

СТРУКТУРНЫЕ И ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВЕ Al – Li – Cu – Zr – Sc – Ag ПОСЛЕ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ ПОД ДАВЛЕНИЕМ И ОТЖИГА

Распосиенко Д. Ю., Кайгородова Л.И., Пушин В.Г., Пилюгин В. П.

Институт физики металлов УрО РАН, г. Екатеринбург,

dmitrijrasp@gmail.com

Изучены с помощью методов просвечивающей электронной микроскопии структурные и фазовые превращения при низкотемпературном отжиге (150 °С) в алюминий-литиевом сплаве 1469 с добавкой Ag, подвергнутом мегапластической деформации кручением под давлением. Показано, что характер формирующейся в течение отжига нанокристаллической структуры определяется конкурирующими процессами рекристаллизации и распада пересыщенного твердого раствора.

Представлены результаты работы по изучению воздействия мегапластической деформации (МПД) и последующего низкотемпературного отжига на структурные и фазовые превращения в высокопрочном стареющем сплаве 1469 (Al-3,2%Cu-1,2%Li-0,4%Ag-0,3%Mg-0,09%Zr-0,11%Sc). Деформацию осуществляли кручением под высоким давлением при комнатной температуре в наковальнях Бриджмена. Для получения рекристаллизованной нанокристаллической (НК) структуры образцы подвергали отжигу 150 °С в течение 15 ч.

Структурные превращения. Проведенное электронно-микроскопическое исследование показало, что отжиг при 150 °С, 15 ч привел к образованию НК- структуры в сильнодеформированном сплаве. Ее дисперсность и однородность возрастали с увеличением степени МПД. Так, после МПД под давлением $P = 4$ ГПа на угол кручения $\varphi = 2\pi$ рад размеры нанозерен преимущественно варьировались в диапазоне 30 – 100 нм (рис. 1 а – г), на угол $\varphi = 10\pi$ рад - 40 – 80 нм (рис. 2 а - г), на угол $\varphi = 20\pi$ рад - 30 – 50 нм (рис. 3 а - д).

Сопоставление структур сплава 1469 в отожженном и деформированном (см. [1]) состояниях показало, что характер сформировавшейся при отжиге НК- структуры определялся в значительной степени исходными структурными особенностями сильнодеформированного сплава, демонстрируя структурную наследственность.

Так, приведенная на рис. 1 НК- структура трансформировалась в процессе отжига после МПД при $P = 4$ ГПа, $\varphi = 2\pi$ рад, из деформационной нанофрагментированной полосовой субструктуры с характерными размерами отдельных нанофрагментов ~ 30 нм, наряду с которыми выявлялись изолированные рекристаллизованные нанозерна 30 – 50 нм [3]. Очевидно, что

неоднородность явилась причиной наблюдаемой разнотерности образующейся при МПД структуры отожженного сплава (рис. 1 а, б), характеризующейся наличием бимодального распределения зерен по размерам (рис. 1 а, б). Видно, что в сплаве присутствовали в большом количестве как НК-зерна, так и более редко расположенные субмикроструктурные (СМК) зерна (рис. 1 б). Последние, в свою очередь, имели субзеренное строение с малоугловой разориентацией (см. рис. 1 а). На микроэлектроннограммах наблюдалось кольцевое распределение «острых» точечных рефлексов α -матрицы и фаз выделений без заметной кристаллографической текстуры α -рефлексов (рис. 1 в).

