

Структура и фазовый состав сплава Al–Mg–Li–Zr в условиях высокоскоростной сверхпластичности

© А.А. Мазилкин, М.М. Камалов, М.М. Мышляев

Институт физики твердого тела Российской академии наук,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

E-mail: mazilkin@issp.ac.ru

(Поступила в Редакцию в окончательном виде 12 января 2004 г.)

Образцы промышленного алюминий-литиевого сплава, подвергнутые равноканальному угловому прессованию, испытаны на одноосное растяжение. Найдено, что исследованный материал обладает однородной высокодисперсной зеренной структурой и при растяжении обнаруживает сверхпластичность. Исследованы особенности микроструктуры образцов в ходе их пластической деформации.

Работа выполнена при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований (проекты № 03-02-16947, 01-02-16505, 02-02-81021).

Материалы с нано- и субмикроструктурной (СМК) структурой вызывают повышенный интерес, поскольку обладают рядом преимуществ по сравнению с обычными крупнокристаллическими объектами. К таким преимуществам можно отнести повышенную прочность, высокоскоростную сверхпластичность и др. [1–3]. Материалы с ультрамелким зерном получают в том числе и с помощью интенсивной пластической деформации (ИПД). Одним из методов ИПД, позволяющих получать массивные СМК-образцы, является равноканальное угловое (РКУ) прессование. Метод был разработан Сегалом [4,5]. Важным преимуществом РКУ-прессования перед другими методами изготовления СМК-материалов является отсутствие пористости, а также однородность структуры получаемых образцов.

Исследования, описанию которых посвящена настоящая работа, выполнены на алюминий-литиевом сплаве 1420 с СМК-структурой, полученной РКУ-прессованием. Интерес к этому сплаву не случаен. Он обладает рядом уникальных физических свойств (низкая плотность, коррозионная стойкость, свариваемость [6]) и в последнее время интенсивно изучается [2,7–9]. Необходимо также отметить, что изучение процессов пластической деформации на объектах с СМК-структурой может помочь в прогнозировании поведения материалов на поздних стадиях деформации [10]. В данной работе приводятся данные по эволюции структуры в образцах сплава 1420 после их испытания методом растяжения в условиях сверхпластичности.

1. Материал и методика

Эксперименты проводились на сплаве 1420 (Al–5.5 wt.% Mg–2.2 wt.% Li–0.12 wt.% Zr), прутки которого были подвергнуты РКУ-прессованию для получения микроструктурной зеренной структуры. РКУ-обработка осуществлялась при температуре 370°C. Было выполнено десять проходов, при этом заготовка при каждом следующем проходе поворачивалась вокруг

оси на 90° (маршрут В), что позволяет получать сплав с наиболее однородной текстурой и микроструктурой [11].

Из деформированного прутка изготавливались плоские образцы для механических испытаний. Толщина образца составляла 0.85 mm, длина рабочей части 5 mm. Деформация образцов проводилась на установке Instron в условиях одноосного растяжения с постоянной скоростью 5 mm/min при температуре 370°C. Точность поддержания температуры при испытаниях составляла ±2.5 K. Подробнее исследования механических свойств описаны в [9].

Структура и фазовый состав сплава в исходном состоянии (РКУ-прессование) и после механических испытаний исследовались с помощью просвечивающей электронной микроскопии на микроскопе JEM-100CX с ускоряющим напряжением 100 kV. Характеристики наблюдаемой субструктуры изучались с помощью **gb**-анализа и анализа следов [12]. Фазовый состав сплава определялся также методом рентгеновского фазового анализа на дифрактометре Siemens с использованием CuK_α -излучения.

