения оксидной пленки связаны с действием полос кооперативного сдвига по границам зерен [92]. Повышение температуры до 700 °С (Рисунок 4.6б) приводит к более равномерной деформации, площади оксидных пленок уменьшаются, занимаемая ими площадь уменьшается,

но они не исчезают полностью из-за ограниченного времени пребывания при этой температуре [91]. Результаты исследований согласуются с выводами, представленными в работах [94, 95].

Геометрически степень деформации, приложенная к поверхности материала, проникающего в зазоры между волокнами, составляет в среднем 50 % [49, 53], что в случае титанового сплава подразумевает неполное разрушение оксидной пленки при температуре 650 °С. Однако необходима прочная металлическая связь на поверхности соединения матрица-матрица, которая затрудняется оксидной пленкой. На контактной поверхности матрицы и волокна должна образоваться химическая связь, но она не должна быть чрезмерной, что приводит к деградации волокон, как установлено в ранней работе [49, 50].

Компьютерное моделирование процесса прессования композитной структуры с титановой матрицей и борным волокном подтверждает результаты исследований деформационного рельефа.

Результаты физического эксперимента и компьютерного моделирования процесса прессования образцов с композитной структурой из Ti матрицы на основе УМЗ сплава ВТ6 и борного волокна позволили проанализировать полноту формирования металлической связи между слоями фольги и продуктов реакции матрица-волокно, что связано с интенсивностью деформации в процессе прессования. При затекания матричного материала в пространство между волокнами интенсивности деформации невысокая порядка 1 (Рисунок 4.7а), что недостаточно для разрывов оксидной пленки на поверхности Ti фольги, которая не растворяется в сплаве при температуре 650 °С, как было установлено в работах Р.Я. Лутфуллина [94, 95]. При увеличении интенсивности деформации до 1,5 (Рисунок 4.7б,в) пленка разрушается быстрее (Рисунок 4.7г) и в результате образуется островковый характер соединения (Рисунок 4.8а).

Для получения 100 % металлической связи необходимо применение дополнительного отжига под давление при 700 °С в течении 2 часов на финальной стадии прессования (Рисунок 4.8б).

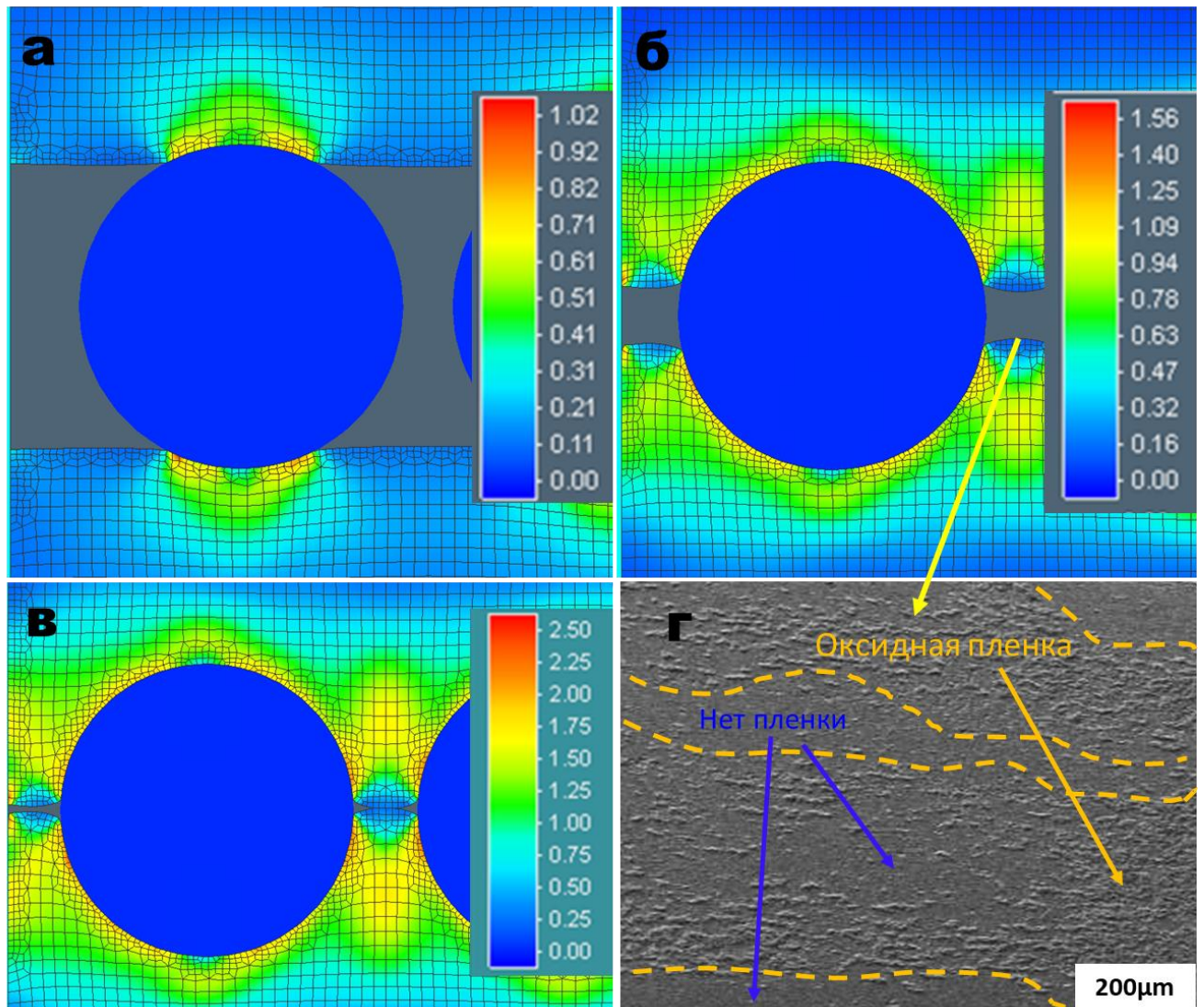


Рисунок 4.7 – Интенсивность деформации на различных стадиях прессования: 10% (а); 70% (б); 90% (в); оксидная пленка на поверхности Ti (г) [92]

Второй задачей моделирования является оценка реакций на контактируемых поверхностях с помощью оценки локальной скорости деформации в зоне контакта одной поверхности с другой [92]. На финальном этапе прессования скорость деформации достигает значений порядка 2,5, что как раз и обеспечит прочные металлические связи матрица-матрица и матрица-волокно (Рисунок 4.9).

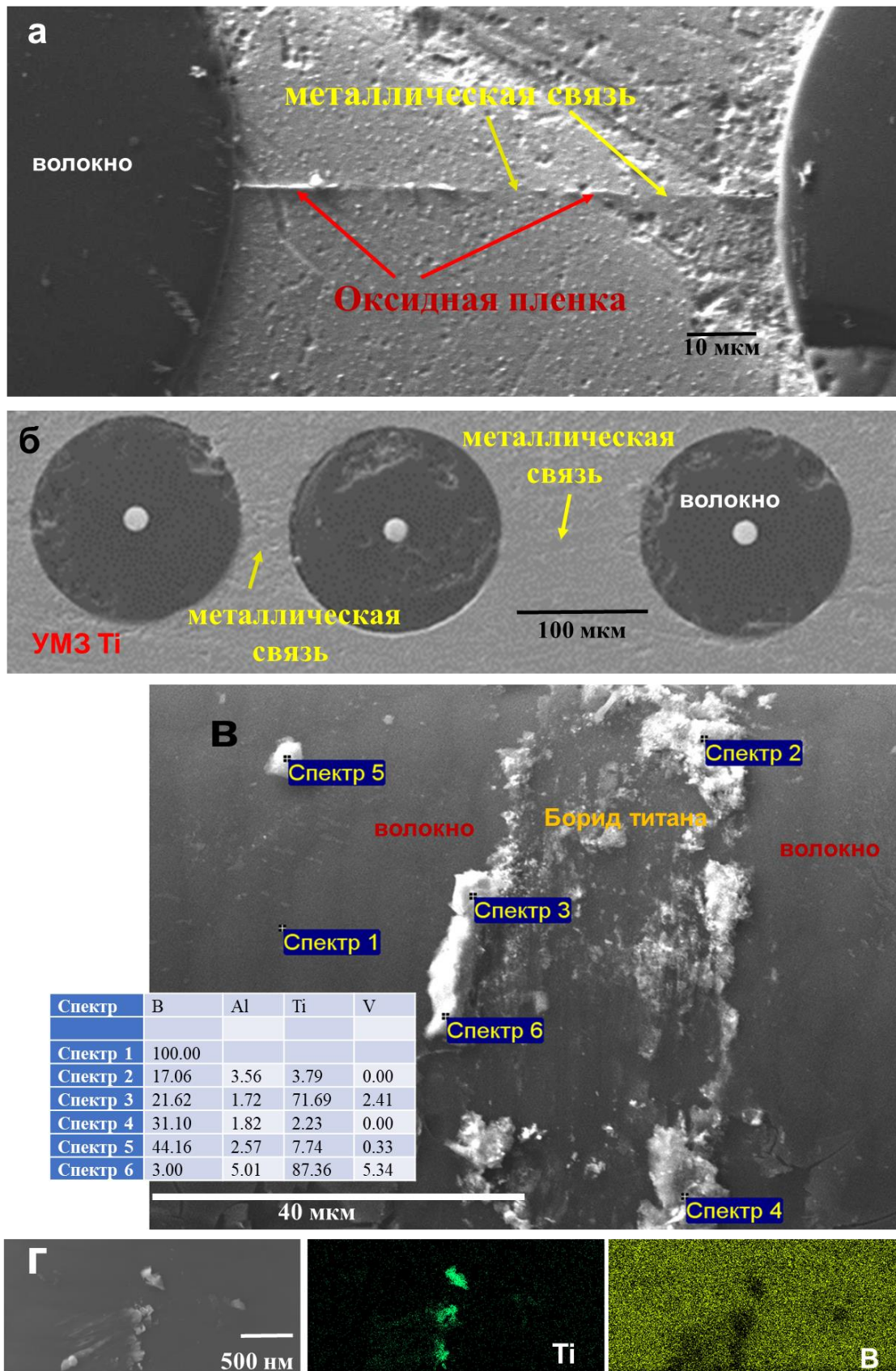


Рисунок 4.8 – Композитная структура с УМЗ Ti матрицей после прессования при 650 °С: присутствие окисной пленки на поверхности Ti матрицы (а); прочная металлическая связь (б); бориды титана (в) [92]

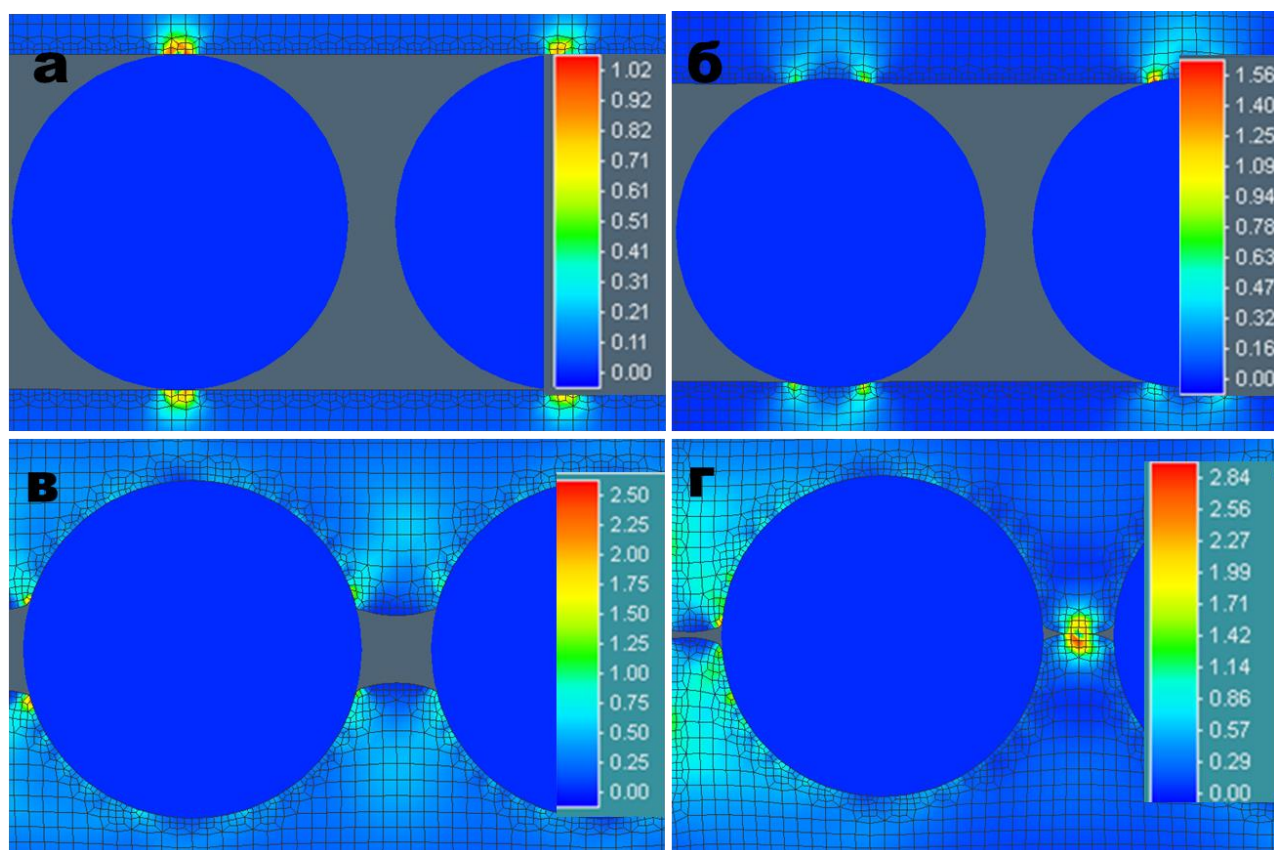


Рисунок 4.9 – Скорость деформации на разных стадиях прессования композитной структуры: 5 % (а); 10 % (б); 60 % (б); 90 % (г)

Продукты взаимодействия (бориды) матрицы-волокно отвечают за прочность межкомпонентной связи и деградацию волокон (Рисунок 4.8в). Соединение матриц в зазоре между волокнами имеет островной характер с достаточной долей металлической связи. Отсутствует непрерывная зона реакции, обычно возникающая при высокотемпературной компрессии на границе раздела матрица-волокно. Вместо этого присутствуют дисперсно-распределённые продукты взаимодействия – бориды титана размером менее 100 нм (Рисунок 4.8в,г) согласно анализу локального распределения элементов, которые обеспечивают прочность межкомпонентной связи.

Третьей важной задачей моделирования является оценка контактных напряжений волокна. Эти напряжения играют решающую роль в композитных структурах, так как именно через поверхность контакта передается нагрузка от менее прочной матрицы к высокопрочным волокнам. Поперечные нагрузки

способны вызвать образование трещин, которые оказывают негативное влияние свойства на высокопрочные волокна в продольном направлении. Результаты моделирования показывают, что контактные напряжения в зоне соединения приобретают максимальное значение только на конечной стадии прессования и не превышают 520 МПа (Рисунок 4.10).