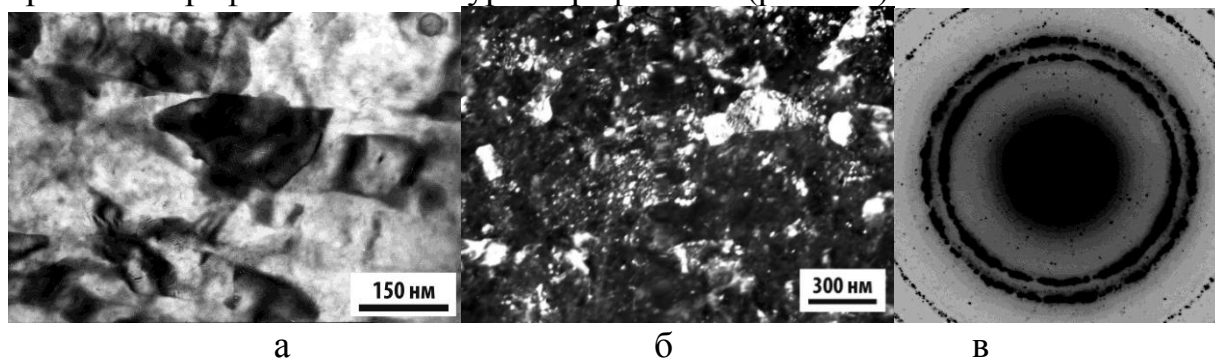


Рис. 1. Типичная структура сплава 1469 после МПД ($P = 4$ ГПа $\phi = 2\pi$ рад) и отжига при 150 °С, 15 ч: а - светлопольное изображение; б - темнопольное изображение в близких рефлексах $(530)_{T_2}$, $(111)_{Al}$, $(200)_{Al}$; в - увеличенная область внутри первого кольца микроэлектроннограммы.

Отжиг после МПД при $P = 4$ ГПа, $\phi = 10\pi$ рад вызвал формирование более однородной в основном НК- структуры (рис. 2 а, б). Это стало результатом трансформации существовавшей в исходном деформированном состоянии несколько иной более стабилизированной и однородной по размерам структуры, состоявшей из смеси деформационных наночастиц и динамически рекристаллизованных наночастиц, количество и размеры которых были соизмеримы друг другу и составляли в основном от 40 до 80 нм. Степень дисперсности наночастиц, образовавшихся в процессе рекристаллизации при отжиге, при некоторой тенденции к росту отдельных более крупных, осталась практически на уровне состояния после МПД. Микроэлектроннограммы также имели кольцевое распределение точечных рефлексов (рис. 2 в).

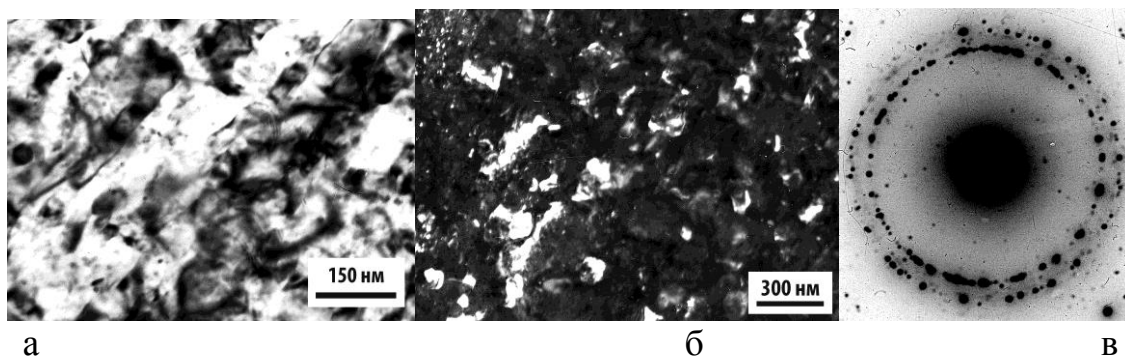


Рис. 2. Типичная структура сплава 1469 после МПД ($P = 4$ ГПа $\varphi = 10\pi$ рад) и отжига при 150 °С, 15 ч: а - светлопольное изображение; б - темнопольное изображение в близких рефлексах $(530)_{\text{T}_2}$, $(111)_{\text{Al}}$, $(200)_{\text{Al}}$; в - увеличенная область внутри первого кольца микроэлектроннограммы.

