УДК 669.715.884.3

ОСОБЕННОСТИ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ, ФОРМИРУЮЩЕЙСЯ ПРИ МЕГАПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СПЛАВА AL-LI-CU-ZR-SC-AG

[1]Кайгородова Л.И., [1]Распосиенко Д.Ю., [1,2]Пушин В.Г.

[1]ФГБУН «Институт физики металлов им. М.Н. Михеева» Уральского отделения РАН, Екатеринбург, e-mail: dmitrijrasp@gmail.com;
[2]ФГАОУ ВПО «УрФУ им. первого Президента России Б.Н. Ельцина», Екатеринбург, e-mail: pushin@imp.uran.ru

С помощью методов просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии изучены структурные превращения в объеме субмикро- и нанозерен,образовавшихся при мегапластической деформации кручением под высоким давлением и последующем отжиге в многокомпонентномAl-Cu-Licплаве 1469. Выявлено, что основной механизм трансформации структуры определяется преимущественно нанофрагментациейкристаллитов. Внутренняя структура образовавшихся при деформации первичных нанофрагментов и нанозерен неоднородна и включает вторичные (переориентированные)нанофрагменты со специфическими мало разориентированными границами между ними. Проведена оценка размеров и разориентацийвторичных нанофрагментов.Установлено, что возрастание деформации приводит к увеличению их размеров.Нанофрагментация элементов структуры сохраняется и при отжиге сильнодеформированного сплава, который приводит к укрупнению вторичных нанофрагментов при сохранении их малоугловой разориентации.

Ключевые слова: мегапластическая деформация, кручение под высоким давлением, рекристаллизация, нанокристаллическая структура, границы

FEATURES OF DEFECT STRUCRURE OF AL-LI-CU-ZR-SC-AG ALLOY AFTER SEVERE PLASTIC DEFORMATION

[1]Kaigorodova L.I., [1]Rasposienko D.Y., [1,2]Pushin V.G.

[1]M.N. Miheev Institute of Metal Physics of Ural Branch of Russian Academy of Sciences, Ekaterinburg, e-mail: dmitrijrasp@gmail.com;
[2]Yeltsin UrFU, Ekaterinburg, e-mail: pushin@imp.uran.ru

Methods of transmission and scanning electron microscopy were used to study structural transformation in submicro- and nano-sized crystals formed after severe plastic deformation by high pressure torsion and subsequent annealingin Al-Cu-Li multialloy. It has been shown that, in this case, the main structural transformation mechanism is intragranular fragmentation. The structure of primary fragments was nonhomogeneous and composed of many «secondary» fragments separated by low-angle boundaries. «Secondary» fragments sizes and misorientation between them weremeashered. It has been found that nanofragments sizes depend on the deformation and subsequent annealing which leads to the increase of "secondary" fragmentswithout sacrificinglow-angle boundaries between them.

Keywords: severe plastic deformation, high pressure torsion, recrystallization, nanocrystal structure, boundaries

Материалам с субмикро- (СМК) и нанокристаллическими (НК) структурами присуща высокая плотность поверхностей раздела. В соответствии с этим, при изучении дефектной структуры НК-материалов достаточно большое внимание уделяется строению границ зерен и субзерен [9]. К настоящему времени накоплен большой объем экспериментальных данных относительно структуры неравновесных границ, образующихся в металлах и сплавах при формировании СМК- и НК- состояний в результате мегапластической деформации (МПД). По мнению авторов [1], таким границам свойственно несколько типов внесенных дефектов: сидячие и скользящие дислокации в плоскости границ субмикро- и нанокристаллов, дисклинации в тройных стыках. В свою очередь дисклинации имеют различные конфигурации в результате энергетической выгодности их расщепления [3].

Однако количество результатов работ посвященных дефектной структуре в объеме СМК- и НК- зерен незначительно, а имеющиеся данные неоднозначны. Так, в [7] отмечалось, что нанозерна диаметром менее ~ 100 нм являются бездефектными. Вместе с тем, исследование высоко дефектных структурных состояний в тугоплавких высокопрочных металлических сплавах, подвергнутых МПД кручением под давлением, показало наличие разориентированных нанофрагментов диаметром до 10 нмв нанокристаллитах диаметром ~ 50 нм [4, 5]. Авторы связывали их образование с высокой кривизной кристаллической решетки.