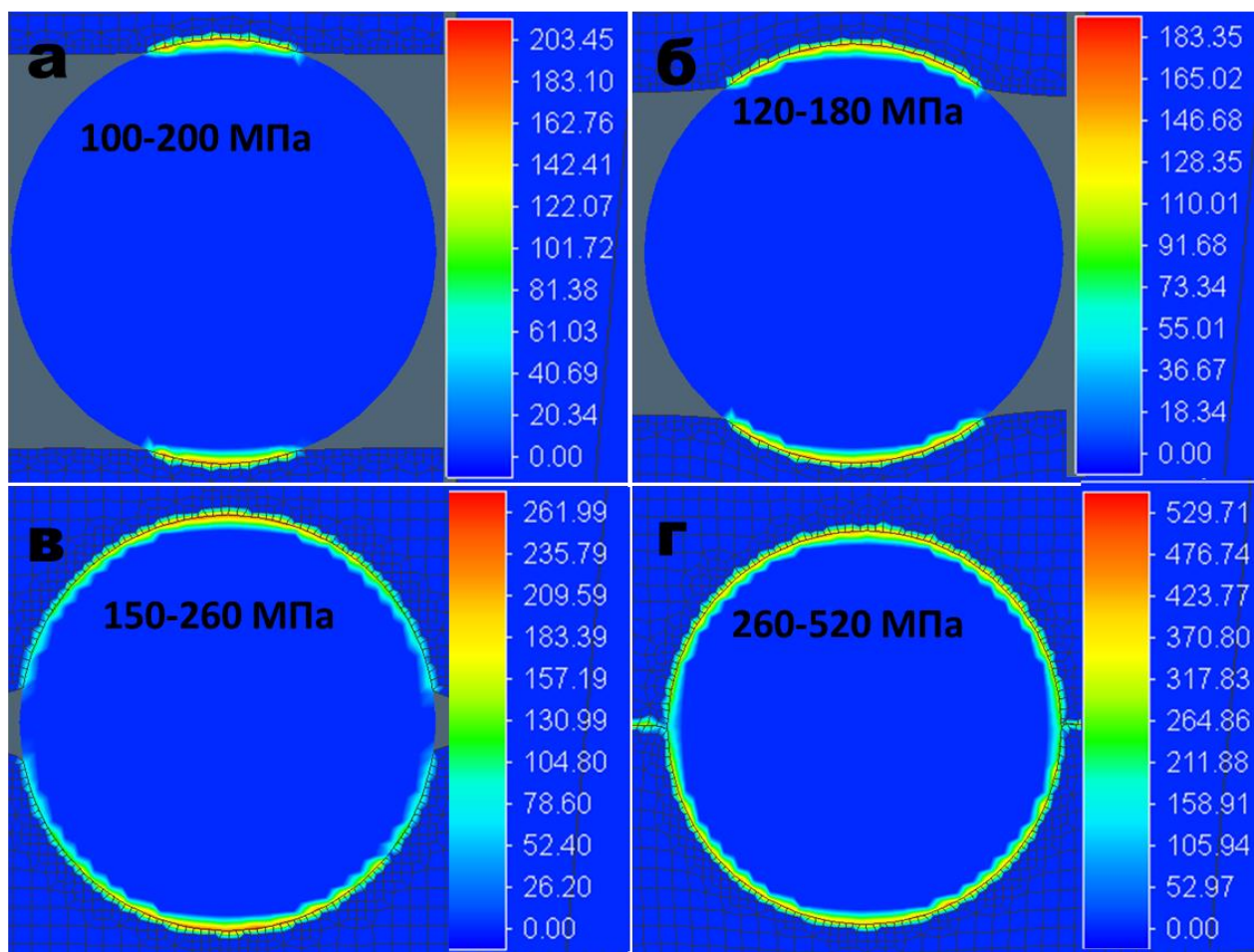


Рисунок 4.10 – Контактные напряжения в зоне контакта матрицы и волокна на различных стадиях прессования: 5 % (а); 15 % (б); 75 % (в); 95 % (г)

С учетом особенностей деформационного поведения сплава и рассматриваемых критериев образования связи, образец композитной структуры с УМЗ титановой матрицей и борным волокном был изготовлен прессованием в условиях низкотемпературной СП при 650 °С и последующим отжигом под давлением при 700 °С в течении 2 часов на финальной стадии прессования.

Поперечное сечение полученного образца с композитной структурой (Рисунок 4.11а) показывает, что матричный материал идеально заполняет пространство между волокнами, не образуя пор благодаря низкотемпературной СП.

В процессе моделирования и эксперимента установлено, что при зазоре между волокнами более 20 мкм обнаружено полное соединение слоев (Рисунок 4.11а,б) [92]. Заполнение остается идеальным свыше 16 мкм (Рисунок 4.11б,в), дальнейшее уменьшение зазора не позволяет заполнить межволоконное пространство и соединить слои в этом режиме прессования (Рисунок 4.11б,д,е).

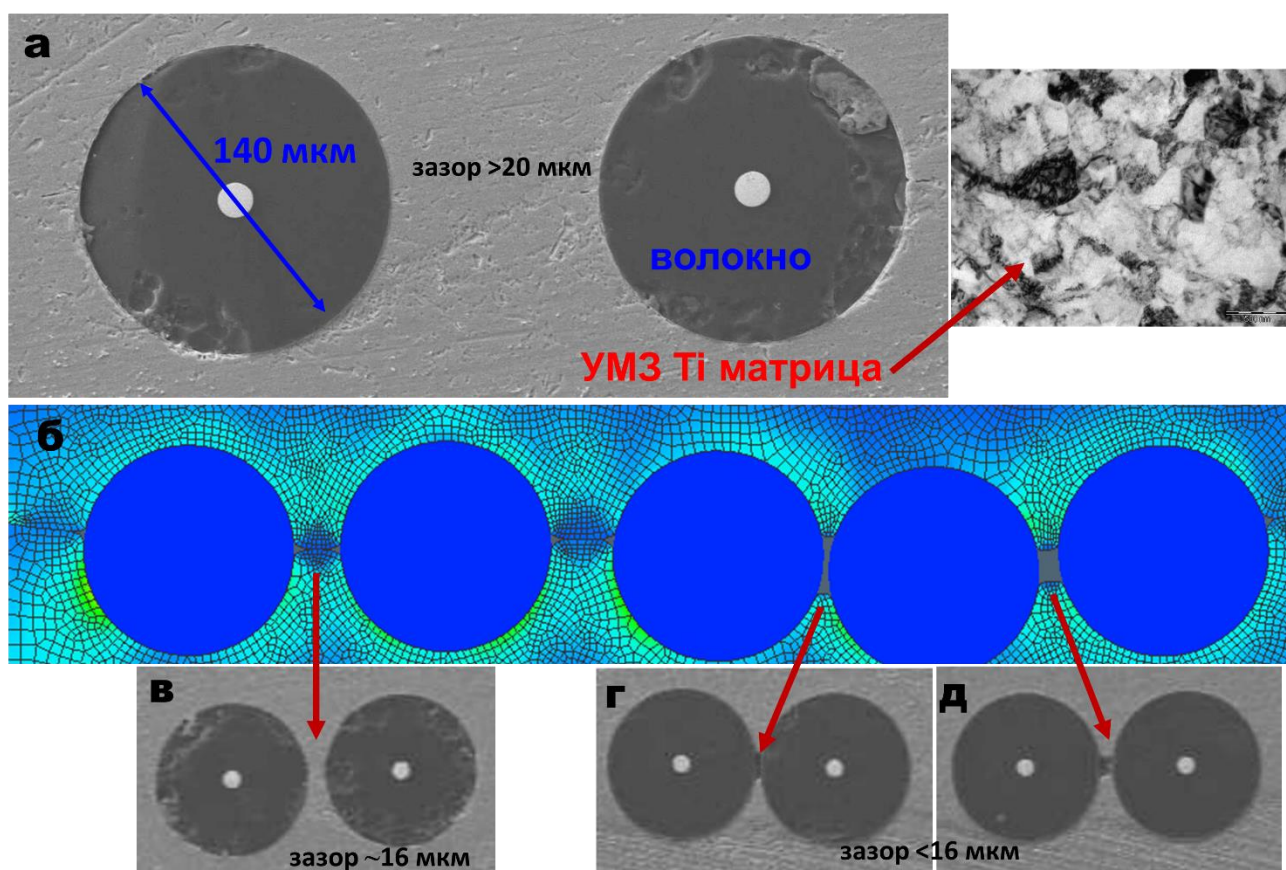


Рисунок 4.11 – Композитная структура Ti-B (а,в-е); моделирование процесса (б) [92]

Использование сплавов с УМЗ структурой позволяет не только снизить температурные условия создания армированной композитной структуры в твердофазном состоянии, но и увеличить плотность укладки волокон, тем самым

повышая долю армирующего волокна, следовательно, повысить свойства композитного материала.

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4

1. В результате термомеханической обработки, включающей всестороннюю ковку с изменением осей деформации заготовки в условиях постепенного охлаждения с 800 до 650 °С и последующую прокатку при 560 °С, сформирована УМЗ структура с размером зерен/субзерен 160 нм.

2. В полученном фольговом полуфабрикате толщиной 0,2 мм из сплава ВТ6 с УМЗ структурой установлены температурно – скоростные условия реализации низкотемпературной СП при температуре 650 °С, скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . Значении напряжения течения составило 85 МПа, максимальные удлинения достигли 520 %, параметр $m=0,42$.

3. В результате компьютерного моделирования и физического эксперимента установлено, что режим низкотемпературной сверхпластичности при 650 °С обеспечил однородное заполнение матричного материала между волокнами и соединение слоев фольги. Объемная доля волокон составила 25 %.

4. С помощью компьютерного моделирования и физического эксперимента определен оптимальный зазор между волокнами для обеспечения текучести и заполнения всего пространства матричным материалом, который должен составлять не менее 16 мкм, что позволяет увеличить плотность укладки волокон, тем самым повышая долю армирующего волокна в материале основы.

5. Проанализированы продукты взаимодействия (бориды) матрицы-волокно, которые отвечают за прочность межкомпонентной связи и деградацию волокон. Соединение матриц в зазоре между волокнами имеет островной характер с достаточной долей металлической связи за счет присутствия дисперсно-распределённые боридов титана размером менее 100 нм.

ГЛАВА 5 СТРУКТУРА И СВОЙСТВА КОМПОЗИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ С РАЗЛИЧНЫМИ НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫМИ МАТРИЦАМИ И НЕПРЕРЫВНЫМ ВЫСОКОПРОЧНЫМ ВОЛОКНОМ

В 3 и 4 главах продемонстрирована возможность создания методом твердофазного изостатического прессования армированной композитной структуры, состоящей из матрицы УМЗ титанового (ВТ6) или алюминиевого НС (1565ч) сплава с размером зерен 150-200 нм и непрерывного борного волокна диаметром 140 мкм, в условиях низкотемпературной сверхпластичности матричного материала. Преимуществом получения армированной композитной структуры таким технологическим подходом является снижение температуры, давления и сокращение времени изготовления, что снижает риск деградации и механического разрушения волокон из-за чрезмерно высоких и неоднородно распределенных давлений.

Механические свойства материала матрицы тоже существенно влияют на характеристики композитной структуры. Уменьшение размера зерна до субмикронного уровня приводит к заметному росту не только статической прочности матричного сплава, но и его предела выносливости. Так для серии алюминиевых сплавов системы Al-Mg на базе большого числа циклов было получено повышение предела выносливости с 50-100 МПа до 170 МПа [96, 97]. При уменьшении размера зерна уменьшается концентрация напряжений на границе, что приводит к повышению выносливости.

В пятой главе представлена оценка механических свойств в условиях статических, циклических и ударных нагрузок образцов с композитной структурой из наноструктурированной Al или ультрамелкозернистой Ti матрицами, полученных прессованием в условиях низкотемпературной сверхпластичности. Для расширения набора структур матричного материала и расширения температурно-скоростных условий изготовления композитных структур также представлены предложения по расширению полученных результатов на другие сплавы Al и по их технологическому применению.

5.1 Механические свойства при комнатной температуре образцов с армированной композитной структурой

С целью комплексного исследования механических свойств образцов полученной композитной структуры все испытания проводили на трехточечный изгиб при комнатной температуре в условиях статических, циклических и ударных нагрузок. Для сравнения проведены испытания матричного материала в наноструктурированном состоянии, а также свойства из литературных данных.

5.1.1 Механические свойства образцов композитной структуры в условиях ударных нагрузок

В результате испытаний на ударный изгиб при комнатной температуре образцов с композитной структурой Al-B из НС сплава 1565ч и борного волокна, используя маятниковый копер со скоростью удара 3.8 м/с, установлены значения ударной вязкости композита – 160 кДж/м², при этом значение ударной вязкости матричного материала в НС состоянии составило 40 кДж/м².

Образец с композитной структурой Ti-B из титанового УМЗ сплава ВТ6 и борного волокна в тех же условиях испытания продемонстрировал значение ударной вязкости 510 кДж/м², работа разрушения составила 18,8 Дж, значение ударной вязкости матричного материала 380 кДж/м² [98]. Подобные значения ударной вязкости 120 кДж/м² были получены в композите Ti-Al₃Ti с объемной долей интерметаллидных частиц до 80 % [99].

Анализ разрушения образцов матричного материала и композитных структур Ti-B на его основе после ударного изгиба представлено на Рисунке 5.1а,б [98]. Разрушение образцов матрицы носит вязкий характер, имеет ямочное строение и бархатистую поверхность, что типично для ультрамелкозернистой структуры [96, 99]. Поверхность инициирования трещины представляет собой квазискол, содержащий ямки микронного размера и участки слияния микротрещин.

Дальнейшее распространение трещины сопровождается пластической деформацией и формирует развитый рельеф поверхности [98]. В образце с композитной структурой разрушение матричного материала происходит аналогичным образом, однако в месте разрушения произошло расслоение, но на расстояние не более чем одно волокно (Рисунок 5.1в,г). В целом поверхность разрушения образца характеризуется развитым рельефом. Изломы волокон расположены на одном уровне с матрицей и не образуют глубоких «разрывов», что свидетельствует об отсутствии деградации волокон и достаточной прочности связи между волокнами и матрицей [98].

