

## Особенности структурных изменений при отжиге субмикро- и нанокристаллических алюминиевых сплавов

© Н.К. Ценев,<sup>1</sup> В.Н. Перевезенцев,<sup>2</sup> М.Ю. Щербань,<sup>3</sup> А.Н. Ценев<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ЗАО „Конструкция“,  
105066 Москва, Россия

<sup>2</sup> Нижегородский филиал Института машиноведения им. А.А. Благонравова РАН,  
603024 Нижний Новгород, Россия

<sup>3</sup> Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского,  
603950 Нижний Новгород, Россия  
e-mail: uvr@unn.ru

(Поступило в Редакцию 1 июля 2009 г. В окончательной редакции 24 ноября 2009 г.)

Изучена эволюция структуры и изменение микротвердости при отжиге субмикро- и нанокристаллических сплавов Al-3%Mg и Al1570, полученных методом интенсивной пластической деформации кручением. Показано, что отжиг сплава Al-3%Mg при температуре 373–423 К и сплава Al1570 при температуре 373–473 К приводит к релаксации внутренних напряжений и последующему нормальному росту зерен. С увеличением температуры отжига микротвердость уменьшается. При более высоких температурах (473 К в случае сплава Al-3%Mg и 573 К — в случае сплава Al1570) обнаружен аномальный рост зерен, происходящий одновременно с появлением в большом количестве зерен высокой плотности решеточных дислокаций, в границах зерен появляется повышенная концентрация атомов примеси, а микротвердость сплавов увеличивается. Дано возможное объяснение этих эффектов.

### Введение

В последние годы субмикро- и нанокристаллические материалы, получаемые методами интенсивной пластической деформации, привлекают пристальное внимание специалистов в области физики прочности и пластичности [1,2]. Этот интерес обусловлен тем, что благодаря большой протяженности и неравновесности границ зерен такие материалы проявляют необычные механические свойства. В алюминиевых сплавах было обнаружено явление низкотемпературной высокоскоростной сверхпластичности, получено высокопрочное состояние при сохранении и некотором увеличении пластичности при комнатной температуре [3–5]. Однако закономерности эволюции структуры, фазового состава и механических свойств при термическом воздействии на такие материалы изучены еще недостаточно. Настоящая работа посвящена экспериментальному исследованию и выявлению особенностей изменения структуры при отжиге алюминиевых субмикро- и нанокристаллических сплавов.

### Материал и методики исследования

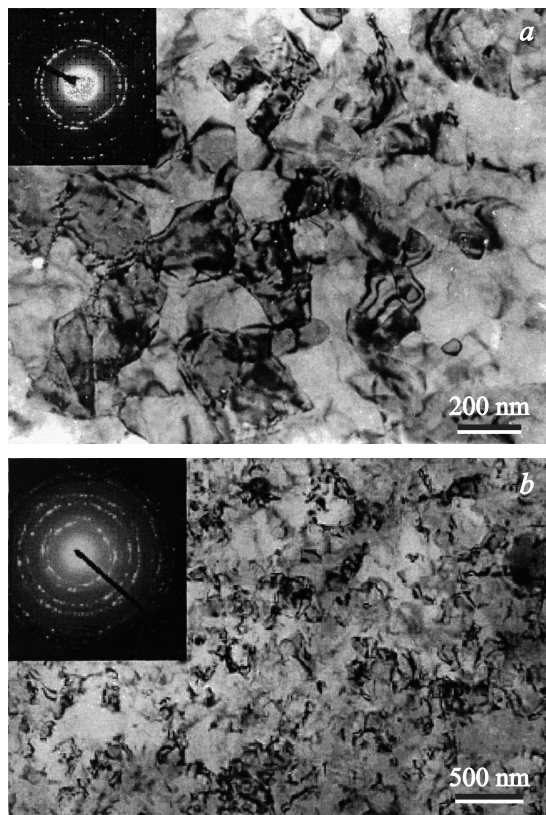
В работе исследованы модельный и промышленный сплавы Al-3%Mg и Al1570. Для получения субмикро- и нанокристаллической (СМК и НК соответственно) структуры сплавы подвергали интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). Перед деформированием образцы подвергали гомогенизационному отжигу в течение двух часов при температуре 773 К с последующей закалкой в воде.