При изучении нами структуры сплава 1469 после МПД кручением под давлением,

а также после МПД и последующего низкотемпературного отжига, был обнаружен переход от нанофрагментированной структуры к НК [6]. Трансформация структуры происходила как в процессе динамической рекристаллизации при увеличении деформации (угла кручения φ от 2π до 20π рад), так и при низкотемпературном отжиге в результате статической рекристаллизации. При этом совокупность косвенных факторов указывала на то, что границы части рекристаллизованных нанозерен оставались неравновесными. Дефектная структура в объеме первичных нанофрагментов и нанозерен в этих работах не рассматривалась, хотя изучение ее особенностей должно расширить знание процессов, реализующихся в материалах при МПД и углубить понимание характера влияния их структурного состояния на механические свойства. В соответствии с этим, настоящее исследование посвящено изучению особенностейвнутрезереннойдефектной структуры после МПД и отжига.

Цель исследования. Настоящее исследование посвящено изучению особенностей внутрезеренной дефектной структуры алюминиевого сплава 1469 после МПДК и отжига.

Материалы и методы исследования

Исследована структура сплава 1469(Al – 3.2 Cu – 1.2 Li – 0.4 Ag – 0.3 Mg – 0.09 Zr – 0.11 Sc, мас. %) после МПД, а также после МПД и последующего отжига при 150 °С, 15 ч. МПД сплава в закаленном состоянии при давлении 4 ГПа осуществляли в наковальнях Бриджмена при комнатной температуре. Образцы для деформации представляли собой диски диаметром 15 мм и толщиной 2 мм. Используемые режимы МПД приведены в таблице. Расчет истинной деформации проводили для точек, лежащих на ½ радиуса образца.

Режимы мегапластической деформации

Давление *P,* ГПа	4	4	4
Угол поворота φ, π рад	2	10	20
Истинная деформация на ½ радиуса диска *e*	7.0	8.6	9.3

Образцы для исследования методом ДОРЭ имели форму шайб диаметром 12 мм и толщиной 2 мм. Для их получения использовали деформацию под давлением *P* = 4 ГПа при угле кручения φ = 60π рад (истинная деформации *e* = 3.7). Деформированные образцы отжигали при 200°С, 2 ч +300°С, 1 ч. (При исследовании методом ДОРЭ структуры сильнодеформированного сплава после низкотемпературного отжига при 150°С, 15 ч положительных результатов получить не удалось из-за высокой степени ее дисперсности). Особенности структуры сплава 1469, подвергнутого МПД и отжигу, изучали в центре коллективного пользования ИФМ УрО РАН методом тонких фольг в просвечивающих электронных микроскопах JEM – 200 CX и PhilipsCM 30 SuperTwin и методом дифракции обратного рассеяния электронов (ДОРЭ) в сканирующем микроскопе Quanta 200 – Genesis. Линейные размеры элементов структуры определяли непосредственными измерениями на плоскости наблюдении.

Результаты исследования и их обсуждение

Деформированное состояние. Как отмечалось выше, при МПД сплава 1469 в зависимости от ее величины образовываласнанофрагментированная, нанозеренная, или смешанная структура. В настоящем исследовании обнаружено, что на светлопольных электронно-микроскопических изображениях деформированных образцов при определенных отражающих положениях как внутри образовавшихся при P = 4 ГПа, φ = 2π – 10π рад нанофрагментов (здесь и далее мы будем называть их первичными), так и образовавшихся при P = 4 ГПа, φ = 2π – 20π рад СМК- и НК- зерен выявлялся либо равномерно распределенный пятнистый дифракционный контраст (рис. 1а), либо сетки тонких малоконтрастных границ, ограничивавших области соизмеримые с диаметром пятен (рис. 1 б).

Ранее возникновение пятнистого контраста в объеме субмикрокристаллов было обнаружено в [4, 5]. На основании проведенного анализа с применением специальных электронно-микроскопических методов исследования его появление авторы связывали с образованием «переориентированных» фрагментов. Причиной образования таких фрагментов, по мнению этих авторов, являлась трансформация внутренней структуры субмикрокристаллов размером ~ 100 нмв наноструктурные состояния с размером кристаллитов в несколько нанометров вследствие кривизны кристаллической решетки, составляющей десятки град/мм.