2. Результаты и обсуждение

На рис. 1 представлена фотография микроструктуры изучаемого сплава после РКУ-прессования. Видно, что образец состоит из отдельных зерен. Изображение каждого зерна получено в режиме темного поля в одном из рефлексов зоны, отвечающей этому зерну. Рядом приведены соответствующие картины микродифракции. Из рисунка видно, что структура изучаемого сплава после РКУ-прессования достаточно однородна. Зерна равноосны; средний размер зерна $\sim 1.5 \mu\text{m}$. Внутри зерен наблюдается развитая субструктура: отдельные дислокации, дислокационные скопления, дислокационные субграницы. Таким образом, с учетом присутствия в структуре субграниц изучаемый материал может быть охарактеризован как субмикроструктурный.

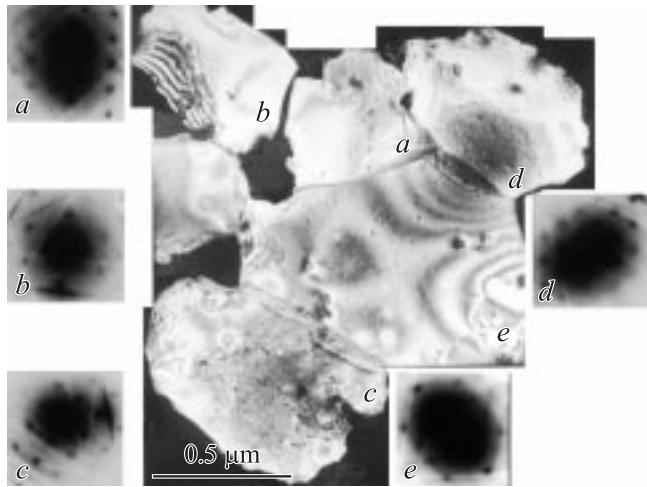


Рис. 1. Составное темнопольное изображение структуры алюминиевого сплава 1420 после РКУ-прессования. Одинаковыми буквами обозначены зерно и соответствующая ему картина дифракции.

Величина средней плотности дислокаций в материале $\sim 10^9 \text{ cm}^{-2}$. В структуре имеются выделения интерметаллидных фаз: S_1 -фазы (Al_2LiMg) и δ' -фазы (Al_3Li). S_1 -фаза выделяется в виде колоний по границам зерен, на тройных стыках, а также внутри самих зерен (рис. 1).

Серия фотографий на рис. 2 иллюстрирует изменение структуры сплава при его деформации в ходе механических испытаний. Изображения структуры получены тем же способом, что и для рис. 1. Уже отмечалось, что в начальном состоянии сплав характеризуется структурой с равноосными зернами. Как видно из рис. 2, *a* (степень деформации $\varepsilon = 110\%$), в структуре сплава на данной стадии деформации преобладают вытянутые зерна. То же наблюдается и для образцов, деформированных до $\varepsilon = 300\%$ (рис. 2, *b*). В образцах с большими степенями деформации (900 и 1200%) структура вновь характеризуется равноосными зернами (рис. 2, *c* и *d* соответственно).

С ростом степени деформации несколько возрастает средний размер зерна (до $2 \mu\text{m}$). Плотность дислокаций