После ИПДК образцы со структурами СМК и НК отжигали при температуре 373–673 К. Структуру сплавов и ее изменения, произошедшие в процессе термического воздействия, наблюдали на электронном микроскопе JEM 2000 FX. Микротвердость измеряли методом Викерса на установке ПМТ-3 под нагрузкой 20 г.

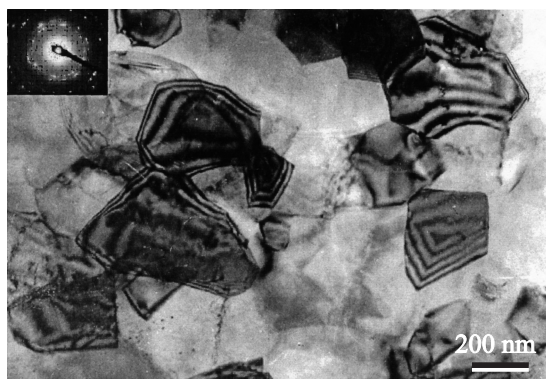
### Результаты исследований и их обсуждение

На рис. 1 представлены светлопольные изображения структуры СМК и НК алюминиевых сплавов Al-3%Mg и Al1570, полученных методом ИПДК при комнатной температуре. Средний размер зерен в сплаве Al-3%Mg составил после ИПДК 170 nm, в сплаве Al1570 — 70 nm. Электронно-микроскопические и рентгенодифракционные методы не выявили в этих сплавах микронапряжений второго рода, хотя неоднородный дифракционный контраст, характеризующийся наличием контуров изгиба внутри зерен, указывает на высокий уровень внутренних напряжений третьего рода, вызванных, скорее всего, системами дислокаций и дисклинаций (мезодефектами), расположенными на границах зерен, и упругими искажениями кристаллической решетки от дефектов упаковки и вакансионных образований.

Следует также отметить отсутствие на электронно-микроскопических изображениях четких межзеренных границ. Полосчатый дифракционный контраст, наблюдаемый на отдельных границах, размыт и не имеет четкого изображения. На картинах микродифракции наблюдаются слегка размытые многочисленные точечные рефлексы, расположенные по окружности. Подобный



**Рис. 1.** Светлопольные изображения СМК и НК структур алюминиевых сплавов после ИПДК, проводимой при комнатной температуре: *a* — структура сплава Al-3%Mg,  $P = 5$  GPa, 3 оборота; *b* — структура сплава Al1570, при комнатной температуре 6 GPa, 5 оборотов.



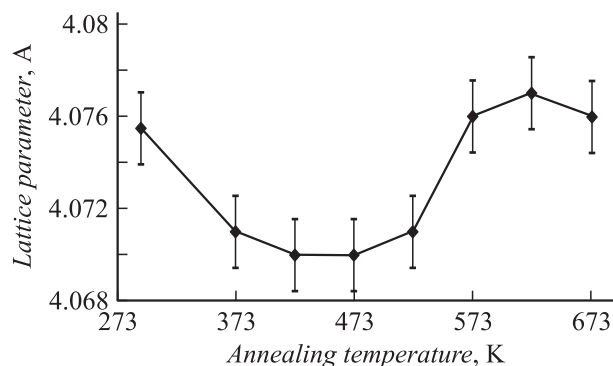
**Рис. 2.** Структура сплава Al-3%Mg,  $P = 5$  GPa, 3 оборота (отжиг в течение 60 min при 373 K).

вид электронограмм типичен для материалов СМК и НК и указывает на то, что в образцах сформировалась структура с высокоугловыми границами [2,6] и мощными полями внутренних напряжений в теле зерен.