По аналогии с этими данными мы полагали, что образовавшиеся при МПД сплава 1469 первичные нанофрагменты и нанозерна нанофрагментированы (разделены на вторичные «переориентированные» на-

нофрагменты). Повышение деформации при возрастании угла φ вызвало как усиление контраста границ вторичных нанофрагментов, так и увеличение их размеров (что соответствовало диаметру областей когерентного рассеяния (пятен) на электронно-микроскопических изображениях). Так, при φ = 2π – 10π рад диаметрвторичных нанофрагментов не превышал 10 нм, а при φ = 20π рад составлял 15 – 20 нм.

отжига. Они наблюдались как в нанозернах, образовавшихся посредством трансформации первичных нанофрагментов при отжиге после МПД при P = 4 ГПа, φ = 2π – 10π рад, так и в нанозернах, сформированных при МПД при P = 4 ГПа, φ = 20π рад в процессе динамической рекристаллизации.

Об образовании вторичных нанофрагментов так же, как и в деформированном

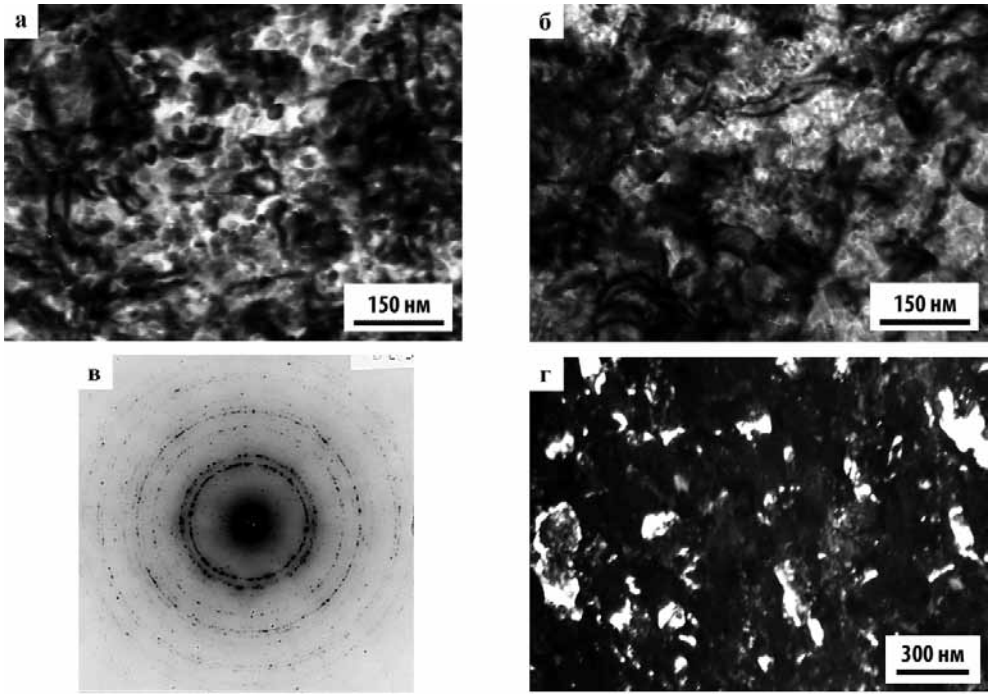

Рис. 1. Микроструктура сплава 1469 после МПД:
а, в, г – P= 4 ГПа, φ = 10π рад; б – P= 4 ГПа, φ = 20π рад; а, б – светлопольные изображения;
в – электронограмма; г – темнопольное изображение в рефлексе (530)$_{T2}$

Особенно следует отметить, что появление пятнистого контраста в стареющем сплаве 1469 не связано с выделением избыточной фазы (в данном случае фазы T_2), рефлексы которой присутствовали на электронограммах сильнодеформированного сплава (рис. 1в): он выявлялся однородно по всему сечению образца, тогда как обнаруженные после МПД частицы фазы T_2 диаметром 5 – 10 нм зарождались гетерогенно на границах нанозерен (рис. 1г).