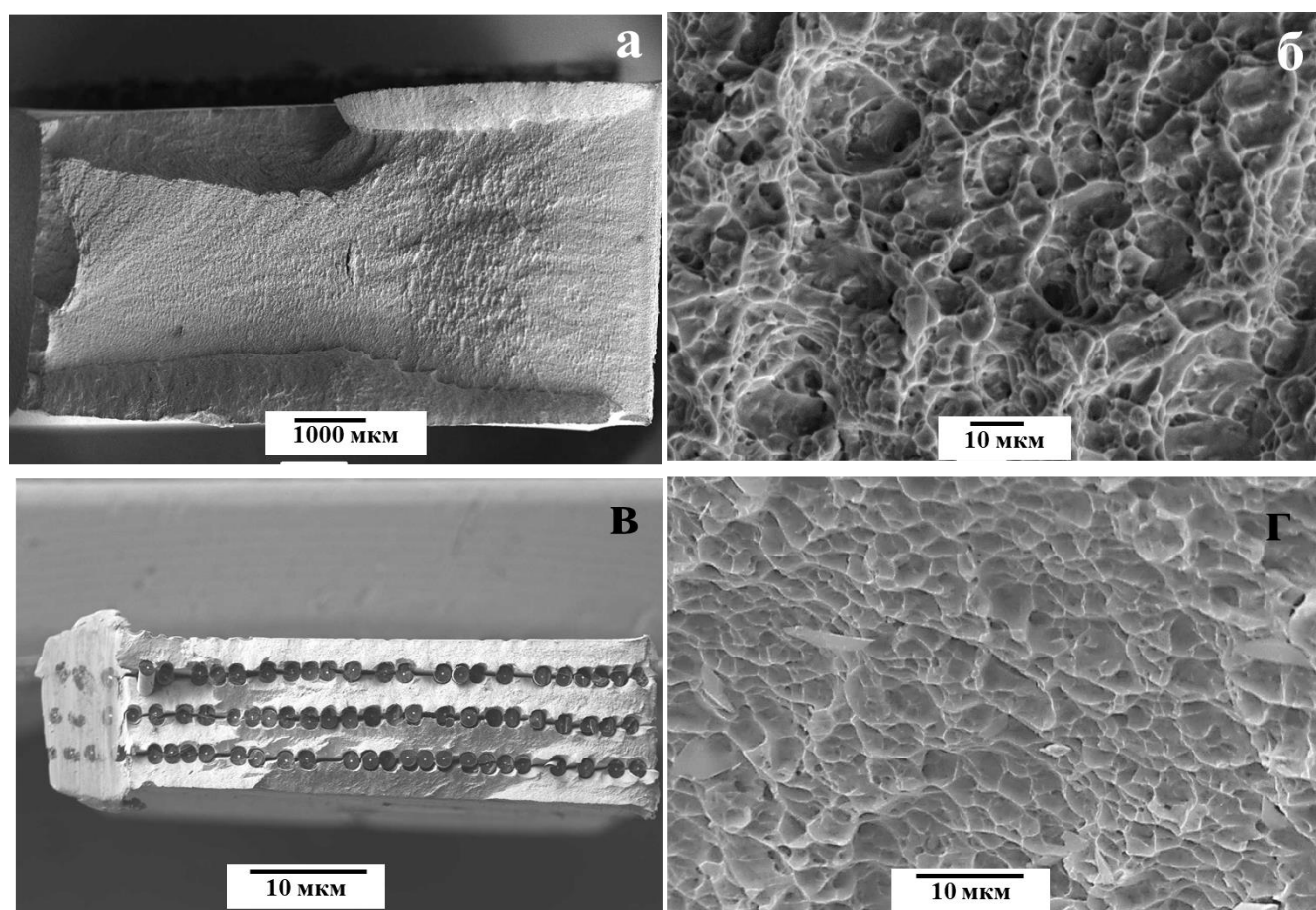


Рисунок 5.1 – Поверхность разрушения образца после испытаний на ударный изгиб образца с композитной структурой Ti-B (а, б); и матричного материала с УМЗ структурой (в, г) увеличенное изображение (б, д) [98]

5.1.2 Механические свойства образцов с композитной структурой в условиях статических нагрузок

Статические испытания на трехточечный изгиб при комнатной температуре образцов композитной структуры Al-V из НС сплав 1565ч в виде полосок с продольным армированием показали уровень прочности 1380 ± 5 МПа, при этом матричный материал показал уровень прочности 780 ± 5 МПа (Рисунок 5.2а). Угол изгиба до появления трещины составил 6° . Статические испытания образцов с композитной структурой Ti-V из титанового УМЗ сплава ВТ6 в виде полосок с продольным армированием на трехточечный изгиб при комнатной температуре показали уровень прочности 2430 ± 5 МПа, при этом матричный материал показал уровень прочности 1920 ± 5 МПа (Рисунок 5.2б). Для сравнения, в работе [100] механические испытания образцов на трехточечный изгиб металломатричного углеалюминиевого композита показали максимальный предел прочности 520 ± 50 МПа.

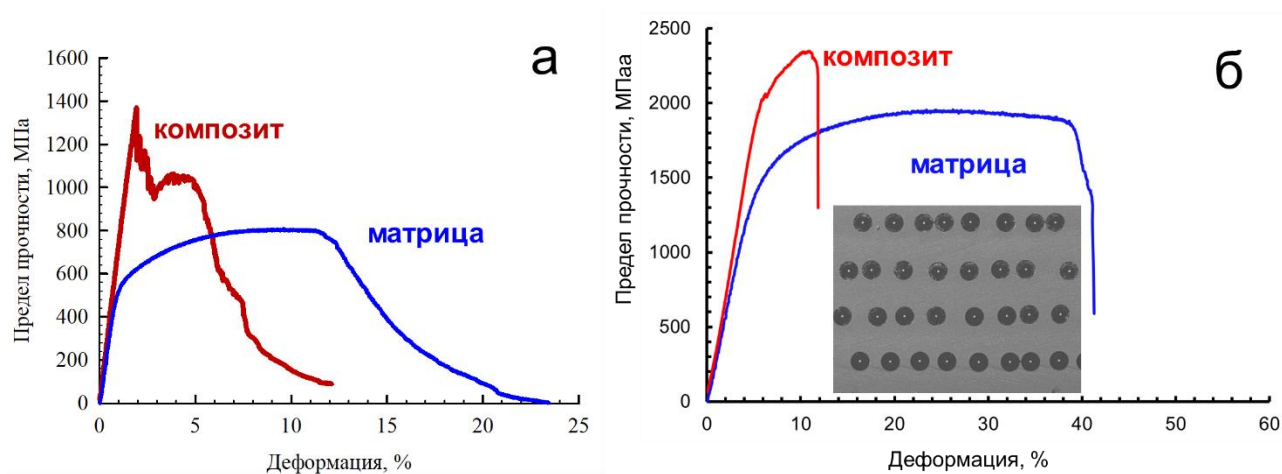


Рисунок 5.2 – Кривые испытания на трехточечный изгиб образцов с композитной структурой и матричного материала: алюминиевая матрица (а); титановая матрица (б) [64, 98]

Анализ изломов образцов матричного материала и с композитной структурой Al-V и Ti-V после статического трехточечного изгиба представлены на рисунке 5.3 и 5.4, соответственно. Долом образцов осуществляли руками. Излом образцов

сплава вязкий, ямочного типа, бархатистого вида, характерного для УМЗ структуры (Рисунок 5.3а-в, 5.4) [97,98]. Поверхность начала разрушения (15...20 % площади в верхней части снимка) представляет собой квазискол, содержащий ямки микронных размеров и стыки микротрещин (рисунок 5.3а-в). Дальнейшее развитие трещины сопровождается пластической деформацией и приобретает развитый рельеф (Рисунок 5.4б). В составе материала с композитной структурой матрица разрушается аналогично, но наблюдаются следы остановки трещины на рядах волокон. В целом, поверхность разрушения образца с композитной структурой имеет развитый рельеф (рисунок 5.4г). Изломы волокон не находятся на одном уровне с матрицей и, в то же время, они не образуют глубоких «вырывов», что говорит об отсутствии деградации волокон и достаточной связи волокон с матрицей.

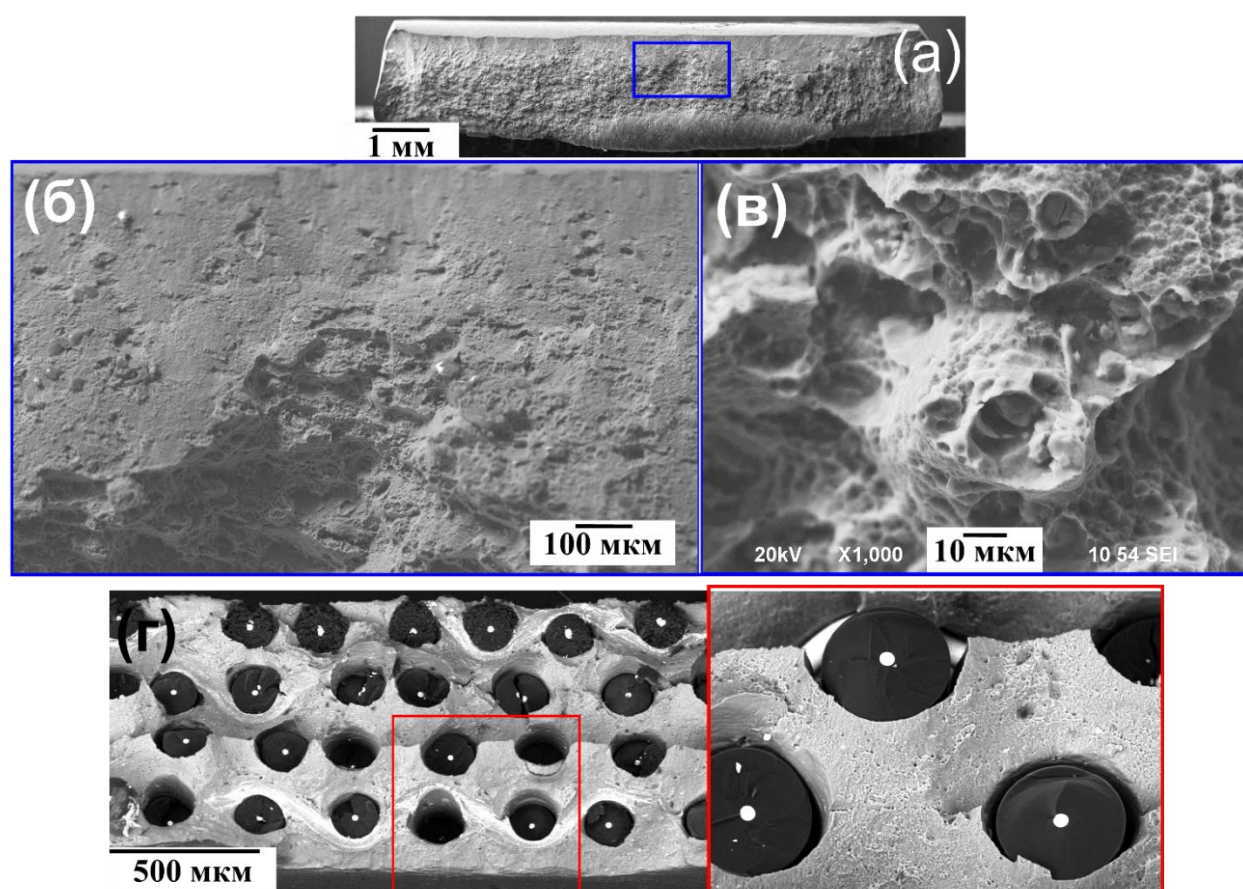


Рисунок 5.3 – Поверхность разрушения образца матричного материала НС сплава 1565ч (а); увеличенный участок (б,в); композитной структуры Al-B после трехточечного изгиба (в); увеличенный участок в красном прямоугольнике (г)

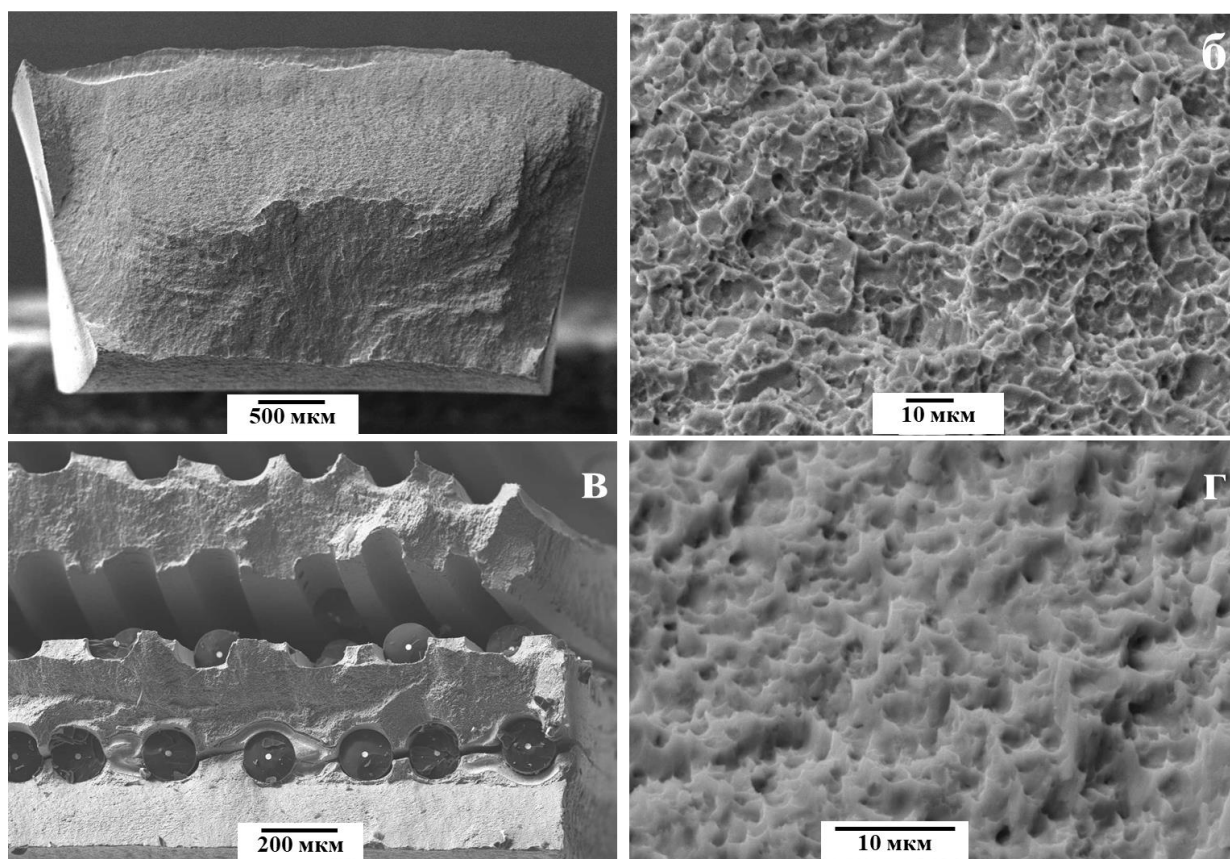


Рисунок 5.4 – Поверхность разрушения образцов с композитной структурой Ti-B после трехточечного изгиба: композитная структура (а,б); матричного материала в НС состоянии (в,г) [98]

5.1.3 Механические свойства образцов с композитной структурой в условиях циклических нагрузок

На рисунке 5.5а представлены результаты испытания образцов полученной композитной структуры Al-B с циклической нагрузкой в диапазоне напряжений от 500 до 650 МПа и с шагом 50 МПа и образцов матричного материала без волокон с циклической нагрузкой в диапазоне напряжений от 300 до 500 МПа и с шагом 50 МПа (кривые Веллера). Матричный материал в НС состоянии также демонстрирует высокие значения прочности после усталостных испытаний. Повышенная прочность сплава 1565ч относительно промышленному аналогу достигнуто благодаря обработке интенсивной пластической деформации, которая привела к

измельчению зерен до 200 нм, к повышению плотности дислокаций до $\rho = 8,6 \times 10^{13} \text{ м}^{-2}$ [97], а также увеличению количества высокоугловых границ зерен.

На рисунке 5.6б представлены результаты испытания полученных образцов с композитной структурой Ti-B с циклической нагрузкой в диапазоне напряжений от 900 до 1500 МПа и с шагом 100 МПа и образцов матричного материала без волокон с циклической нагрузкой в диапазоне напряжений от 800 до 1400 МПа и с шагом 50 МПа (кривые Веллера).