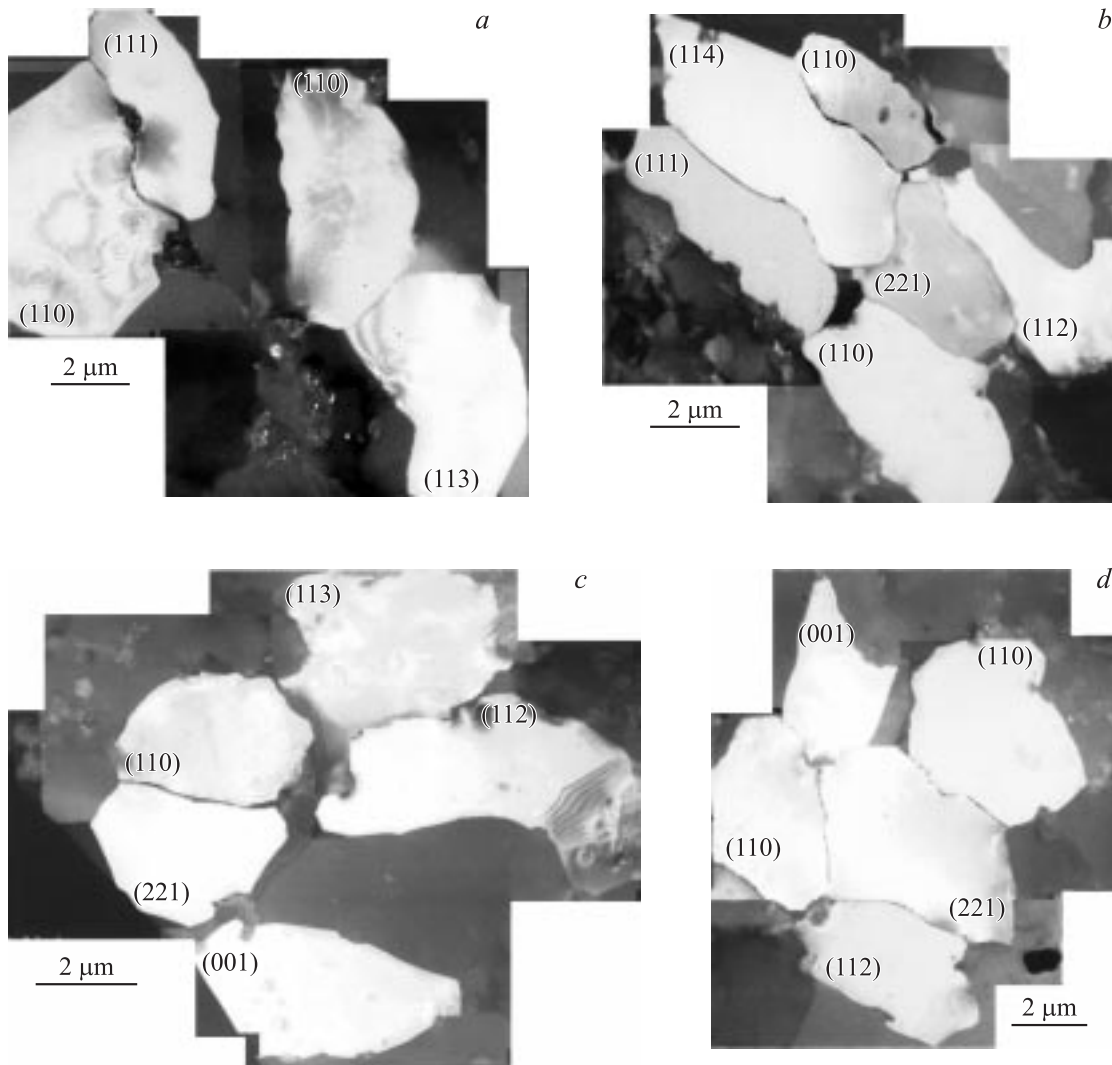


Рис. 2. Составные темнопольные изображения структуры сплава 1420, полученные в ходе испытаний на растяжение: $\varepsilon = 110$ (*a*), 300 (*b*), 900 (*c*) и 1200% (*d*). На каждом зерне обозначена соответствующая ему ось зоны.