Отожженное состояние. Вторичные («переориентированные») нанофрагменты в объеме нанозернен сплава 1469 сохранились после низкотемпературного

состоянии, свидетельствовало появление на светлопольных изображениях нанозерен либо пятнистого и периодического полосчатого контраста (рис. 2 а), либо сетки специфических малоконтрастных границ (рис. 2 б). Увеличение МПД (возрастание угла φ от 2π до 20π рад) привело к усилению интенсивности контраста на таких границах. Также возрос средний диаметр нанофрагментов от 20 до 30 нм. (Напомним, что в деформированном состоянии их диаметр не превышал 20 нм). Наличие полосчатого контраста, согласно [4, 5], могло быть вызвано дипольным или мультипольным характером переориентации кристаллической решетки.

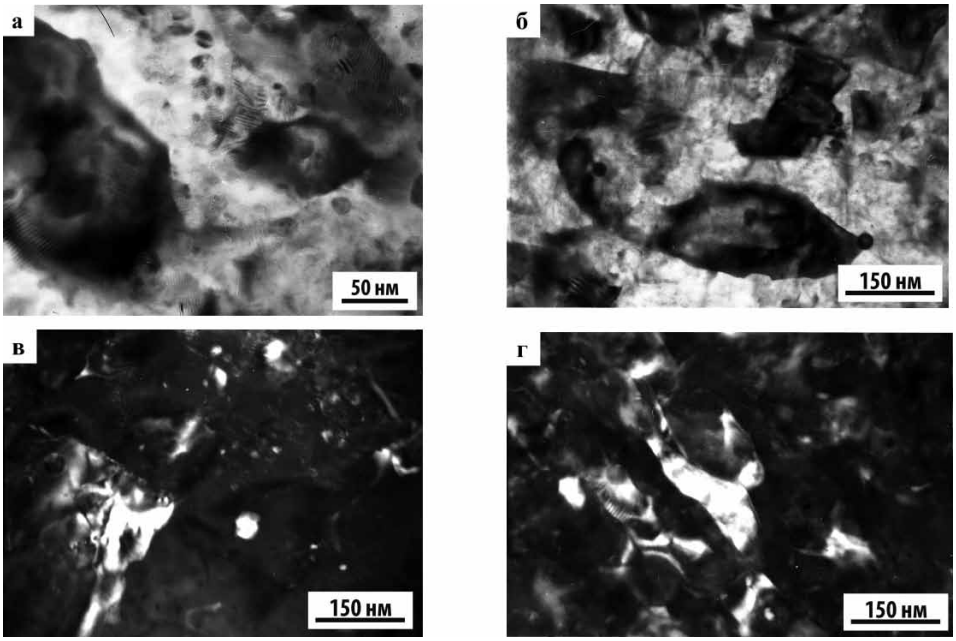

Рис. 2. Микроструктура сплава 1469 после МПД и отжига при 150 °С, 15 ч: а, б – светлопольные изображения; в, г – темнопольные изображения в рефлексе $(220)_{Al}$; а, в – P = 4 ГПа, φ = 10π рад; б, г, – P = 4 ГПа, φ = 20π рад.

Вторичные нанофрагменты в объеме нанозерен вбыли выявлены и на темнопольных изображениях сплава в матричных рефлексах. Об их существовании свидетельствовала неоднородность интенсивности контраста по сечению нанозерен (рис. 2 г).

Возрастание интенсивности контраста на электронно-микроскопических изображениях вторичных нанофрагментов после отжига сильнодеформированного сплава позволило провести анализ электронограмм со скоплений из нескольких (3 – 5) нанофрагментов (рис. 3 а, б). На таких электронограммах обнаружено раздвоение матричных рефлексов типа $(002)_{Al}$, на основании чего была сделана оценка азимутальной составляющей разориентации нанофрагментов: при использованных режимах МПД она колеблется в пределах от 30’ до 2 – 3°.

В [2] отмечается, что в образующихся при МПД динамически рекристаллизованных нанозернах («очищенных» от дефектов локальных областях) начинается новый процесс пластического течения с помощью дислокационных и дисклинационных мод. Специфический характер границ вторичных нанофрагментов, обнаруженных в нанозернах сплава 1469 после МПД и отжига, в соответствии с этими данными позволил нам полагать, что их образование является следствием дисклинационных перестроек.