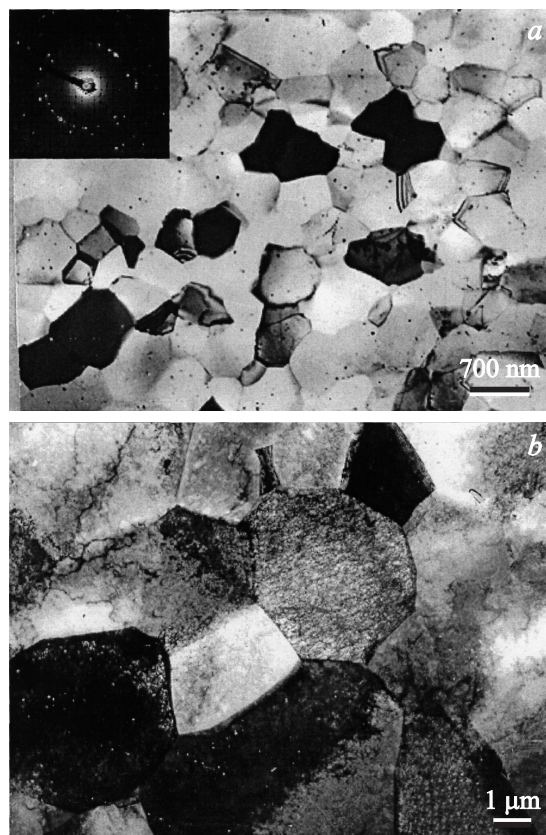
Отжиг сплава Al-3%Mg в течение 1 h при температуре 373 K привел к релаксации внутренних напряжений и нормальному росту зерен (рис. 2). Зерна укрупнились без заметных отклонений зеренной структуры

от однородной, их средний размер вырос до 400 nm. В зернах сохранились контуры экстинкции, дислокации в объеме зерен отсутствовали. На границах появился четкий полосчатый дифракционный контраст. Внешний вид электронограмм не изменился, однако размытость точечных рефлексов исчезла. Такие изменения микроструктуры типичны для большинства материалов СМК и НК на начальных стадиях отжига [1,2].

При отжиге сплава Al1570 (373 K, 1 h) размер зерен и микронапряжения практически не изменились, однако параметр решетки несколько уменьшился (рис. 3). Сле-

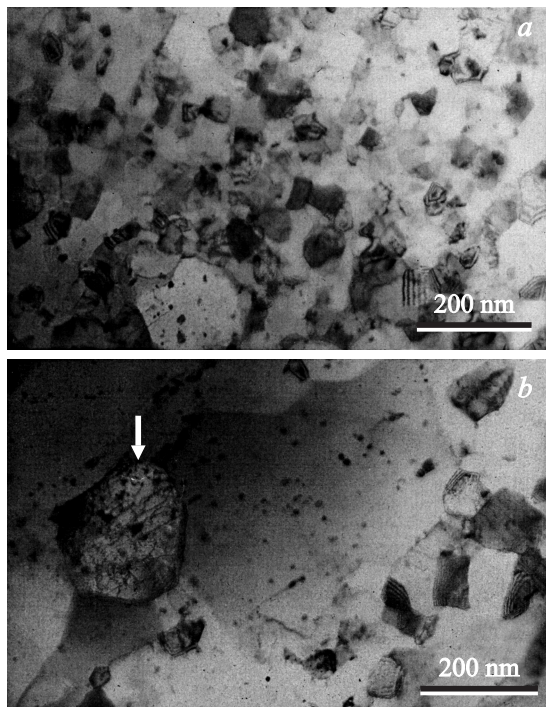


**Рис. 3.** Зависимость параметра решетки нанокристаллического алюминиевого сплава Al1570 от температуры отжига (60 min).