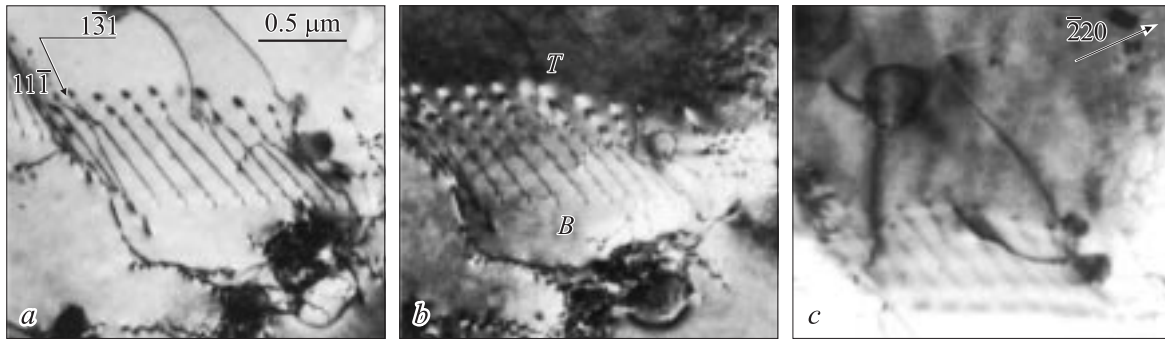


Рис. 3. Микрофотографии дислокационной стенки, полученные в рефлексах $g = \bar{1}\bar{1}1$, $s \approx 0$ (a); $g = \bar{1}\bar{1}1$, темное поле, $s < 0$ (b); $g = \bar{2}20$ (c).

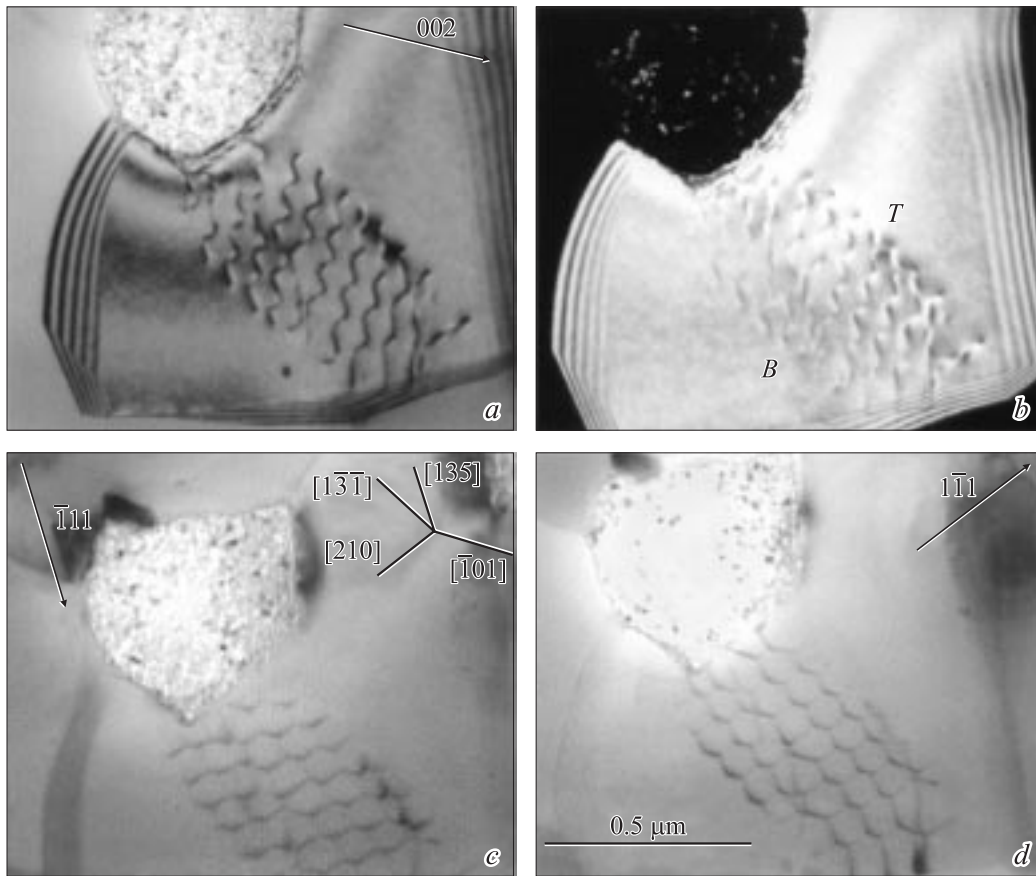


Рис. 4. Изображения гексагональной дислокационной сетки, полученные в рефлексах $g = 002$, $s \approx 0$ (a); $g = 002$, темное поле, $s < 0$ (b); $g = \bar{1}\bar{1}1$ (c); $g = \bar{1}\bar{1}1$ (d).