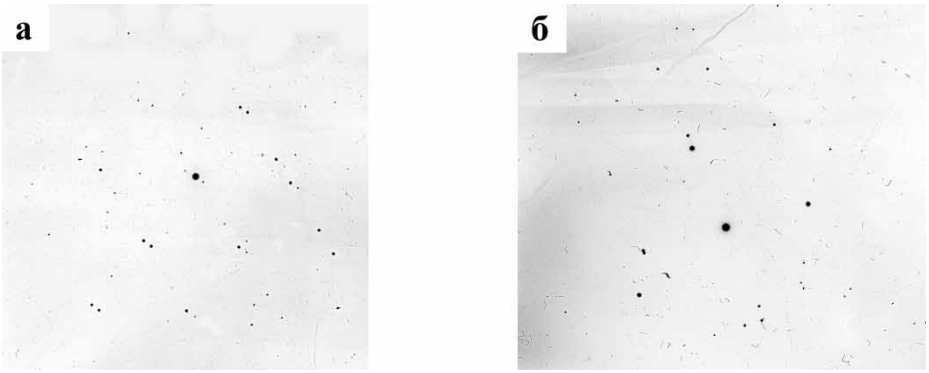

Рис. 3. Электронограммы сплава 1469 после МПД и отжига при 150 °С, 15 ч; а – плоскость обратной решетки $(011)^*_{Al}$, б – плоскость обратной решетки $(001)^*_{Al}$

Таким образом, СМК- и НК- зерна, существовавшие в отожженном после МПД сплаве 1469, как и в деформированном состоянии разделены малоугловыми границами на вторичные (переориентированные) нанофрагменты. Отжиг способствовал некоторому возрастанию их диаметра и угла разориентации (последнее косвенно подтверждалось усилением контраста на границах).

Метод ДОРЭ. Следующим экспериментом было изучение локальныхразориентаций между вторичными нанофрагментами с использованием прямого метода ДОРЭ. Результаты, полученные при РЭМ анализе методом ДОРЭ хорошо согласовались с данными электронно-микроскопического анализа. Было обнаружено, что после двухступенчатого отжига сплавхарактеризовался однородной СМК-структурой (рис. 4а). Диаметр субмикрокристаллов, имевших преимущественно равноосную форму, не превышал 500 нм. Неоднородность контраста в объеме зерен подтверждала существование слаборазориентированных областей (переориентированных нанофрагментов). Диаметр таких областей достигал 100 нм. Анализ распределения разориентаций их границ в пределах одного СМК-зерна подтвердил, что они образовали сетку малоугловых границ (угол разориентации не превышал 2°) (рис. 4 б,в). Из приведенных рисунков следует, что области с малоугловой разориентацией ограничены большеугловыми границами (границами субмикрокристаллов). Количественный анализ распределения границ по разориентации, результаты которого представлены на рис. 5 в, также подтвердил наличие слаборазориентированных областей в пределах субмикрокристаллов. Это следует из преобладания границ с разориентацией менее 4°.