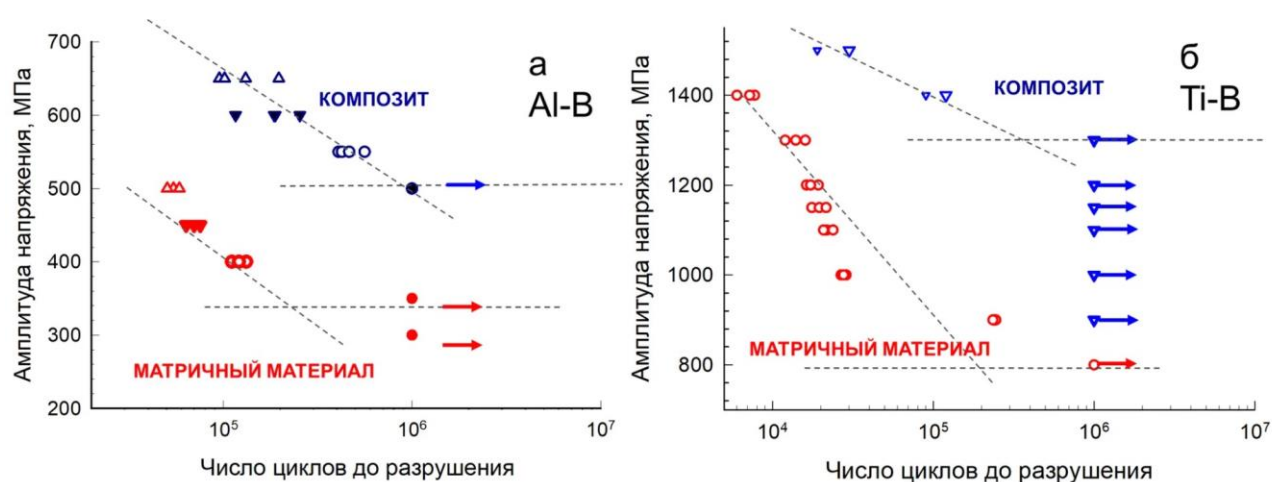


Рисунок 5.5 – Кривые нагружения усталости при комнатной температуре и частоте нагружения 10 Гц в малоцикловой области образцов с композитной структурой: Al-B и матричного материала (а); Ti-B и матричного материала (б)

На снимках поверхности усталостного разрушения образцов под напряжением 650 МПа (рисунок 5.6а) и под напряжением 550 МПа (рисунок 5.6б-г) можно выделить 3 зоны: зарождение трещин в поверхностном слое матрицы (верхняя часть снимка) поверхности композитной структуры, зона распространения трещин и зона долома образца после усталостных испытаний. В зоне распространения усталостных трещин расслоения композитной структуры не наблюдается. Отдельные участки расслоения видны только в зоне долома. Стыки первичных трещин располагаются на группах волокон. Распространение магистральной трещины останавливается на ровном ряду волокон, что важно

учитывать при дальнейшем совершенствовании технологии изготовления армированной композитной структуры.

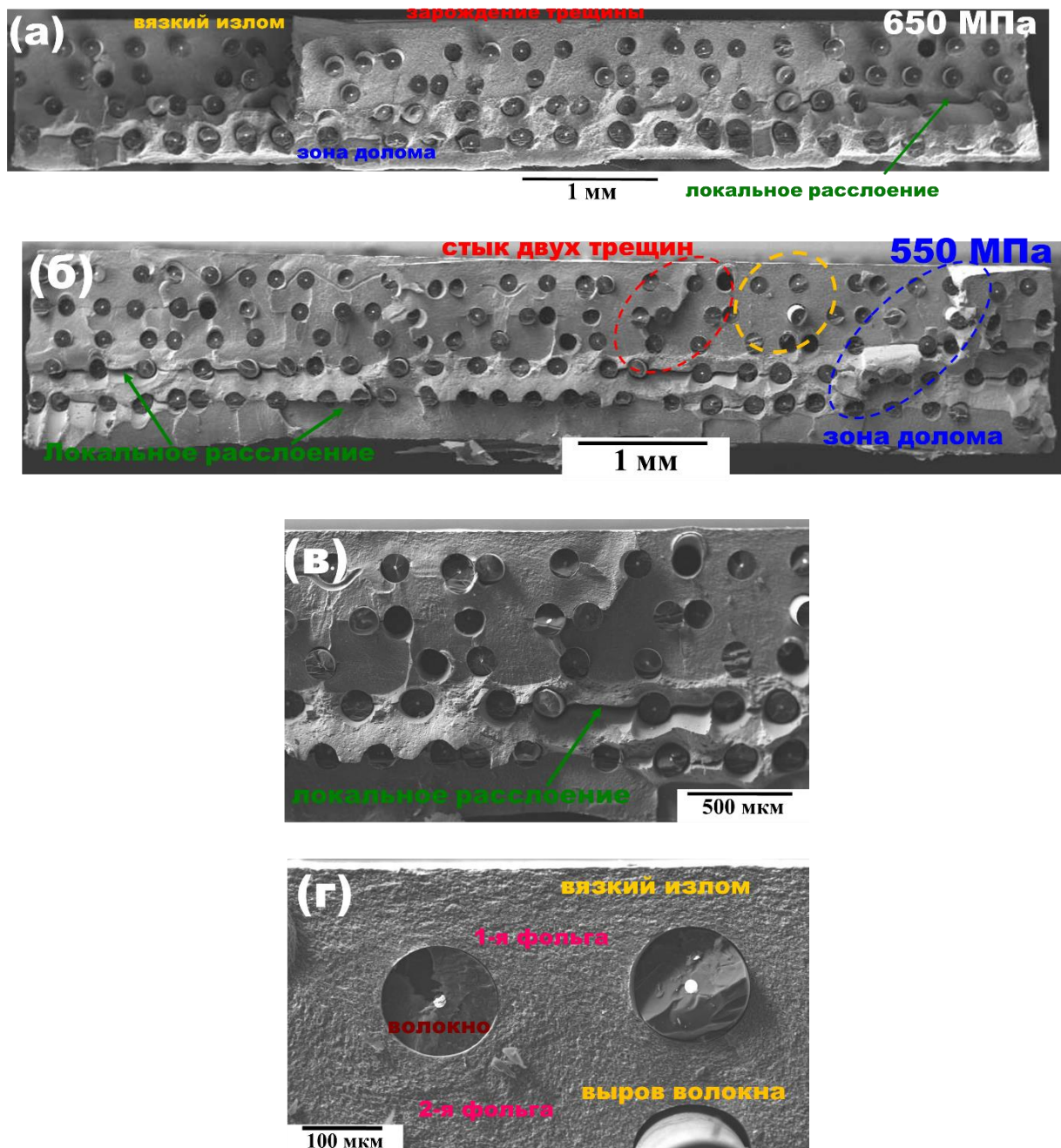


Рисунок 5.6 – Поверхность разрушения образца с композитной структурой Al-B после нагружения: 650 МПа (а); 550 МПа (б-г)

Характер разрушения материала матрицы и композитной структуры в целом аналогичен случаю статического испытания. На поверхности излома образца, испытанного при амплитудном значении нагрузки 550 МПа (Рисунок 5.6б-г) и

имеющего большее количество циклов до разрушения, больше стыков первичных трещин чем в образце, испытанном под нагрузкой в 650 МПа (Рисунок 5.6а). В последнем случае магистральная трещина формируется раньше.

Достигнутое повышение усталостных свойств образцов с армированной композитной структурой связано с формированием однородного высокопрочного наноструктурированного состояния в матричном материале, высокой прочностью волокна и связи на поверхности раздела матрица-волокно. Трещин, уходящих вглубь материала перпендикулярно основной плоскости излома и характерных для традиционных слоистых или волокнистых композитов, не обнаружено.

5.2 Композитные структуры с различными наноструктурированными алюминиевыми матрицами

С точки зрения критерия совместимости были выбраны алюминиевые сплавы 2024 системы Al-Cu-Mg и 7475 системы Al-Zn-Mg, т.к. введение в алюминий Mg или Cu приводит к уменьшению образования боридов [52]. Таким образом, для расширения набора НС матриц для технологии изготовления образцов армированных композитных материалов далее исследованы НС высокопрочные сплавы 2024 системы Al-Cu-Mg и 7475 системы Al-Zn-Mg [101].

Для формирования НС состояние в сплаве 2024 использовали обработку КВД при комнатной температуре, 10 оборотов. Получена УМЗ структура со средним размером зерна 100 ± 7 нм. В теле Al зерен наблюдаются глобулярные частицы фазы CuAl_2 и фазы Al_2CuMg размером 10-40 нм (Рисунок 5.7 а,б) [64, 102, 103].

Формирование НС состояния позволило достичь эффекта низкотемпературной СП. В результате испытаний при температуре 240 °С максимальные удлинения 280 % достигнуты при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , параметр m составил 0,32 [64, 102, 103]. При повышении температуры испытаний до 270 °С при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} значения удлинений составили 350-400 %, параметр $m=0,33$ [64, 102, 103]. Установлено положительное влияние дисперсных частиц второй фазы и $\theta(\text{CuAl}_2)$ размером до 20 нм, которые играют

двойную роль, как и в сплаве 1565ч в реализации эффекта низкотемпературной СП: образуясь в теле зерен, они сдерживают внутризеренное скольжение, оставляя приоритет за зернограничным; выделяясь по границам зерен, наноразмерные частицы препятствуют росту зерен, что сохраняет высокие значения прочности после СП деформации (Таблица 5.1) [64, 102, 103]. После низкотемпературной СП размер зерен не превышает 1 мкм (Рисунок 5.8в,г), также установлен продолжающийся распад твердого раствора в процессе СП деформации, который более выражен при температуре 270 °С [64, 102, 103].

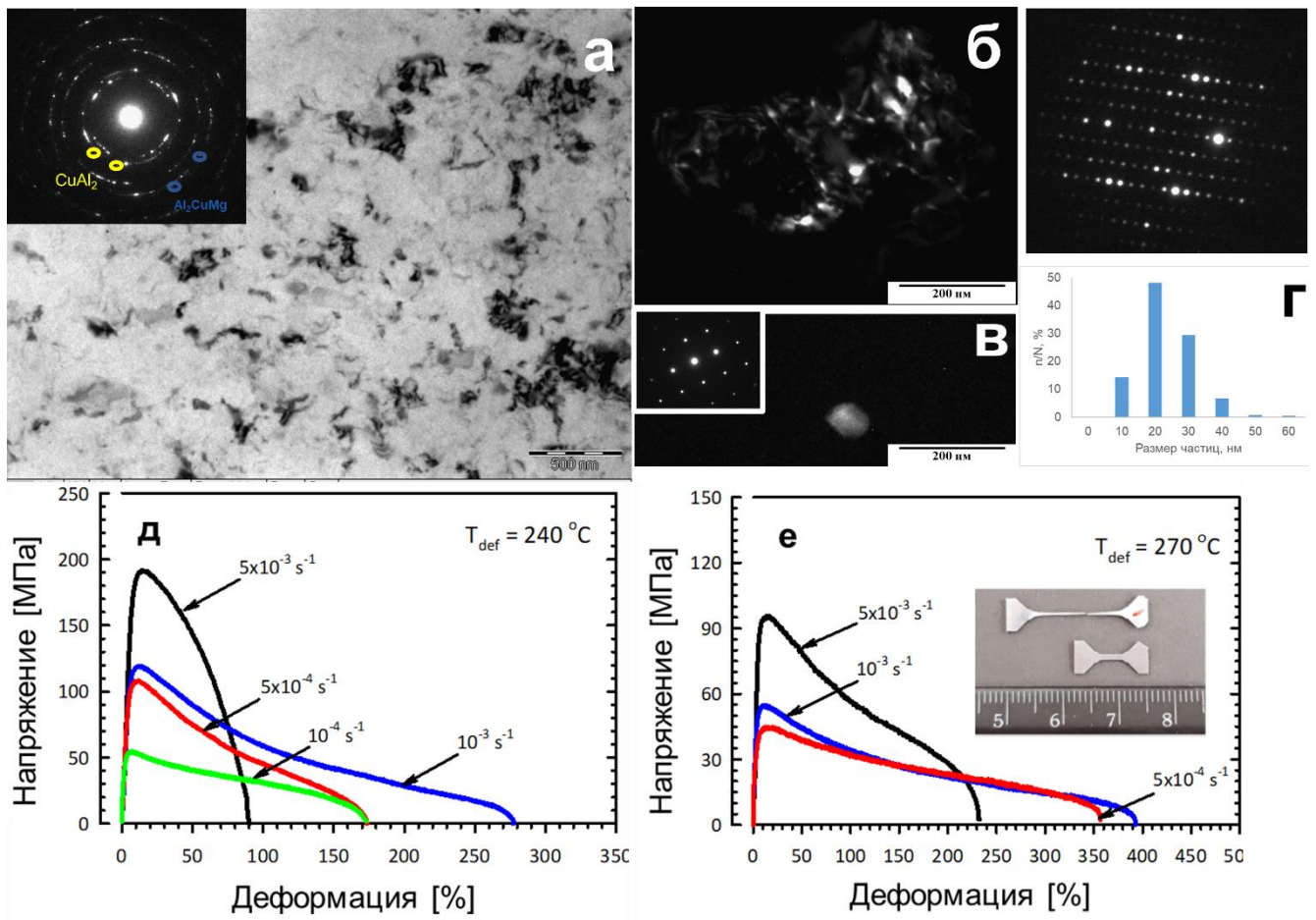


Рисунок 5.7 – Микроструктура НС сплава 2024 (а-в) частица фазы CuAl₂, гистограмма распределения по размерам частиц (г); кривые растяжения НС сплава при температуре 240 (в) и 270 °С и внешний вид образцов до и после испытаний (г) [64, 102, 103]

Таблица 5.1 – Микротвердость НС сплава 2024 после различных видов обработки [64, 102, 103]

Обработка / Состояние	T6 / КЗ	КВД / НС	T6 / СП при 450°C / КЗ	КВД+ СП при 190°C / НС	КВД + СП при 240°C / НС	КВД + СП при 270°C / НС
HV _{0.1}	1	286±4	±4	211±4	160±6	150±3

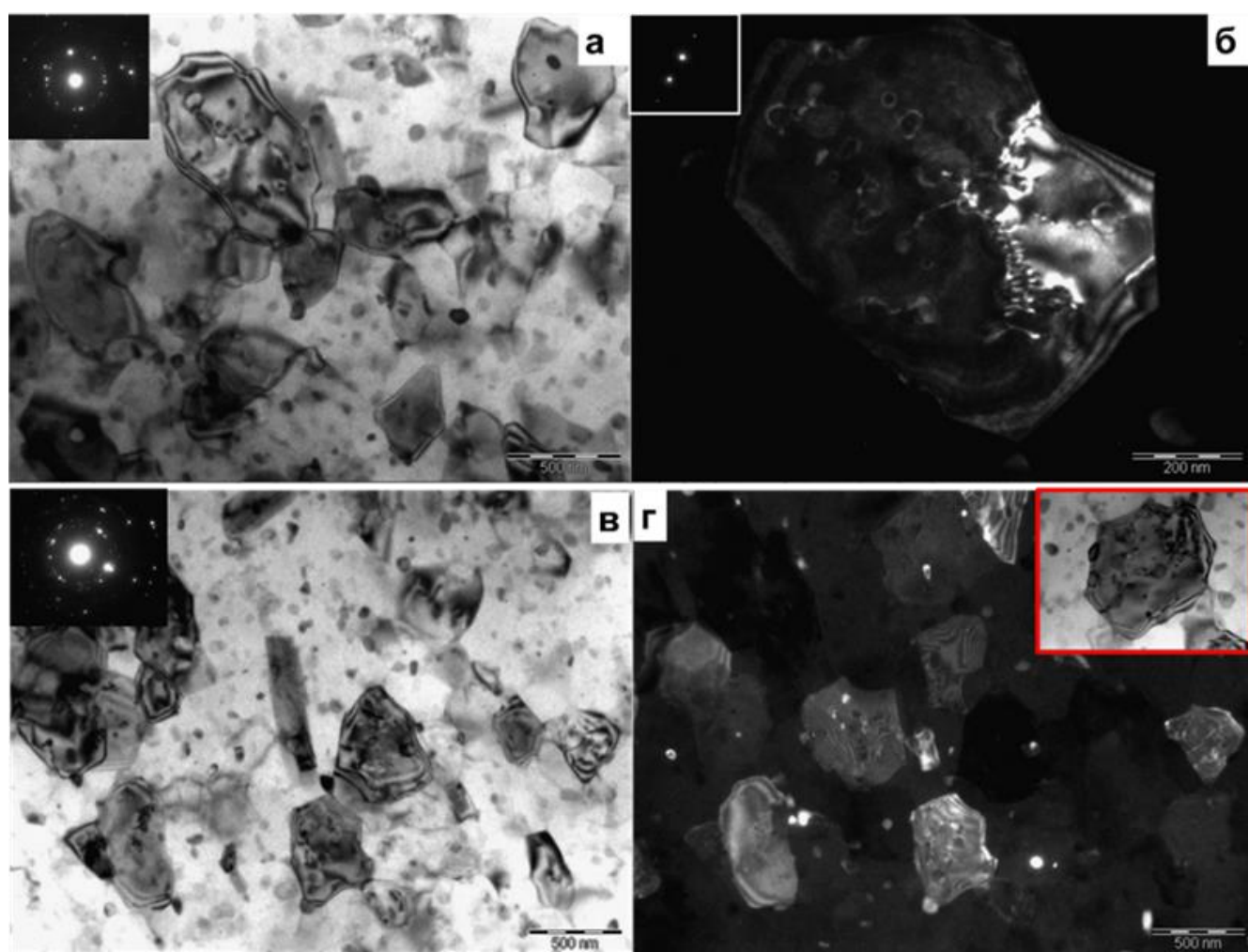


Рисунок 5.8 – Микроструктура НС сплава 2024: частицы и дислокации после СП деформации при: 240 (а,б) и 270 °C(в,г) [64, 102, 103]

В сплаве 7475 системы Al-Zn-Mg-Cu также сформирована УМЗ структура с размером зерна ~100 нм с помощью КВД при КТ, 10 оборотов (Рисунок 5.9а).