уменьшается до $10^6 - 10^7 \text{ см}^{-2}$. Видимых изменений в размере, форме и распределении вторичных фаз не наблюдалось.

Нами была подробно изучена структура дислокационных субграниц, формирующих субструктуру внутри зерен, как в исходном материале, так и в образцах, подвергнутых механическим испытаниям. Следует отметить, что в строении субграниц наблюдаются некоторые нарушения. Эти нарушения в основном довольно регулярны, несмотря на то что изучаемый материал под-

вергался большим пластическим деформациям. Данное обстоятельство свидетельствует о том, что в формировании субграниц наряду с дислокационным скольжением активное участие принимало также неконсервативное движение дислокаций. Типичные примеры изученных дислокационных границ приведены на рис. 3 и 4.

На рис. 3 представлены фотографии субграницы — стенки дислокаций, отвечающие различным дифракционным условиям при горизонтальном положении фольги. В соответствии с данными микродифракции проек-

ции субграницы на плоскость фольги отвечает плоскость (112), линия пересечения субграницы с плоскостью фольги направлена по $[1\bar{3}1]$, линии проекций дислокаций на плоскость фольги лежат приблизительно вдоль направления $[11\bar{1}]$.

Толщина фольги t вблизи стенки определялась при горизонтальном ее положении по числу n осцилляций контраста на изображениях наклонных дислокаций при $\mathbf{g} = [11\bar{1}]$ и $s \approx 0$, где \mathbf{g} — дифракционный вектор, s — параметр отклонения от точного отражающего положения. Эта толщина имеет величину $t = n\xi_{\mathbf{g}} = 0.17 \mu\text{m}$, где $\xi_{\mathbf{g}}$ — экстинкционная длина, соответствующая данному вектору обратной решетки \mathbf{g} .

Места пересечения субграницы с верхней и нижней поверхностями фольги определяли, используя темнопольное изображение субграницы при $s < 0$. В этих условиях контраст на изображении дислокаций сильнее у верхней поверхности фольги, чем у нижней [13]. Обозначения T и B на рис. 3, *b* относятся к изображениям участков субграницы, пересекающих соответственно верхнюю и нижнюю поверхности фольги. Ширина проекции субграницы на плоскость рисунка составляет примерно $0.7 \mu\text{m}$. Следовательно, плоскость залегания субграницы наклонена к плоскости рисунка под углом 19° и является плоскостью $(10\bar{1})$. Тогда дислокации стенки направлены практически параллельно $[101]$.

Вектор Бюргера дислокаций \mathbf{b} определялся путем нахождения рефлексов \mathbf{g} , в которых дислокации не наблюдались или наблюдались с минимальным контрастом ($\mathbf{g}\mathbf{b} = 0$). Этому условию отвечает рис. 3, *c*. Заметим, что, согласно расчетам интенсивности на основе динамической теории [14], при $\mathbf{g}\mathbf{b} = 0$ критерием отсутствия контраста на дислокациях с краевой компонентой является условие $m = \mathbf{g}[\mathbf{b} \times \mathbf{u}]/8 \leq 0.08$, где \mathbf{u} — единичный вектор вдоль положительного направления дислокационной линии. В рассматриваемом случае $m = 0.125$; следовательно, остаточный контраст должен наблюдаться.

Таким образом, рассматриваемая стенка состоит из смешанных $\sim 60^\circ$ скользящих дислокаций с вектором Бюргера $\mathbf{b} = a/2[110]$ и плоскостью скольжения $(11\bar{1})$.