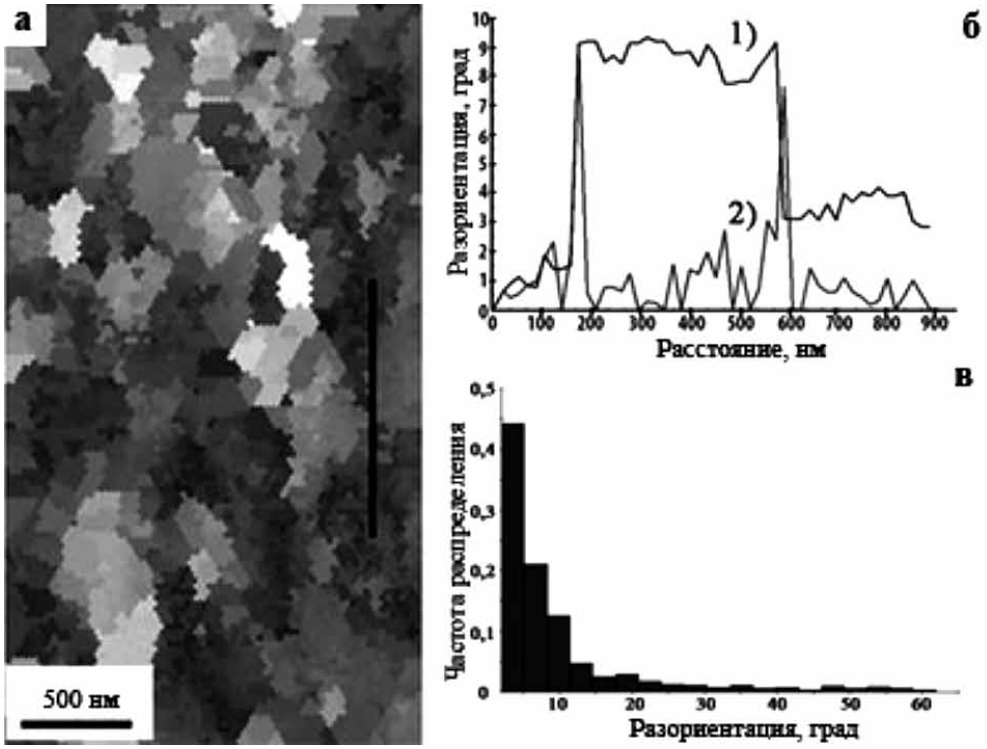

Рис. 4. Микроструктура сплава 1469 после МПД и отжига при 200°С, 2 ч + 300 °С, 1 ч: а – изображения зеренно – субзеренной структуры, полученные на сканирующем электронном микроскопе методом ДОРЭ; б – графики разориентации от точки к точке между зернами-субзернами по линиям сканирования 1 и 2, соответственно; в – диаграмма частоты распределения разориентаций

Заключение

Внутренняя структура образовавшихся при МПД первичных нанофрагментов и нанозерен неоднородна: они разделены на вторичные (переориентированные) нанофрагменты специфическими малоконтрастными границами. Возрастание МПД приводило к увеличению их размеров. Нанофрагментация структурных составляющих сохранилась при отжиге сильнодеформированного сплава,отжигприводил к укрупнению вторичных нанофрагментов при сохранении их малоугловой разориентации (угол разориентации не превышает 2°).

Результаты, полученные при использовании метода ДОРЭ, подтвердили наличие слабо разориентированных областей в пределах большеугловых разориентаций.

Исследование выполнено в рамках гсзаданияИФМ УрО РАН «структура», а также частично поддержано проектом № 15–9–2–17.

Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические системы. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398 с.

2. Глезер А.М. О природе сверхвысокой пластической деформации // Известия РАН, серия физическая. – 2007. – Т. 71. № 12. – С. 1764 – 1772.

3. Гуткин М.Ю., Микаелян К.М., Овидько И.А. Линейное расщепление дисклинаций в поликристаллах и нанокристаллах // ФТТ. – 1995. – Т. 37. № 2. – С. 552 – 554.

4. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Гриняев К.В., Чернов В.М., Потапенко М.М., Корзников А.В. Эволюция дефектной структуры при больших пластических деформациях сплава V – 4Ti – 4 Cr // Журнал технической физики. – 2011. – Т. 81. № 6. – С. 68–74.

5. Дитенберг И.А., Тюменцев А.Н., Корзников А.В., Чернов В.М., Потапенко М.М. Особенности формирования субмикрокристаллического структурного состояния сплава V – 4Ti – 4 Cr на наковальнях Бриджмена // ФММ. – 2012. – Т. 113. № 2. – С. 170 – 180.

6. Кайгородова Л.И., Распосиенко Д.Ю., Пушин В.Г., Пилюгин В.П. Структура и свойства стареющего сплава Al-Li-Cu-Zr-Sc-Ag после мегапластической деформации кручением под давлением // ФММ. – 2015. – Т.116. № 4. – С. 366–376.

7. Козлов Э.В., Попова Н.А., Конева Н.А. Критические размеры зерен поликристаллов микро- и мезоуровня // Известия РАН. Серия физическая. – 2010. – Т. 74. № 5. – С. 630 – 634.

8. Утевский Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении. – М:, Металлургия, 1973. – 583 с.

9. Gleiter H. Nanostructured materials: basic concepts and microstructure // Acta Mater. – 2000. – Vol.48. – P. 1–29.