Внутри зерен наблюдаются отдельные наноразмерные частицы фазы MgZn_2 размером 10 нм. Дифракционные картины электронов показывают, что в результате КВД при КТ в сплаве сформировалась структура с БУГЗ [64, 103, 104]. Микротвердость в этом состоянии сплава составила $256 \pm 12 \text{ HV}$.

Испытания по ранее установленным режимам [64] при температурах 170 и 200 °С приводят к снижению значений напряжения течения для скоростей деформации от 10^{-2} до $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Однако при скорости деформации 10^{-4} с^{-1} значения напряжений течения показали рост при обеих температурах. Максимальные удлинения были достигнуты при 170 °С и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , и при 200 °С и скорости деформации $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ [64, 103, 104]. Следует отметить, что при 170 °С не было четко выраженных максимумов пластичности, но наблюдалась высокая пластичность в диапазоне скоростей от 10^{-2} до $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. При 170 °С $m=0,32$ при скорости деформации 10^{-3} с^{-1} , и $m=0,37$ при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} . Максимальная наблюдаемая m составила 0,73 при 200 °С и скорости деформации $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ [64, 103, 104].

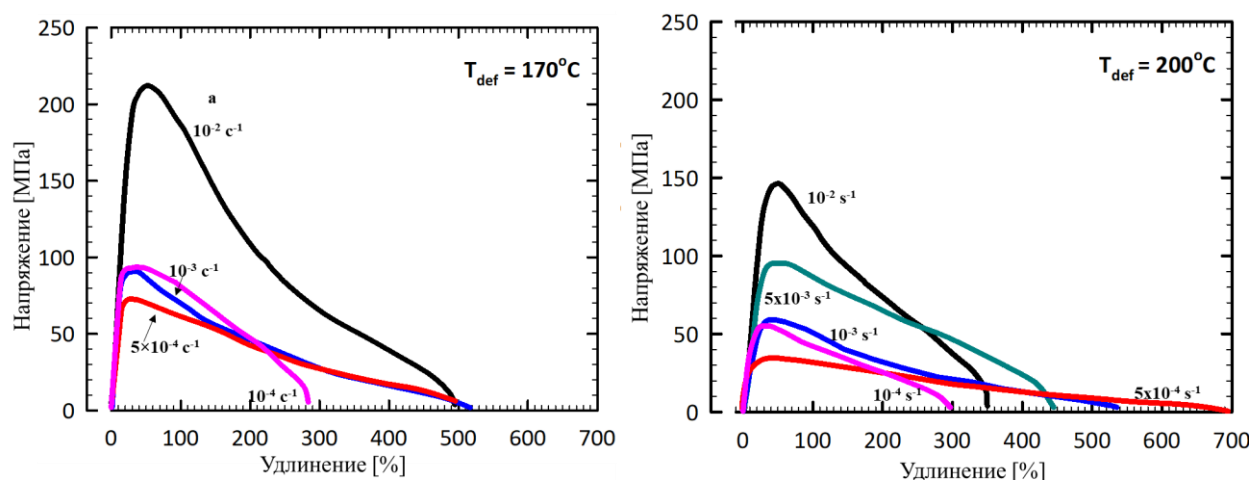


Рисунок 5.9 – Кривые растяжения НС сплава 7475 при температуре 170 (в) и 200 °С (г) [64, 103, 104]

Формирование УМЗ структуры в сплаве 7475 привело к повышению микротвердости $256 \pm 12 \text{ HV}$. Твердость после статических испытаний при 120 °С и скорости деформации 10^{-4} с^{-1} составила $230 \pm 10 \text{ HV}$ при КТ, что является одним из

критериев стабильности УМЗ структуры. Твердость после при 170 °C и 10^{-3} с^{-1} составила $200 \pm 8 \text{ HV}$ при КТ, т. е. значительно выше твердости после обработки Т6. Твердость при 200 °C и скорости деформации 10^{-4} с^{-1} составила $160 \pm 10 \text{ HV}$ [64, 103, 104].

Как было установлено ранее, с уменьшением размера зерен и увеличением объемной доли материала, связанного с границами зерен, их роль в реализации механизмов деформации, таких как скольжение по границам зерен и диффузионная ползучесть, усиливается [105, 106]. Роль внутризеренного дислокационного скольжения становится менее значительной, поскольку существование дислокаций в нанозернах энергетически невыгодно.

При деформации при 170 °C наблюдалось интенсивный распад твердого раствора с образованием наноразмерных частиц вторичной фазы MgZn_2 , главным образом вдоль границ зерен, что способствовало процессу зернограничному скольжению [64, 103, 104]. По мере приближения деформации к конечной стадии деформации происходит незначительное порообразование, вращение отдельных зерен [64, 103, 104]. Исследования микроструктуры после растяжения при 170 °C (500 %) (Рисунок 5.10) подтвердили образование пор в точке разрушения образца (Рисунок 5.10б). Размер зерен увеличился со 100 до 200 нм в процессе низкотемпературной СП (Рисунок 5.10в), при этом дислокации в зернах алюминия не наблюдаются (дислокационное скольжение, Рисунок 5.10г), и сохраняется однородная УМЗ структура.

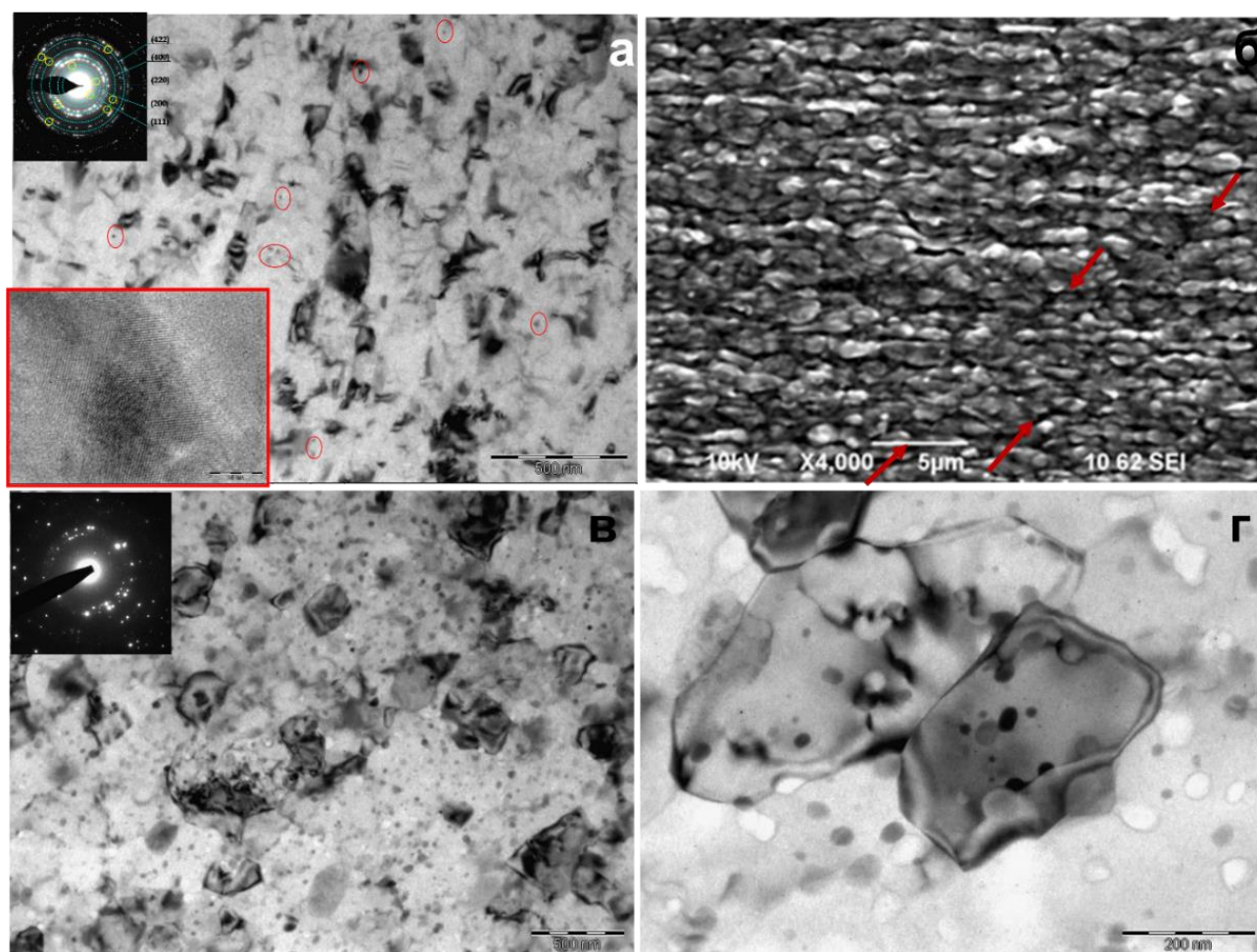


Рисунок 5.10 – Микроструктура НС сплава 7475 (а); деформационный рельеф после СП деформации (б); микроструктура НС сплава 7475: частицы после СП деформации при: 170 °С (в,г) [64, 103]

В результате анализа структуры и статических испытаний установлено наиболее перспективное сочетание параметров получения образцов композитной структуры в условиях СП с НС матрицей из сплава 2024: температура 270 °С, скорость деформации 10^{-3} с^{-1} с постепенным повышением до 320 °С в конце процесса деформации; композитной структуры с НМ матрицей из сплава 7475: температура 170 °С, скорость деформации 10^{-2} с^{-1} с постепенным повышением до 220 °С в конце процесса деформации.

По этим режимам изготовлены образцы с композитной структурой, армированной борным волокном (Рисунок 5.11).

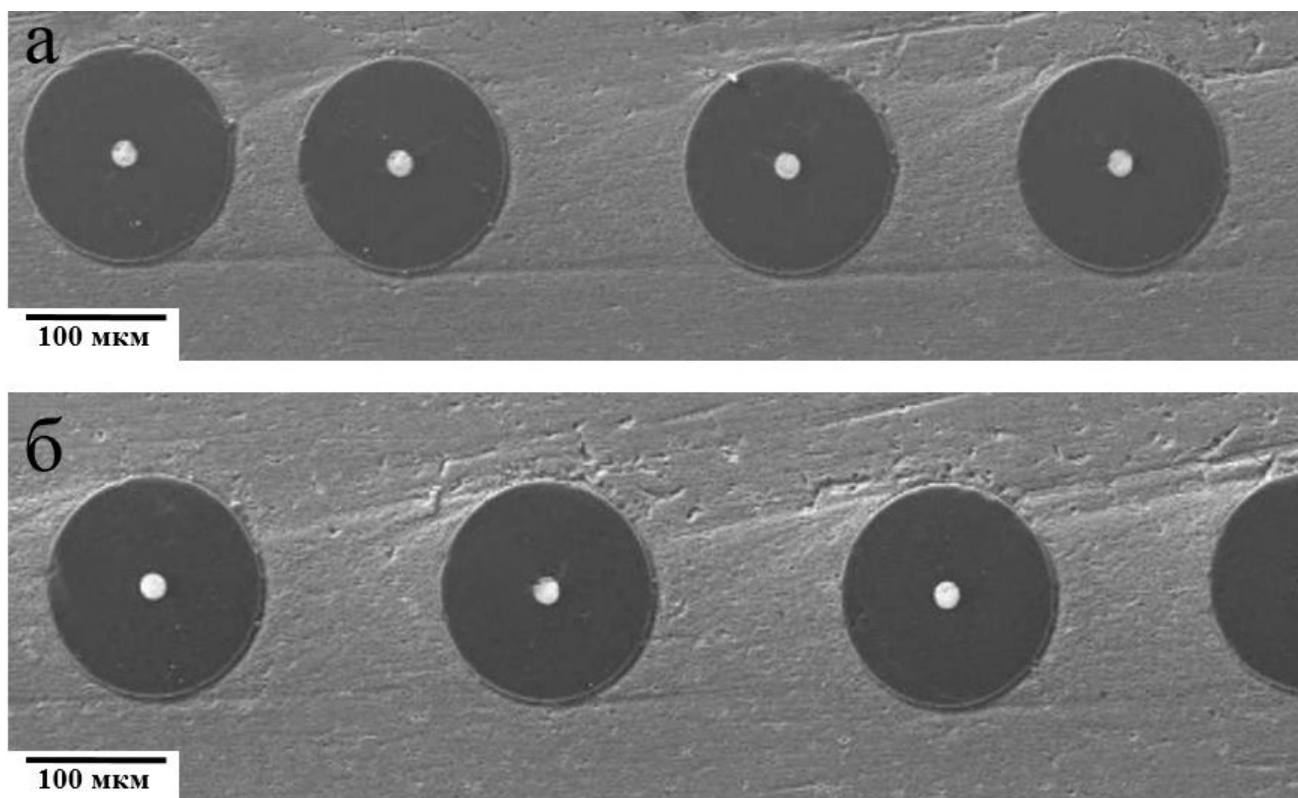


Рисунок 5.11 – Армированная композитная структура Al-B с матрицей из наноструктурированных сплавов: 2024 (а) и 7475 (б)

Образцы с композитной структурой характеризуются однородностью во всём объёме. Граница раздела между слоями фольги металлографическими методами не выявляется; межволоконное пространство полностью заполнено матричным материалом, что однозначно указывает на формирование качественного сварного соединения.

5.3 Итоговые результаты технологического подхода формирования образцов с армированной композитной структурой из наноструктурированной Al или ультрамелкозернистой Ti матриц

В данном разделе обобщены технологические параметры изготовления образцов с армированной композитной структурой из Al или Ti сплавов и высокопрочного волокна бора.

По установленным режимам низкотемпературной СП также изготовлены качественные образцы с композитной структурой из борного волокна и матриц НС сплавов 7475 или 2024, что подтверждает состоятельность предложенной технологии благодаря уникальному сочетанию НС матричного материала, высокопрочного волокна и реализации низкотемпературной СП.