Субграницу, образованную гексагональной сеткой из дислокаций трех семейств, иллюстрируют фотографии (рис. 4), соответствующие различным условиям формирования контраста на ее изображении. Анализ ее дислокационного состава был выполнен по методике, примененной выше при анализе стенки дислокаций.

Как видно из рис. 4 (горизонтальное положение фольги), поверхности фольги соответствует плоскость (110), линии пересечения сетки с плоскостью фольги отвечает направление $[1\bar{3}1]$, дислокации проектируются на плоскость фольги на направления $\mathbf{v}_1 = [\bar{1}11]$, $\mathbf{v}_2 = [1\bar{1}1]$ и $\mathbf{v}_3 = [002]$, ширина проекции на плоскость рисунка составляет около $0.5 \mu\text{m}$.

Толщина фольги вблизи сетки определялась по числу „толщинных“ экстинкционных контуров на изображении границы зерна при $s \approx 0$ (рис. 4, *a*) и составляла $0.34 \mu\text{m}$.

Плоскость залегания сетки устанавливали по характеру контраста на дислокациях в темном поле при $s < 0$ (рис. 4, *b*). Ей отвечает плоскость $(\bar{1}21)$. Тогда направления соответствующих дислокационных линий приблизительно совпадают с кристаллографическими направлениями $\mathbf{u}_1 = [135]$, $\mathbf{u}_2 = [210]$ и $\mathbf{u}_3 = [\bar{1}10]$.

На каждой из фотографий (рис. 4), полученных в условиях, когда отражающими плоскостями являлись плоскости (002), $(\bar{1}11)$ и $(1\bar{1}1)$, нормальный контраст имеют лишь дислокации двух семейств. Следовательно, в каждом случае векторы Бюргера дислокаций одного из семейств находились в отражающей плоскости. Тогда с учетом величины параметра m дислокациям первого семейства отвечает вектор Бюргера $\mathbf{b}_1 = a/2[011]$, дислокациям второго семейства — $\mathbf{b}_2 = a/2[\bar{1}0\bar{1}]$, дислокациям третьего семейства — $\mathbf{b}_3 = a/2[\bar{1}10]$. Все дислокации, входящие в состав данной субграницы, являются смешанными, углы между векторами \mathbf{b} и \mathbf{u} равны соответственно $\varphi_1 = 18^\circ$, $\varphi_2 = 51^\circ$, $\varphi_3 = 60^\circ$. Дислокациям третьего семейства отвечает плоскость скольжения (111) .

Такие и подобные им субграницы характерны как для образцов материала в исходном состоянии, так и для образцов, подвергнутых механическим испытаниям.

Выше уже упоминалось, что в исследуемом материале присутствуют две из известных для системы Al–Li–Mg интерметаллидных фаз [15,16]: равновесная кубическая S_1 -фаза и неравновесная δ' -фаза (структурный тип $L1_2$). Выделения δ' -фазы чрезвычайно дисперсны, и часто ее присутствие обнаруживается только по дополнительным рефлексам на микродифракционной картине. Выделения фазы S_1 имеют произвольную форму и размер $0.2\text{--}0.3 \mu\text{m}$. Исходя из данных электронно-микроскопических наблюдений объемная доля этой фазы в структуре материала составляет до 15%. Однако рентгеновский дифракционный анализ образцов показал присутствие в сплаве менее 1% данной фазы (рис. 5). В нижней части рисунка приведена штрихдиаграмма, показывающая положения отражений для Al и Al_2LiMg .

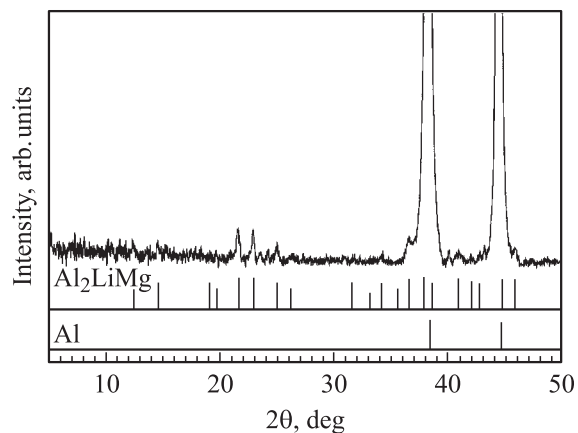


Рис. 5. Дифрактограмма алюминиевого сплава 1420, излучение $\text{CuK}\alpha$.