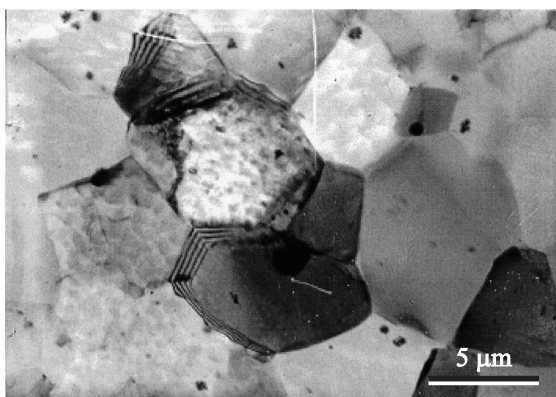


**Рис. 4.** Структура сплава Al-3%Mg после отжига в течение 60 min: *a* — при температуре 423; *b* — 473 K.





**Рис. 5.** Структура сплава Al1570 после отжига в течение 15 min: *a* — при температуре 473; *b* — 573 К.



**Рис. 6.** Структура сплава Al-3%Mg после отжига в течение 60 min при температуре 573 К.

дует отметить, что изменения параметра решетки, превышающие погрешность измерений, надежно регистрировались уже через 10 min отжига. Повышение температуры отжига сплава Al-3%Mg на 50 К способствовало росту среднего размера зерен от  $0.7 \mu\text{m}$  в однородной структуре (рис. 4, *a*). После 15-минутного отжига при температуре 473 К (рис. 5, *a*) характер происходящих в этом сплаве структурных изменений качественно такой же, как и в сплаве Al-3%Mg. Средний размер зерен вырос до  $0.12 \mu\text{m}$ , экстинкционные контуры и решеточные дислокации внутри зерен отсутствуют. На границах заметен полосчатый дифракционный контраст.

Дальнейшее повышение температуры отжига (до 473 К в случае сплава Al-3%Mg и до 573 К — в случае

сплава Al1570) приводит к характерному для вторичной рекристаллизации резкому увеличению скорости роста некоторых зерен (рис. 4, *b* и 5, *b*) и связанному с этим увеличению разноразмерности. Средний размер зерен в сплаве Al-3%Mg становится равным  $5 \mu\text{m}$ , а в сплаве Al1570 —  $0.5 \mu\text{m}$ . В отдельных зернах наблюдается довольно высокая плотность решеточных дислокаций  $\rho = 10^{10} - 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  (на рис. 5, *b* одно из таких зерен отмечено стрелкой).

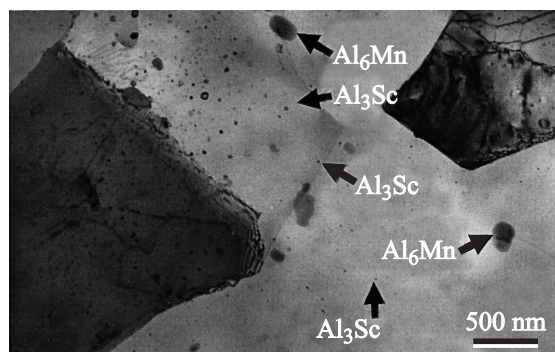
Отжиг при температуре 573 К в течение 1 h вновь приводит сплав Al-3%Mg к однородной микроструктуре со средним размером зерен  $6 \mu\text{m}$  (рис. 6). Внутри зерен решеточные дислокации не обнаруживаются. Однако вблизи границ наблюдаются дисперсные выделения  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$ .

В сплаве Al1570 даже после отжига в течение 30 min при температуре 673 К (рис. 7) все еще наблюдаются решеточные дислокации и изгибные контуры экстинкции, хотя в целом тенденция структурных изменений такая же, как и в сплаве Al-3%Mg.

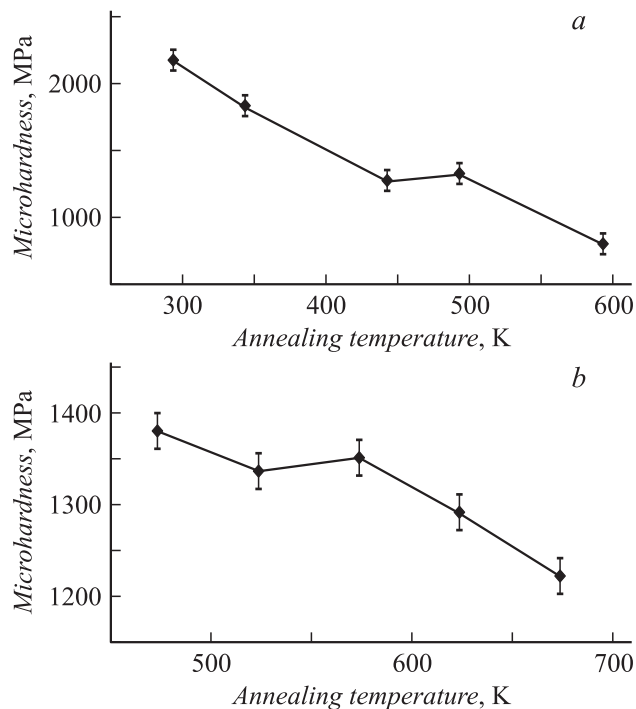
Структурные изменения, происходящие при отжиге исследуемых сплавов, являются, по-видимому, причиной немоного изменения микротвердости с температурой отжига (рис. 8).