НС материал обеспечивает высокую удельную поверхность и реакционную способность, низкотемпературная СП позволяет сохранить НС состояние и избежать деградации борных волокон.

В таблице 5.2 обобщены исследования ударной вязкости, уровня прочности на трехточечный изгиб и усталостной прочности образцов с композитной структурой, состоящих из чередующихся слоев наноструктурированной металлической фольги и непрерывного борного волокна диаметром 140 мкм.

В работе продемонстрировано изготовление многослойных композитных структур с объемной долей 24-25 % прессованием в вакууме по схеме фольга – волокно – фольга в установленных условиях СП матричного материала с качественным соединением на границах раздела «матрица-матрица» и «матрица-волокно». Использование НС сплава на основе Al или Ti позволяет проводить процесс при пониженных усилиях прессования и температуре и повысить плотность укладки волокон.

Таблица 5.2 – Итоговые результаты изготовления образцов композитных структур и их свойства

Свойства	Композитная структура		Аналог, по литературным данным	
Ударная вязкость, кДж/м ²	НС 2024 + борное волокно (V=25%), d=100 нм, T = 270 °C ε̇ = 10 ⁻³ с ⁻¹	170	2124 - SiC _w + SiC _p [3]	-
Предел прочности при трехточечном изгибе, МПа		1200		-
Прочность при растяжении, МПа		-		526-585
Ударная вязкость, кДж/м ²	НС 1565ч + борное волокно (V=24%), d=230 нм, T = 300 °C ε̇ = 10 ⁻² с ⁻¹	160	Боралюминиевый МКМ марки ВКА- 2 [4]	0,030
Предел прочности при трехточечном изгибе, МПа		1345		1700
Прочность при растяжении, МПа		-		1250
Предел выносливости при трехточечном изгибе, 10 ⁶ , МПа		500		-
Предел выносливости при растяжении, 10 ⁶ , МПа		-		650
Ударная вязкость, кДж/м ²	НС 7475 + борное волокно (V=25%), d=180 нм, T = 170 °C ε̇ = 10 ⁻³ с ⁻¹	165	7075 - SiC+Ti [1] / 7075 - SiC _p +Cr _p [2]	-
Предел прочности при трехточечном изгибе, МПа		1200		-
Прочность при растяжении, МПа		-		527 / 549
Ударная вязкость, кДж/м ²	НС ВТ6 + борное волокно (V=25%), d=200 нм, T = 650 °C ε̇ = 10 ⁻³ с ⁻¹	510	Ламинированный композит Ti– Al3Ti–Al–Al3Ti	-
Предел прочности при трехточечном изгибе, МПа		2500		380
Предел выносливости при трехточечном изгибе, 10 ⁶ , МПа		1200		-
Прочность при растяжении, МПа		-		-
		-	Ti-6Al-4V+ SiC марки SCS-6 (35%)	1690
		-	Ti-6Al-4V+ SiC марки SCS-6 (28- 38%)	1700-2400

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5

1. Исследование механических свойств образцов с композитной структурой в условиях статических, циклических и ударных нагрузок установили для Al-B: показатель прочности при изгибе 1345 МПа, значение ударной вязкости 160 кДж/м², предел ограниченной выносливости 500 МПа; для Ti-B: показатель прочности при изгибе 2420 МПа, значение ударной вязкости 510 кДж/м², предел ограниченной выносливости 1300 МПа.

2. Достигнутое повышение прочности и усталостных свойств образцов с композитной структурой связано с формированием однородной ультрамелкозернистой структуры в матричном материале и высокой прочностью волокон, которые перераспределяет напряжения и меняет траекторию трещины в процессе испытания.

3. С целью расширения набора структур матричного материала по результатам анализа микроструктуры и деформационного поведения установлены температурно-скоростные условия прессования образцов с композитной структурой в условиях низкотемпературной СП с матрицей из НС сплавов 2024 и 7475.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработан метод получения наноструктурированного фольгового полуфабриката толщиной 0,2 мм сплава 1565ч, включающий отжиг при температуре 380 °С, РКУП-Конформ при 200 °С и последующую изотермическую прокатку при 200 °С. Данное состояние характеризуется УМЗ структурой с размером зерен 230 нм и частицами вторых фаз размером 10-30 нм как в теле, так и по границам зерен, которая позволила реализовать низкотемпературную СП при скорости деформации 10^{-2} с^{-1} и температуре 300 °С; при значении напряжения течения 85 МПа максимальные удлинения достигли 660 %, параметр $m=0,42$. Положительное влияние на высокие значения пластичности в НС сплаве 1565ч оказывает УМЗ структура и частицы β -фазы Al_3Mg_2 и фазы Al_6Mn размером 10-30 нм по границам зерен, которые в процессе деформации контролируют укрупнение зерен.

2. Установлены параметры получения в фольговом полуфабрикате для создания армированных композитных структур на основе сплавов 7475, 2024 и ВТ6 с УМЗ (размер зерен 100...220 нм) и частицами наноразмерных фаз в результате термомеханической обработки. Формирование такого состояния во всех сплавах обеспечило реализацию низкотемпературной СП.

3. На основе анализа структуры, температурно-скоростных условий реализации низкотемпературной СП сплавов 1565ч и ВТ6 и компьютерного моделирования установлены параметры процесса прессования образцов с композитной структурой из НС матрицы и непрерывного волокна бора диаметром 140 мкм и объемной долей 24-25 %. Режим СП обеспечил однородное заполнение матричным материалом межволоконного пространства и соединение слоев фольги; позволил снизить температуру прессования с 550-600 °С до 300 °С с НС Al матрицей и с 900 °С до 650 °С.

С 4. Получены образцы с композитной структурой с объемной долей волокон 24-25 % прессованием в режиме низкотемпературной СП, установленном для каждого сплава на основе Al (1565ч, 7475, 2024) и Ti (ВТ6). В результате исследования их механических свойств в условиях статических, циклических и ударных нагрузок с

установлены для Al-B: прочность при изгибе 1345 МПа, значение ударной вязкости 160 кДж/м², предел ограниченной выносливости 500 МПа; для Ti-B: прочность при изгибе 2420 МПа, значение ударной вязкости 510 кДж/м², предел ограниченной выносливости 1300 МПа.

СПИСОК ЦИТИРУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Mabuchi, M.** Processing and development of superplastic metal matrix composites / M. Mabuchi, J. Koike, H. Iwasaki, K. Higahi, T. Langdon // Materials Science Forum. – 1994. – V. 170–172. – P. 503–512.
2. **Rawal, S.P.** Metal-matrix composites for space applications / S.P. Rawal // Journal of The Minerals, Metals & Materials Society. – 2001. – V. 53. – P. 14–17.
3. **Seetharaman, S.** Mechanical properties of sustainable metal matrix composites: a review on the role of green reinforcements and processing methods / S. Seetharaman, J. Subramanian, R.A. Singh, W.L.E. Wong, M.L.S. Nai, M. Gupta // Technologies. – 2022. – V. 10. – # 32.
4. **Zweben, C.H.** Composites: Overview / C.H. Zweben // Encyclopedia of condensed matter physics. – 2005. – P. 192-208.
5. **Bansal, S.A.** Metal matrix composites: properties and applications (Vol.2) / S.A. Bansal, V. Khanna, P. Gupta. – 1st ed. – Boca Raton Florida. – 2022. – <https://doi.org/10.1201/9781003194910> (Eds.).
6. **Huang, Y.** Carbon materials reinforced aluminum composites: a review / Y. Huang, Q. Ouyang, D. Zhang, J. Zhu, R. Li, H. Yu // Acta Metallurgica Sinica (English Letters). – 2014. – V. 27, 5. – P. 775–786.
7. Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий авиационной и космической техники: Материалы V Всероссийской научно-технической конференции, Москва, 2021 г. – Москва: Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов, – 2021. – 315 с. – ISBN 978-5-905217-72-2.
8. **Chawla, N.** Metal Matrix Composites / N. Chawla, K. K. Chawla. – New York: Springer Science + Business Media, Inc., – 2006. – P. 351–379.
9. **Almangour, B.** Additive Manufacturing of Emerging Materials / B. Almangour. – Cham: Springer, – 2019. – 355 p.
10. **DebRoy, T.** Additive manufacturing of metallic components – Process, structure and properties / T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski,

A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang // Progress in Materials Science. – 2018. – Vol. 92. – P. 112–224.

11. **Серпова, В. М.** Гибридные металлические композиционные материалы на основе алюминиевых сплавов (обзор) / В. М. Серпова, Д. В. Сидоров, А. Н. Няфкин, Е. И. Курбаткина // Труды ВИАМ. – 2021. – № 3(97). – С. 68-77.

12. **Venugopal, S.** Microstructure and physical properties of hybrid metal matrix composites AA6061–TiO₂–SiC via stir casting techniques / S. Venugopal, L. Karikalan // Materials Today: Proceedings. – 2020. – P. 2–6.

13. **Gowrishankar, M.C.** Experimental validity on the casting characteristics of stir cast aluminium composites / M.C. Gowrishankar, P. Hiremath, M. Shettar et al. // Journal of Materials Research and Technology. – 2020. – Vol. 9. – Iss. 3. – P. 3340–3347.

14. **Oh, K.H.** Short-fiber/particle hybrid reinforcement: effects on fracture toughness and fatigue crack growth of metal matrix composites / K.H. Han, K.S. Oh // Composites Science and Technology. – 2007. – Vol. 67. – Iss. 7–8. – P. 1719–1726.

15. **Hu, J.** Mechanical properties and damping capacity of SiCp/TiNif/Al composite with different volume fraction of SiC particle / J. Hu, W. Wu, Q. Zhang, H. Gou // Composites. Part B: Engineering. – 2014. – Vol. 66. – P. 400–406.

16. **Lu, T.W.** Enhanced mechanical properties and thermo-physical properties of 7075Al hybrid composites reinforced by the mixture of Cr particles and SiCp / T.W. Lu, W.P. Chen, P. Wang et al. // Journal of Alloys and Compounds. – 2018. – Vol. 735. – P. 1137–1144.

17. **Liu, Y.X.** Effects of particle size and properties on the microstructures, mechanical properties, and fracture mechanisms of 7075Al hybrid composites prepared by squeeze casting / Y.X. Liu, C. Yang, W.P. Chen et al. // Journal of Materials Science. – 2014. – Vol. 49. – P. 7855–7863.

18. **Chen, W.** (SiCp+Ti)/7075Al hybrid composites with high strength and large plasticity fabricated by squeeze casting / W. Chen, Y. Liu, C. Yang et al. // Materials Science and Engineering: A. – 2014. – Vol. 609. – P. 250–254.

19. **Shalaby, E.A.M.** Preparation and characterization of hybrid A359/(SiC+Si₃N₄) composites synthesized by stir/squeeze casting techniques / E.A.M. Shalaby, A.Y.

Churyumov, A.N. Solonin, A. Lotfy // *Materials Science and Engineering: A*. – 2016. – Vol. 674. – P. 18–24.

20. **Ko, B.C.** The effect of aging treatment on the microstructure and mechanical properties of AA2124 hybrid composites reinforced with both SiC whiskers and SiC particles / B.C. Ko, Y.C. Yoo // *Composites Science and Technology*. – 1999. – Vol. 59. – Iss. 5. – P. 775–779.

21. **Pandian, V.** Processing and preparation of aerospace-grade aluminium hybrid metal matrix composite in a modified stir casting furnace integrated with mechanical supersonic vibration squeeze infiltration method / V. Pandian, S. Kannan // *Materials Today Communications*. – 2020. – Vol. 26. – P. 101732.

22. **Ahamad, N.** Wear characteristics of Al matrix reinforced with Al₂O₃- carbon hybrid metal matrix composites / N. Ahamad, A. Mohammad, P. Gupta // *Materials Today: Proceedings*. – 2020. – Vol. 33. – No. 1. – P. 2–6.

23. **Лебедева, Ю.Е.** Защитные высокотемпературные покрытия для композиционных материалов на основе SiC / Ю.Е. Лебедева, Н.В. Попович, Л.А. Орлова // *Труды ВИАМ*. – 2013. – № 2. – 19 с. ВИАМ/2013-Тр-02-06.

24. Волокнистые композиционные материалы / пер. с англ. – М. – 1967. – *Современные композиционные материалы* / под ред. П. Крока и Л. Броутмана; пер. с англ. – М. – 1970. – Туманов А. Т., Портной К. И. // *Докл. АН СССР*. – 1971. – т. 197. – № 1. – с. 75; 1972. – т. 205. – № 2. – с. 336.

25. **Кулик, В. И.** Армирующие волокна для композиционных материалов: учебное пособие / В. И. Кулик, А. С. Нилов. – Санкт-Петербург: БГТУ "Военмех" им. Д.Ф. Устинова. – 2019.

26. **Adsit, N.R.** Composites for Space Application / N.R. Adsit // *ASTM Standartisation News*. – 1984. – Dec.

27. FDL Begins Aluminum Matrix Composite Structure Program // *Light Metal Age*. – 1981. – V. 39. – № 11. – P. 36.

28. **Knoell, A.G.** Evaluation of Boron-Aluminum Tubes in Compossion / A.G. Knoell // *J. Spacecraft and Rockets*. – 1975. – V. 12. – № 10. – P. 635–637.

29. **Weisinger, M.D.** Boron-Aluminum Tube Struts for NASA Space Shuttle / M.D. Weisinger // Metals Abstracts. – 1979. – P. 69–72.
30. **Гришина, О. И.** Аспекты применения высокопрочных и высокомодульных волокнистых металлических композиционных материалов авиационного назначения (обзор) / О. И. Гришина, В. Н. Кочетов, А. А. Шавнев, В. М. Серпова // Труды ВИАМ. – 2014. – № 10. – 16 с.
31. **Garibotey, G.F.** Trends in Aerospace Materials / G.F. Garibotey // Astronautic and Aeronautics. – 1978. – V. 16. – № 7–8. – P. 70–81.
32. National Research Council Advanced Fibers for High-Temperature Ceramic Composites: Advanced Materials for the Twenty-First Century // Nat. Academy Press. Washington D.C. – 1998. – P. 37–38.
33. Clyne T. W., Simancik F. (ред.) MMC VIII: Metallic Composites and Foams. London: Royal Society, 2001.
34. **Шалин, Р.Е.** Титановые сплавы в авиационном приборостроении / Р.Е. Шалин, В.М. Ильченко // Технология легких сплавов. – 1995. – В. 3. – С.10-14.
35. **Шавнев, А.А.** Современное состояние, перспективы развития и применение металлических композиционных материалов / А.А. Шавнев, Е.И. Курбаткина, А.Н. Большакова [Электронный ресурс] / НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ. – М.: НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ. – 2021. – 141 с.
36. Smarsly, W. Baur H., Glitz G., Clemens H., Khan T., Thomas M. Titanium aluminides for automotive and gas turbine applications / W. Smarsly, H. Baur, G. Glitz, H. Clemens, T. Khan, M. Thomas // Structural Intermetallics. ed. by K. J. Hemker, D. M. Dimiduk, H. Clemens et al. Warrendale, PA: TMS, 2001. P. 25–34.
37. Metal and Ceramic Matrix Composites: an Oxford-Kobe materials text / ed. by B. Cantor, F. P. E. Dunne, I. C. Stone. – Bristol; Philadelphia: IOP Publ., 2003. – xii, 429 p. – (Series in Materials Science and Engineering). – ISBN 0-7503-0872-9.
38. **Yamazaki, Y.** Normal and Abnormal Fracture Behaviors in Low-Cycle Fatigue of a Unidirectionally Reinforced SCS-6/SP-700 Composite / Y. Yamazaki, A. Ikada, M. Okazaki // Key Engineering Materials. – 2004. - V. 261–263. - P. 1091–1096.