Еще более однородная и дисперсная НК- структура наблюдалась в отожженном сплаве после МПД $P = 4$ ГПа, $\varphi = 20\pi$ рад (рис. 3 а, б). Первоначально образовавшиеся при МПД динамически рекристаллизованные нанозерна размером $30 - 50$ нм занимали почти весь объем деформированного образца и последующий отжиг практически, как правило, не изменил их размеров (рис. 3 а, б). Более крупные СМК-зерна представляли собой группы НК-блоков с малоугловой разориентацией (см. 3 а, б). Как и для рассмотренных выше режимов предварительной деформации на микроэлектроннограммах наблюдалось кольцевое распределение рефлексов (рис. 3 в).

Существующие в отожженном сплаве нанозерна независимо от режима МПД обладали различной и в том числе высокоугловой разориентацией. На это указывал кольцевой характер точечных рефлексов на всех электронограммах (рис. 1 в, 2 в, 3 в). При отжиге произошло обособление НК-зерен, сопровождаемое спрямлением границ отдельных нанозерен. Вместе с тем, сохранялись нанозерна и с неравновесными выпукло-вогнутыми границами, количество которых уменьшалось при увеличении предварительной деформации (возрастании угла кручения φ от 2π до 20π рад) (см. рис. 1 б, 2 а, б, 3 а, б). Очевидно, что границы с выпукло-вогнутой формой не являются равновесными и обладают повышенной энергией. Однако, увеличение степени исходной МПД активизировало переход алюминиевого сплава при отжиге в более равновесное рекристаллизованное в основном НК-состояние. Этот вывод подтверждался и тем, что при возрастании угла кручения на светло- и темнопольных изображениях отожженного сплава начинает исчезать контраст в виде петель и дуг вблизи границ нанозерен. (Ранее при исследовании структуры подвергнутого МПД сплава марки 1450 мы заключили, что данный контраст имеет деформационное происхождение, а его возникновение вблизи выпукло-вогнутых границ нанозерен вызвано полями упругих напряжений).

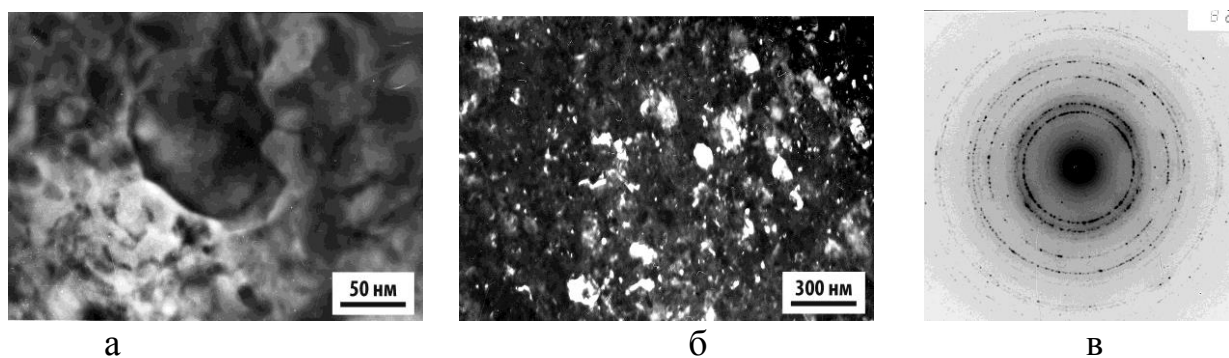


Рис. 3. Типичная структура сплава 1469 после МПД ($P = 4$ ГПа $\phi = 20\pi$ рад) и отжига при 150 °С, 15 ч: а - светлопольное изображение; б - темнопольное изображение в близких рефлексах $(530)_{T_2}$, $(111)_{Al}$, $(200)_{Al}$; в - кольцевая микроэлектроннограмма.