При увеличении температуры отжига микротвердость сплавов на начальном этапе уменьшается за счет релаксации внутренних напряжений в процессе возврата дефектной структуры границ и увеличения размера зерен. Однако при некоторой температуре (473 К для Al-3%Mg и 573 К — для Al1570) происходит заметный рост микротвердости, которая при более высоких температурах отжига вновь снижается. Увеличение микротвердости вызвано, по-видимому, появлением зерен, содержащих высокую плотность решеточных дислокаций, а также увеличением концентрации примесных атомов в объеме зерен при растворении частиц выделений на границах зерен (косвенно об этом свидетельствует уменьшение параметра решетки сплава Al1570 при той же температуре отжига, при которой наблюдается рост микротвердости).

Таким образом, из приведенных данных следует, что с увеличением температуры отжига алюминиевых сплавов



**Рис. 7.** Структура сплава Al1570 после отжига в течение 30 min при температуре 673 К.



**Рис. 8.** Зависимость микротвердости от температуры отжига: *a* — сплав Al-3%Mg; *b* — Al1570.

СМК и НК наблюдаются последовательно процессы нормального роста зерен (причем в сплаве Al1570 нормальный рост зерен наступает при более высоких температурах, чем в сплаве Al-3%Mg) и аномально-го роста зерен (вторичная рекристаллизация). Весьма неожиданным является то, что вторичная рекристаллизация сопровождается появлением в объеме зерен высокой плотности дислокаций. Рассмотрим возможные причины этого явления.

При формировании структур СМК и НК методом интенсивной пластической деформации кручением под давлением происходит значительное накопление дефектов: неравновесных деформационных вакансий в объеме зерен (удельный вес сплава Al1570 уменьшается на 0,8%) и систем дислокаций ориентационного несоответствия и дисклинаций на границах и в стыках зерен. Порождаемые ими поля внутренних напряжений проявляются на электронно-микроскопических снимках в виде неоднородного дифракционного контраста (рис. 1).

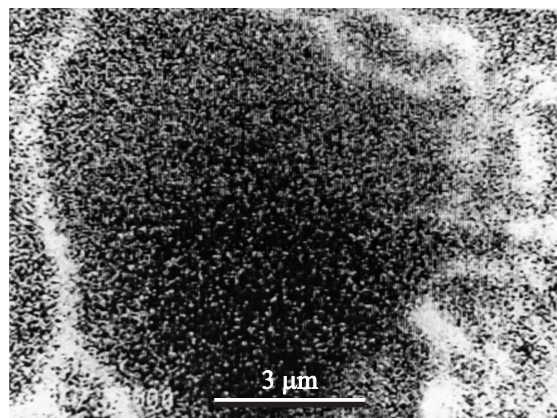
Наличие высокой плотности зернограницных дефектов (дислокаций и дисклинаций) существенно ограничивает миграционную подвижность границ зерен [7,8]. Однако по мере увеличения температуры и времени отжига плотность этих дефектов снижается и соответственно подвижность границ увеличивается. Кроме того, к увеличению подвижности границ могут приводить и сток на них деформационных вакансий из объема зерен, и увеличение неравновесного избыточного свободного объема границ в процессе перестройки ее дефектной структуры [8]. Поэтому скорость миграции границ зерен может возрастать с увеличением температуры и времени

отжига несмотря на уменьшение движущей силы роста зерен вследствие увеличения их среднего размера.