39. **Гришина, О. И.** Влияние диаметра волокон карбида кремния на механические свойства композиционных материалов (обзор) / О. И. Гришина, В. М. Серпова // Труды ВИАМ. – 2018. – № 5 (65). – С. 55-63.
40. **Guo, Shuqi.** Fiber size effects on mechanical behaviours of SiC fibres-reinforced Ti_3AlC_2 matrix composites / Shuqi Guo // Journal of the European Ceramic Society. – 2017. – Vol. 37. – No. 15. – P. 5099–5104.
41. **Lou, Juhong.** Effect of properties of SiC fibers on longitudinal ten sile behavior of SiCf/Ti-6Al-4V composites / Juhong Lou, Yanqing Yang, Shenquan Liu // Journal of Wuhan University of Technology Materials Science Edition. – 2017. – Vol. 32. – No. 2. – P. 278–283.
42. **Galyshev, S.** The Dependence of the Strength of a Carbon Fiber/Aluminum Matrix Composite on the Interface Shear Strength between the Matrix and Fiber / S. Galyshev, B. Atanov // Metals. – 2022. – 12. – 1753. – <https://doi.org/10.3390/met12101753>
43. **Galyshev, S.** On the Strength of the CF/Al-Wire Depending on the Fabrication Process Parameters: Melt Temperature, Time, Ultrasonic Power, and Thickness of Carbon Fiber Coating / S. Galyshev // Metals. – 2021. – 11. – 1006.
44. **Astanin, V.V.** The Effect of the Matrix Superplastic Deformation on Interface Reaction in Fiber Reinforced Composites / V.V. Astanin, L.A. Imayeva // Scripta Metall. Mater. – 1995. – vol. 32(9). – pp. 1495–1500. – [https://doi.org/10.1016/0956-716X\(95\)00194-Z](https://doi.org/10.1016/0956-716X(95)00194-Z)
45. **Rahman, K.M.** A high strength Ti–SiC metal matrix composite / K.M. Rahman, V.A. Vorontsov, S.M. Flitcroft, D. Dye // Adv. Eng. Mater. – 2017. – 19 (7). – 1700027. – <http://dx.doi.org/10.1002/adem.201700027>.
46. **Bansal, S.A.** Metal Matrix Composites: Properties and Applications (Vol.2) / S.A. Bansal, V. Khanna, P. Gupta. – 1st ed. – Boca Raton Florida. – 2022. – <https://doi.org/10.1201/9781003194910> (Eds.).
47. **Zweben, C.H.** Composites: Overview / C.H. Zweben // Encyclopedia of Condensed Matter Physics. – 2005. – 192-208. – <https://doi.org/10.1016/B0-12-369401-9/00545-3>.

48. **Khanna, V.** Aluminium-carbon fibre metal matrix composites: A Review / V. Khanna, V. Kumar, S.A. Bansal // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. – 2021. – 1033. – 012057. – <https://doi.org/10.1088/1757-899X/1033/1/012057>.
49. **Астанин, В.В.** Кооперированные процессы и локализация сверхпластической деформации. Диссертации на соискание ученой степени доктора физико-математических наук / В.В. Астанин // Институт проблем сверхпластичности металлов. Москва. – 1996.
50. **Сиренко, А.А.** Взаимосвязь структуры и свойств боралюминиевых композитов, полученных горячим прессованием. Диссертации на соискание ученой степени кандидата технических наук / А.А. Сиренко // Уфимский ордена Ленина авиационный институт им. С. Орджоникидзе. Уфа, 1990.
51. **Astanin, V.V.** Two stages of interfacial reaction in B-Al composite / V.V. Astanin, L.A. Imaeva // Journal of Materials Science. – 1994. – 29. – 3351–3357. – <https://doi.org/10.1007/bf00356684>.
52. **Салибеков, С.Е.** Алюминиевые матричные сплавы для композиционных материалов // Металловедение алюминиевых сплавов. – М.: Наука, 1985. – С. 204-209.
53. **Астанин, В.В.** Получение металло-матричных композитов с применением эффекта сверхпластичности / В.В. Астанин // Вестник УГАТУ. – 2002. – Вып. 2. – С. 34-43.
54. **Astanin, V.V.** Model for grain boundary sliding and its relevance to optimal structural superplasticity PART 3 - effect of flow localisation and specimen thickness on superplasticity in alloy SUPRAL 100 / V.V. Astanin, K.A. Padmanabhan, S.S. Bhattacharya // Materials Science and Technology. – 1996. – V. 12(7). – P. 545-550.
55. **Astanin, V.V.** Superplasticity of foils of Al-5.8Mg-0.5Mn alloy / V.V. Astanin, A.A. Sirenko // Известия Академии наук СССР. Металлы. – 1990. – Т. 4. – С. 132.
56. **Zhang, Q.** Superplasticity of Al-Zn-Mg-Cu composite containing uniform TiB₂ nanoparticles / Q. Zhang, X. Ju, Liu, J., L. Wang, Y. Li, H. Wang, Zh. Chen // Materials Characterization. – 2021. – 182. – 111531. – <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111531>.

57. **Kawasaki, M.** Superplasticity in ultrafine-grained materials / M. Kawasaki, T.G. Langdon // *Reviews on Advanced Materials Science*. – 2018. – V. 54. – P. 46-55.
58. **Edalati, K.** Room-temperature superplasticity in an ultrafine-grained magnesium alloy / K. Edalati, T. Masuda, M. Arita, M. Furui, X. Sauvage, Z. Horita, R.Z. Valiev // *Scientific Reports*. – 2017. – V. 7. – P. 1–9.
59. **Somekawa, H.** Superior room temperature ductility of magnesium dilute binary alloy via grain boundary sliding / H. Somekawa, A. Singh // *Scripta Materialia*. – 2018. – V. 150. – P. 26–30.
60. **Chinh, N.Q.** Ultralow-temperature superplasticity and its novel mechanism in ultrafine-grained Al alloys / N.Q. Chinh, M.Yu. Murashkin, E.V. Bobruk, J.L. Lábár, J.L. Gubicza, Z. Kovács, A.Q. Ahmed, V. Maier-Kiener, R.Z. Valiev // *Materials Research Letters*. – 2021. – V. 9(11). – P. 475-482.
61. **Wang, W.** Deformation mechanisms for superplastic behaviors in a dual-phase high specific strength steel with ultrafine grains / W. Wang, M. Yang, D. Yan, P. Jiang, F. Yuan, X. Wu // *Materials Science and Engineering A*. – 2017. – V. 702. – P. 133–141.
62. **Yu, C.Y.** Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum / C.Y. Yu, P.W. Kao, C.P. Chang // *Acta Materialia*. – 2005. – V. 53. – P. 4019–4028.
63. **Edalati, K.** Room-temperature superplasticity in an ultrafine-grained magnesium alloy / K. Edalati, T. Masuda, M. Arita, M. Furui, X. Sauvage, Z. Horita, R.Z. Valiev // *Scientific Reports*. – 2017. – V. 7. – P. 1–9.
64. **Бобрук, Е. В.** Наномасштабные особенности границ зерен и механизмы низкотемпературной сверхпластичности наноструктурированных сплавов на основе алюминия // диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. – «Уфимский университет науки и технологий». – Уфа. – 2025.
65. **Валиев, Р. З.** Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Р. З. Валиев, И. В. Александров. – М.: Логос. – 2000. – 272 с.

66. **Лутфуллин, Р.Я.** Перспектива изготовления наноструктурного листа из титанового сплава ВТ6 изотермической прокаткой / Р.Я. Лутфуллин, М.Х. Мухаметрахимов, П.А. Классман, В.В. Астанин // Перспективные материалы. – 2013. – В. 15. – С. 66-69.
67. **Астанин, В.В.** Способ изготовления листового полуфабриката из титанового сплава / В.В. Астанин, О.А. Кайбышев // Патент на изобретение RU 2320771 С1. – 27.03.2008. – Заявка № 2006125691/02 от 06.07.2006.
68. **Классман, Е.Ю.** Получение листов сплава ВТ22 с УМЗ структурой путем изотермической прокатки / Е.Ю. Классман, В.В. Астанин, П.А. Классман // Перспективные материалы. – 2009. – № 7. – С. 14.
69. **Лопатин, Н.В.** Структура и механические свойства наноструктурного листа из титана ВТ1-0, полученного холодной прокаткой / Н.В. Лопатин, Г.С. Дьяконов, С.В. Жеребцов, Г.А. Салищев // Научные ведомости. Серия Математика. Физика. – 2010. – №11(82). – Вып. 19. – С. 69.
70. **Lutfullin, R. Y.** On the formation of pores in VT6 titanium alloy under low temperature superplasticity deformation / R. Y. Lutfullin, M.Kh. Mukhametrakhimov, A. A. Kruglov // Letters on Materials. – 2013. – V. 3(4). – P. 292-294. – <https://doi.org/10.22226/2410-3535-2013-4-292-294>
71. **Salishchev, G. A.** Development of Ti–6Al–4V sheet with low temperature superplastic properties / G. A. Salishchev, R. M. Galeev, O. R. Valiakhmetov, R. V. Safiullin, R. Y. Lutfullin, O. N. Senkov, F. H. Froes, O. A. Kaibyshev // Journal of Materials Processing Technology. – 2001. – V.116. – P. 265-268.
72. **Sheikhali, A. H.** Hot working of SP-700 titanium alloy with lamellar $\alpha + \beta$ starting structure using a processing map / A. H. Sheikhali, M. Morakkabati // International Journal of Materials Research. – 111. – (2020). – P. 1. – <https://doi.org/10.3139/146.111881>
73. **Zha, M.** Prominent role of multi-scale microstructural heterogeneities on superplastic deformation of a high solid solution Al–7Mg Alloy / M. Zha, H. Zhang, H. Jia, Y. Gao, Sh. Jin, G. Sha, R. Bjørge, R.H. Mathiesen, H.J. Roven, H. Wang, Y. Li // International journal of plasticity. – 2021. – V. 146. – P. 103108.

74. **Song, Z.** Mechanism of room-temperature superplasticity in ultrafine-grained Al–Zn alloys / Z. Song, R. Niu, X. Cui, E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, N.A. Enikeev, Ji. Gu, M. Song, V. Bhatia, S.P. Ringer, R.Z. Valiev, X. Liao // *Acta Materialia*. – 2023. – Т. 246. – # 118671.
75. **Mondolfo, L.F.** Structure of the aluminium: magnesium: zinc alloys / L.F. Mondolfo // *International Metals Reviews*. – (1971). – 153:95–124.
76. **Тептерев, М.С.** Исследование влияния режимов отжига на эволюцию зеренной структуры и интерметаллидных фаз в холоднокатаной ленте из алюминиево-магниевого сплава / М.С. Тептерев, Е.В. Арышенский, С.В. Гук, В.Е. Баженов, А.М. Дриц, Р. Кавалла // *Физика металлов и металловедение*. – 2020. – Т. 121. – № 9. – С. 995–1002.
77. **Ильин А. А.,** Колачёв Б. А., Полькин И. С. Титановые сплавы: состав, структура, свойства. — М.: ВИС-МАТИ, 2009.
78. **Бобрук, Е.В.** Проявление сверхпластичности при пониженных температурах сплава 1565ч системы Al–Mg в ультрамелкозернистом и наноструктурном состояниях / Е.В. Бобрук, И.А. Рамазанов, В.В. Астанин, Н.Г. Зарипов, В.У. Казыханов, А.М. Дриц, М.Ю. Мурашкин, Н.А. Еникеев // *Физика металлов и металловедение*. – 2023. – Т. 124. – № 8. – С. 771-782.
79. **Бобрук, Е.В.** Эволюция микроструктуры и механические свойства металломатричного композита Al–В с ультрамелкозернистой алюминиевой матрицей / Е.В. Бобрук, И.А. Рамазанов, В.В. Астанин // *Физическая мезомеханика*. – 2024. – Т.27. – № 4. – С.22-33.
80. **Lutterotti, L.** Total pattern fitting for the combined size–strain–stress–texture determination in thin film diffraction / L. Lutterotti // *Nuclear instruments and methods in physics research, Section B*. – 2010. – V.268, I. 3-4. – P. 334-340.
81. **Lutterotti, L.** Combined texture and structure analysis of deformed limestone from time-of-flight neutron diffraction spectra / L. Lutterotti, S. Matthies, H.-R. Wenk, A. Schultz, J. Richardson // *Journal of Applied Physics*. – 1997. V. 81(2). - P. 594–600.

82. **Smallman, R.** Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-Ray Debye–Scherrer spectrum / R. Smallman, G. Williamson // *Philosophical Magazine A*. – 1956. – V. 1(1). – P. 34–46.
83. **Griffiths, M.** Determination of dislocation densities in hexagonal close-packed metals using X-Ray diffraction and transmission electron microscopy / M. Griffiths, J. E. Winegar, J. E. Mecke, R. A. Holt // *Advances in X-Ray Analysis*. – 1991. – V. 35. – P. 593.
84. **Popa, N. C.** The (hkl) Dependence of Diffraction-Line Broadening Caused by Strain and Size for all Laue Groups in Rietveld Refinement / N.C. Popa // *Journal of Applied Crystallography*. – 1998. – V. 31. – P. 176.
85. **Dyakonov, G. S.** Annealing behavior of severely-deformed titanium Grade 4 / G. S. Dyakonov, S. Mironov, N. Enikeev, I. P. Semenova, R. Z. Valiev, S. L. Semiatin // *Materials Science and Engineering: A*. – 2019. – Vol. 742. – P. 89-101.
86. **Astanin, V.V.** High strain-rate superplasticity of ultrafine-grained Al-Mg-Mn-Zn-Zr alloy / V.V. Astanin, E.V. Bobruk, I.A. Ramazanov, M.M. Abramova, N.G. Zaripov, N.A. Enikeev // *Letters on Materials*. – 2023. – Т. 13. – № 4 (52). – С. 408-413.
87. **Гречников, Ф.В.** Теория пластического деформирования металлов: учебник / Ф.В. Гречников, В.Р. Каргин. – Самара: Издательство Самарского университета. – 2021. – 448 с.
88. **Astanin, V.V.** Low temperature superplasticity of ultrafine-grained VT6 alloy / V.V. Astanin, I.A. Ramazanov, N. Enikeev, E.V. Bobruk // *Transactions of the Indian institute of metals*. – 2025. – V. 78, 2. – P. 37-47.
89. **Bobruk, E.V.** Al-Mg-Mn-Zn-Zr alloy with refined grain structure to develop Al-B fiber-reinforced metal matrix composites compacted in superplastic conditions / E.V. Bobruk, V.V. Astanin, I.A. Ramazanov, N.G. Zaripov, V.U. Kazykhanov, N.A. Enikeev // *Materials Today Communications*. – 2023. – V. 37. – # 107527.