Переход структуры сплава 1469 после МПД при отжиге в более равновесное состояние также подтверждался полным исчезновением существовавших в деформированном состоянии (см. [1]) так называемых «дипольных» границ (ср. рис. 1 а, 2 а, 3 а). Известно, что такие границы могут образовываться в металлах и сплавах при больших пластических деформациях [2]. Изучение эволюции дипольных границ при МПД и последующем отжиге в алюминий-литиевом сплаве 1450 позволило сделать вывод, что они способствовали релаксации запасаемой при МПД энергии, а их исчезновение обусловлено переходом сплава в более равновесное рекристаллизованное состояние [3, 4].

Фазовые превращения. Отжиг сильнодеформированного сплава 1469 не вызвал заметного изменения его фазового состава. Как и после МПД и вылеживания (см. [1, 5]), на электронограммах выявлялись рефлексы фазы T_2 (рис. 1 в, 2 в, 3 в), а на темнопольных изображениях в этих рефлексах - мелкодисперсные частицы (рис. 1 б, 2 б, 3 б). Видно, что эти высокодисперсные частицы зарождались преимущественно гетерогенно на границах нанозерен. Можно заключить, что повышение степени МПД при возрастании угла ϕ от 2π до 20π рад способствовало увеличению размера частиц от 5 до 10 нм, при некотором возрастании суммарной плотности распределения выделений с учетом появления еще и гомогенно зародившихся в теле СМК и НК-зерен частиц (рис. 1 б, 2 б, 3 б). Действительно, помимо частиц, выделившихся на границах нанозерен, в отдельных участках были обнаружены частицы T_2 , выделившиеся в их объеме (см., например, рис. 2 б). Размер таких частиц не превышал нескольких нанометров. Таким образом, в сплаве 1469, подвергнутом МПД и последующему низкотемпературному отжигу, частицы T_2 - фазы сохранили высокую степень дисперсности. Скорее всего, это обусловлено наличием большой протяженности благоприятных для их гетерогенного зарождения границ нанозерен. С другой стороны, очевидно, что их присутствие

оказывает выраженное барьерное действие на собственный рост нанозерен при отжиге.

Работа частично поддержана проектами № 14-02-31753 и 14-2-ИП-66.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ:

1. Структура и свойства стареющего сплава Al – Li – Cu – Zr – Sc - Ag после мегапластической деформации кручением под давлением / Кайгородова Л.И., Распосиенко Д.Ю., Пушин В.Г., Пилюгин В.П., С. В. Смирнов // ФММ, в печати.

2. Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Metallurgia, 1986. 224 с.

3. Влияние интенсивной пластической деформации на образование нанокристаллической структуры и старение многокомпонентного алюминий-литиевого сплава с малыми добавками Sc и Mg/ Кайгородова Л.И., Распосиенко Д.Ю., Пилюгин В.П., Пушин В.Г. // ФММ. 2011. Т.111, №1. С. 74-81.

4. Влияние вылеживания на стабильность зеренной структуры и фазовые превращения в нанокристаллическом сплаве 1450, легированном Sc и Mg / Кайгородова Л.И., Распосиенко Д.Ю., Пилюгин В.П., Пушин В.Г. // ФММ. 2012. Т. 113, №9. С. 913-924

5. Структура стареющего сплава Al – Li – Cu – Zr – Sc - Ag после мегапластической деформации и длительного вылеживания / Кайгородова Л.И., Распосиенко Д.Ю., Пушин В.Г., Пилюгин В.П., С. В. Смирнов // ФММ, в печати.

6. Влияние отжига на структуру и свойства сплава Al – Li – Cu – Zr – Sc - Ag, подвергнутого мегапластической деформации / Кайгородова Л.И., Распосиенко Д.Ю., Пушин В.Г., Пилюгин В.П., С. В. Смирнов // ФММ, в печати.