Отжиг при температуре выше 573 К приводит к растворению частиц второй фазы, уменьшению тормозящей силы Зинера и дополнительному увеличению движущей силы и скорости миграции границ. С другой стороны, как показано в [8], при достаточно высокой скорости миграции границы растущего зерна могут переходить в существенно неравновесное состояние за счет увеличения избыточного свободного объема, связанного с поглощением заметаемых при их движении участков соседних границ. При этом резко возрастает коэффициент зернограницной диффузии (зависящей экспоненциально от величины относительного неравновесного избыточного объема границы [7,8]) и, как следствие, резко увеличиваются подвижность и скорость миграции таких границ. Все эти процессы и приводят к аномально быстрому росту отдельных зерен.

Заметим, что под термином „достаточно высокая скорость миграции“ подразумевается такая скорость, при которой скорость релаксации неравновесного свободного объема мигрирующей границы за счет испускания неравновесных вакансий в объем зерен меньше скорости его увеличения при „заметании“ участков соседних границ. Растворение частиц второй фазы на границах зерен может служить причиной появления быстро мигрирующих неравновесных границ и спусковым крючком процесса аномального роста зерен. С другой стороны, растворение частиц связано с появлением мощных диффузионных потоков атомов примеси по границам зерен. Об этом свидетельствуют, на наш взгляд, результаты Оже-спектрального анализа структуры в Оже-электронах магния (рис. 9).

Как показали авторы [9,10], диффузионный поток атомов примеси вдоль границы зерна приводит к появлению осмотических сил и мощных внутренних напряжений в окружающей границу объеме зерен. В этом случае в качестве механизма релаксации этих напряжений может служить испускание границей решеточных дислокаций,



**Рис. 9.** Структура сплава Al-3%Mg в Оже-электронах магния после часового отжига при температуре 473 К (видно, что магний концентрируется вблизи границ зерен).

что и является причиной появления зерен, содержащих высокую плотность решеточных дислокаций.

## Выводы

1. На примере алюминиевых сплавов Al–3%Mg и Al1570 показано, что интенсивная пластическая деформация кручением под давлением приводит к формированию неравновесной структуры СМК и НК.

2. Обнаружено, что эволюция структуры СМК и НК сплавов при повышении температуры отжига осуществляется в два этапа:

а) при достаточно низких температурах отжига происходит нормальный рост зерен, сопровождающийся релаксацией внутренних напряжений;

б) повышение температуры отжига приводит к вторичной рекристаллизации, сопровождающейся образованием высокой плотности дислокаций в теле зерен, соответственно повышением микротвердости.

3. Выдвинуто предположение, что возможной причиной аномального роста зерен и появления зерен с высокой плотностью дислокаций является растворение частиц выделений и связанное с этим возникновение мощных зернограницных диффузионных потоков атомов примеси.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 09-02-97032-р.

## Список литературы

- [1] Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура, свойства. М.: ИКЦ „Академкнига“, 2007. 308 с.
- [2] Furukawa M., Iwahashi Y., Horita Z., Nemoto M., Tsenev N.K., Valiev R.Z., Langdon T.G. // Acta Mater. 1997. Vol. 45. N 11. P. 4751–4757.
- [3] Valiev R.Z., Salimonenko D.A., Tsenev N.K., Berbon P.B., Langdon T.G. // Scripta Materialia. 1997. Vol. 37. N 12. P. 1945–1950.
- [4] Tsenev N.K., Valiev R.Z., Obratzov O.V., Fridlander I.N. // Proc. 6 Int. Aluminum Conf. Germany, 1992. P. 1125–1132.
- [5] Перевезенцев В.Н., Щербань М.Ю., Мурашкин М.Ю., Валиев Р.З. // Письма в ЖТФ. 2007. Т. 33. Вып. 9. С. 40–46.
- [6] Valiev R.Z., Krasilnikov N.A., Tsenev N.K. // Mat. Sci. & Eng. 1991. Vol. A 137. P. 35–40.
- [7] Перевезенцев В.Н., Пупынин А.С. // ФММ. 2006. Т. 102. № 1. С. 33–37.
- [8] Перевезенцев В.Н., Пупынин А.С. // Вопросы материаловедения, 2006. Т. 48. № 4. С. 5–10.
- [9] Гегузин Я.Е. Диффузионная зона. М.: // Наука, 1979. 344 с.
- [10] Колобов Ю.Р., Марвин В.Б. // ФММ. 1989. Т. 67. № 6. С. 1204–1208.