90. **Kaibyshev, O.A.** Superplasticity resulting from cooperative grain boundary sliding / O.A. Kaibyshev, A.I. Pshenichniuk, V.V. Astanin // *Acta Materialia*. – 1998. – V. 46(14). – P. 4911-4916.
91. **Астанин, В.В.** Способ получения композитов с металлической матрицей, использующий эффект низкотемпературной сверхпластичности / В.В. Астанин, Е.В. Бобрук, И.А. Рамазанов // Патент RU 2819775 С1. РФ. – № 2023131317 от 30.11.2023: опубл. 24.05.2024. – 10 с.
92. **Ramazanov, I.A.** Modeling and obtaining of metal-matrix composite with ultrafine-grained Ti matrix / I.A. Ramazanov, M.E. Klimov, A.I. Gomzin, V.V. Astanin, E.V. Bobruk // *Materials letters*. – 2025. – V.385(6). – # 138145.
93. **Zherebtsov, S.V.** Microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine Ti-6Al-4V during low-temperature superplastic deformation / S.V. Zherebtsov, E.A. Kudryavtsev, G.A. Salishchev, B.B. Straumal, S.L. Semiatin // *Acta Materialia*. – 2016. – V. 121. – P. 152-163.
94. **Лутфуллин, Р.Я.** Оксидный поверхностный слой и твердофазная свариваемость титановых сплавов / Р.Я. Лутфуллин, М.Х. Мухаметрахимов // *Letters on Materials*. – 2021. – V. 11 (3). – P. 363-366.
95. **Мухаметрахимов, М.Х.** Влияние оксидной пленки на твердофазную свариваемость листа из титанового сплава ВТ6 при пониженных температурах / М.Х. Мухаметрахимов, Р.Я. Лутфуллин // *Фундаментальные проблемы современного материаловедения*. – 2017. – Т. 14 №4. – P. 523-527.
96. **Patlan, V.I.** Crack growth in ultrafine-grained AA6063 produced by equal-channel angular pressing / V.I. Patlan, A. Vinogradov, K. Higashi, K. Kitagawa // *Materials Science and Engineering A*. – 2001. – V. 300(1). – P. 171-182. – Doi: 10.1016/S0921-5093(00)01682-8.
97. **Vinogradov, A.** Fatigue life of fine-grain Al–Mg–Sc alloys produced by equal-channel angular pressing / A. Vinogradov, K. Washikita, K. Kitagawa, V.I. Kopylov // *Materials Science and Engineering*. – 2003. – V. A349. – P. 318-326. – Doi: 10.1016/S0921-5093(02)00813-4.

98. **Рамазанов, И. А.** Свойства композита из ультрамелкозернистой титановой матрицы и непрерывного борного волокна / И. А. Рамазанов // *Materials. Technologies. Design.* – 2026. – Т. 8. – No 3(26). – 14–21.
99. **Patselov, A.M.** Fracture Toughness of Ti-Al₃Ti-Al-Al₃Ti Laminate Composites under Static and Cyclic Loading Conditions / A.M. Patselov, S.V. Gladkovskii, R.D. Lavrikov, I.S. Kamantsev // *Russian Metallurgy (Metally).* – 2015. – V. 2015 – No. 10. – P. 811 – 815.
100. **Galliamova, R.F.** Study of carbon-aluminum composite with barrier coating on carbon fibers / R.F. Galliamova, R.L. Safiullin, V.A. Dokichev, F.F. Musin // *Oil and Gas Business.* – 2023. – 21, 5. – 182-191. – doi.org/10.17122/ngdelo-2023-5-182-191.
101. **Lendvai, J.** Precipitation and strengthening in aluminium alloys / J. Lendvai // *Materials Science Forum.* – 1996. – V. 217–222. – P.43–56.
102. **Bobruk, E.V.** Low-temperature superplasticity and high strength in the Al 2024 alloy with ultrafine grains / E.V. Bobruk, M.Yu. Murashkin, I.A. Ramazanov, V.U. Kazykhanov, R.Z. Valiev // *Materials.* – 2023. – Т. 16, № 2. – С. 727.
103. **Bobruk, E.V.** Low-temperature superplasticity of ultrafine-grained aluminum alloys: recent discoveries and innovative potential / E.V. Bobruk, N.G. Zaripov, I.A. Ramazanov, N.Q. Chinh, R.Z. Valiev // *Materials.* – 2024. – Т. 17, № 13. – С. 3311.
104. **Bobruk, E.V.** Low-temperature superplastic behavior of nanostructured Al-Zn-Mg-Cu alloy / E.V. Bobruk, I.A. Ramazanov, A.V. Ganeev, A. P. Orlov, A.V. Mikhaylovskaya, M. Yu. Murashkin // *Materials Letters.* – 2024. – V. 377. – # 137497.
105. **Valiev, R.Z.** Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov // *Progress in Materials Science.* – 2000. – V. 45. – P. 103-189.
106. **Колобов, Ю.Р.** Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов / Ю. Р. Колобов, Р. З. Валиев, Г. П. Грабовецкая [и др.]. – Новосибирск, 2001. – 232 с.

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2819775

Способ получения композитов с металлической матрицей, использующий эффект низкотемпературной сверхпластичности

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Уфимский университет науки и технологий" (RU)*

Авторы: *Астанин Владимир Васильевич (RU), Бобрук Елена Владимировна (RU), Рамазанов Ильнар Альфридович (RU)*

Заявка № 2023131317

Приоритет изобретения 30 ноября 2023 г.

Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 24 мая 2024 г.

Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 30 ноября 2043 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

документ подписан электронной подписью
Сертификат 42966801e18c3164b896f83b73b43a7
Владелец **Зубов Юрий Сергеевич**
Действителен с 18.05.2023 по 02.08.2024

Ю.С. Зубов



Приложение 2 Акт об использовании результатов



ООО «СКАУТ»
ИНН 0273947489 КПП 027301001
450061, Уфа, Интернациональная, 99
+7 347 246-03-38
skaut-info@mail.ru

Исх. № 3 от 31.08.2026г.

г. Уфа

Акт

об использовании результатов диссертационной работы Рамзанова Ильнара Альфريدовича на тему: «Наноструктурированные сплавы на основе Al и Ti для создания армированных композитных структур»

Настоящим актом подтверждаем, что результаты диссертационной работы Рамзанова Ильнара Альфريدовича представляют значительный практический интерес для ООО «Скаут» при производстве беспилотных летательных аппаратов. Основой для проведения этих работ послужили результаты исследований формирования однородной мелкозернистой структуры с размером зерен менее 1 мкм и установленные температурно-скоростные условия деформации по получению сложных изделий в режиме сверхпластичности при температурах до 300°C из высокопрочных алюминиевых сплавов серии 7xxx (Al-Zn-Mg-Cu) и 2xxx (Al-Cu-Vig) со значениями прочности, превосходящими имеющиеся аналоги в 1,5-2 раза, которые идеально подходят для несущих элементов дронов, требующих высокой механической прочности и надежности.

На ООО «Скаут» осваиваются новые технологические подходы для производства элементов изделий и конструкций БВС из высокопрочных наноструктурированных сплавов:

1. Для ИРТ-90 - мультироторного типа (взлетный вес - 90 кг, грузоподъемность - 45 кг, время в полете - до 3,5 часов дальность полета до 350 км) изготавливаются: - элементы несущей рамы (угловые соединители, профилированные прямоугольные элементы), соединяемые заклепками, - цанги для крепления отходящих композитных лучей; пластины крепления электродвигателей к лучам.

2. ИРТ - 5 - самолетного типа (взлетный вес - 29 кг, грузоподъемность - 8 кг, время в полете - до 18 часов, дальность полета до 1250 км): - цанги для крепления съемных балок хвостового оперения; - несущие пластины переднего шасси.

Ранее для вышеуказанных узлов использовался менее прочный и более тяжелый материал в конечном продукте.

В связи с используемыми температурными режимами ниже 300 °C (для сверхпластической деформации), при формировании заготовок обеспечивается высокий уровень прочности и снижается вес соответствующих узлов в готовом БВС. При этом затраты и сроки на освоение и технологическую подготовку производства заметно сокращаются, так как практически используются имеющиеся в ООО «Скаут» технологическое оборудование и производственные помещения. А также не требуется привлечение новых сотрудников/специалистов.

P.S. Технологии изготовления дронов включают в себя ряд сложных процессов и компонентов, которые не являются общедоступными.

Директор



Хисматуллин К.А.

Приложение 3 Акт об использовании результатов

МИНИСТЕРСТВО ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ТОРГОВЛИ РФ ДЕПАРТАМЕНТ АВИАЦИОННОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Акционерное общество
ТЕХНОЛОГИЯ НЭМ
ПРОИЗВОДСТВОНА ОЙОШТОРОУ
ИНСТИТУТЫ



АО
НИИТ

Акционерное общество
ИНСТИТУТ
ТЕХНОЛОГИИ И ОРГАНИЗАЦИИ
ПРОИЗВОДСТВА

450054, Башкортостан Республикаһы
Өфө ҡалаһы, Октябрь пр., 69/2
Тел.: (347) 233-71-71, (347) 268-72-28. Факс: (347) 233-72-28
E-mail: uf_niit@mail.ru; office-aoniit@ufa-niit.ru

450054, Республика Башкортостан
г. Уфа, пр. Октября, 69/2
Тел.: (347) 233-71-71, (347) 268-72-28. Факс: (347) 233-72-28
E-mail: uf_niit@mail.ru; office-aoniit@ufa-niit.ru

« ____ » _____ 20 ____ г. № _____

На № _____ от « ____ » _____ 20 ____ г.

Акт

об использовании результатов диссертационной работы Рамазанова Ильнара Альфридовича на тему: «Композиционные материалы на основе наноструктурированных алюминиевых и титанового сплавов, армированных высокопрочными волокнами»

Настоящим актом подтверждаем, что результаты диссертационной работы Рамазанова Ильнара Альфридовича представляют значительный практический интерес для АО НИИТ при производстве рабочих лопаток компрессора ГТД. Основой для проведения данных работ послужили результаты исследований по получению листового полуфабриката толщиной 0,2 мм из алюминиевого и титанового сплавов с однородной мелкозернистой структурой (с размером зерен менее 1 мкм), а также их применение для создания метало-композитного материала, армированного непрерывными борными волокнами. Установленные температурно-скоростные условия деформации для получения сложных изделий в режиме сверхпластичности (при температурах до 300 °С (ранее 500 °С) для высокопрочных алюминиевых сплавов и при температуре 650 °С (ранее 900 °С) для титанового сплава ВТ6 позволят существенно снизить энергозатраты при изготовлении деталей из тонких листов. Кроме того, данные решения позволяют заменить отдельные элементы конструкции из традиционных материалов на МКМ, полученных по разработанной технологии, с целью снижения массы конструкции при одновременном повышении её физико-механических характеристик.

АО НИИТ считает возможным применение новых технологических подходов для производства изделий типа рабочие лопатки, лопатки соплового аппарата компрессора ГТД из высокопрочных наноструктурированных метало-композиционных материалов. Ранее для вышеуказанных узлов использовался материал с большей температурой формования, что более энергозатратно.

В связи с используемыми температурными режимами ниже 300 °С (для сверхпластической деформации), при формовании заготовок обеспечивается высокий уровень прочности и снижение энергозатраты на изготовление соответствующих узлов в готовых изделиях. При этом затраты и сроки на освоение и технологическую подготовку производства заметно сокращаются, так как практически используются имеющиеся в АО НИИТ технологическое оборудование и производственные помещения. А также не требуется привлечение новых сотрудников/специалистов.

Генеральный директор



Каримов И.Г.

Приложение 4 Акт об использовании результатов

Акт

об использовании результатов диссертационной работы Рамазанова Ильнара Альфридовича на тему: «Наноструктурированные сплавы на основе Al и Ti для создания армированных композитных структур»

Настоящим актом подтверждаем, что результаты диссертационной работы Рамазанова Ильнара Альфридовича представляют высокий практический интерес для ООО «Смарт Комплишен Технолоджи» и приняты к использованию при проектировании и производстве беспилотных авиационных систем (БАС).

Научную и практическую основу для внедрения составили разработанные автором технологические режимы формирования однородного наноструктурированного состояния в алюминиевом сплаве марки 1565ч. Исследователем установлены оптимальные температурно-скоростные условия, обеспечивающие проявление эффекта низкотемпературной сверхпластичности при температурах до 300 °С. Данный эффект достигается за счет формирования регламентированного распределения наночастиц в теле и по границам зерен в процессе получения тонколистовых и фольговых полуфабрикатов.

Применение результатов работы в производственном цикле ООО «Смарт Комплишен Технолоджи» позволяет достичь следующих результатов:

1. Снижение энергоемкости производства: переход на низкотемпературное формообразование (до 300 °С) существенно снижает термические нагрузки на технологическое оборудование и сокращает затраты на энергоносители.

2. Повышение эксплуатационных характеристик: уникальное свойство сплава сохранять высокий уровень прочности после сверхпластической деформации позволяет изготавливать цельноштампованные тонкостенные корпусные детали сложной геометрии без потери их несущей способности.

Перспективы дальнейшего внедрения: Обладая развитыми мощностями по механической обработке и изготовлению изделий высокой сложности, ООО «Смарт Комплишен Технолоджи» рассматривает результаты диссертационного исследования как базовую технологию для долгосрочного освоения новых продуктов:

- В производстве деталей планера БПЛА: использование наноструктурированной фольги и тонких листов из сплава 1565ч в качестве матричных слоев перспективных слоистых металло-композитных материалов (МКМ) для изготовления панелей фюзеляжа, лонжеронов и нервюр крыла.

- В смежных продуктовых линейках: применение разработанной технологии получения наноструктурированных полуфабрикатов для изготовления широкого спектра высоконагруженных облегченных конструкций и элементов приборостроения.

Использование предложенных Рамазановым И.А. подходов позволяет предприятию сократить сроки и издержки на технологическую подготовку производства за счет эффективной адаптации существующего парка оборудования без необходимости привлечения сторонних специалистов.

Директор

ООО «Смарт Комплишен Технолоджи»



Сизов Д.Ю.

Приложение 5 Акт об использовании результатов

РӘСӘЙ ФЕДЕРАЦИЯҢЫ ФӘН ҺӘМ
ЮҒАРЫ БЕЛЕМ БИРЕҮ МИНИСТРЛЫҒЫ
ЮҒАРЫ БЕЛЕМ БИРЕҮ
ФЕДЕРАЛЬ ДӘҮЛӘТ БЮДЖЕТ МӘҒАРИФ
УЧРЕЖДЕНИЕҢЫ

**«ӨФӨ ФӘН ҺӘМ ТЕХНОЛОГИЯЛАР
УНИВЕРСИТЕТЫ»
(Өфө университеты)**

Заки Валиди урамы, 32, Өфө калаһы, БР, 450076



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

**«УФИМСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ НАУКИ И
ТЕХНОЛОГИЙ»**

(Уфимский университет, УУНиТ)

Заки Валиди ул., 32, Уфа, РБ, 450076

тел.: 8 (347) 272-63-70 e-mail: rector@uust.ru https://uust.ru
ОКПО 79067778 ОГРН 1220200037474 ИНН/КПП 0274975591/027401001

от _____ 20 ____ г. № _____
на № _____ от _____



УТВЕРЖДАЮ

Проректор по развитию образования
Ю.В. Рахманова

«09» _____ 2026 г.

Акт

О внедрении результатов диссертационной работы Рамазанова Ильнара
Альфридовича на тему: «Наноструктурированные сплавы на основе Al и Ti для
создания армированных композитных структур»

Комиссия в составе: директора Института технологий и материалов Хусаинова Ю.Г. и зав. кафедрой материаловедения и физики металлов Парфенова Е.В. составила настоящий акт, которым подтверждается, что научные результаты указанной диссертации использованы в учебном процессе кафедры материаловедения и физики металлов Уфимского университета науки и технологий при подготовке учебных пособий, лабораторного практикума, чтении лекций и проведения практических занятий по дисциплинам «Деформационно-термическая обработка материалов» и «Химико-термическая обработка» при подготовке бакалавров по направлению 28.03.02 «Наноинженерия».

Директор ИТМ, д.т.н., доцент

Зав. Кафедрой МиФМ, д.т.н., профессор

Ю. Г. Хусаинов

Е. В. Парфенов

012330