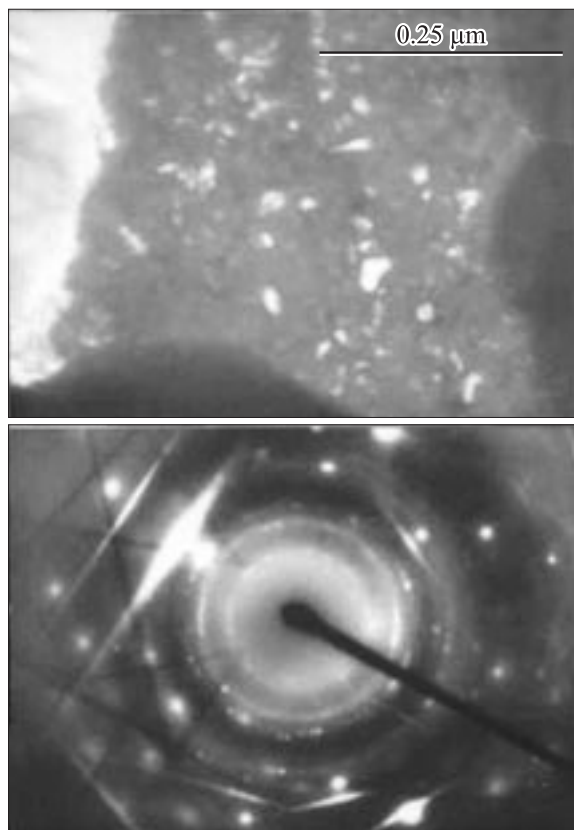


Рис. 6. Темнопольное изображение и соответствующая микродифракционная картина участка структуры с частицами S_1 -фазы.

На рис. 6 приведены темнопольное изображение участка фольги с выделением S_1 -фазы и соответствующая этому изображению дифракционная картина. Темнопольное изображение получено в одном из рефлексов фазы. Из рисунка видно, что S_1 -фаза выделяется в виде колоний дисперсных (размер ~ 25 nm), случайным образом ориентированных кристалликов Al_2LiMg . Области образца, включающей кристаллики фазы, отвечает контраст, отличный от контраста остального материала (без этой фазы). Материал между кристалликами в этой области, видимо, является обедненным твердым раствором Li и Mg в алюминиевой матрице.

Интересно сравнить данные, полученные для структуры сверхпластичного алюминиевого сплава, с результатами его механических испытаний [9]. На основании анализа зависимости „истинное напряжение—истинная деформация“ был сделан вывод, что деформации сплав 1420 характеризуются двумя основными стадиями: за упругой деформацией следует сравнительно короткий участок кривой, связанный с упрочнением материала, за которым идет наиболее длительная стадия разупрочнения. Для этих двух участков была определена величина энергии активации. На стадии упрочнения энергия активации оказалась равной 1.4 eV, при разупрочнении она составляет 0.98 eV. Исходя из значений

энергий активации были сделаны предположения о контролирующих механизмах при сверхпластической деформации. На первой стадии это самодиффузия в объеме зерен, что отвечает внутриверенному скольжению дислокаций, на второй — самодиффузия по границам зерен, что соответствует скольжению по границам зерен.

Исследование эволюции зеренной структуры изучаемого сплава свидетельствует о правомерности выводов о механизмах, контролирующих процесс деформации. Действительно, на стадии упрочнения изменяется форма зерен: из равноосных они становятся вытянутыми, что указывает на протекание внутриверенного скольжения. В то же время на этой стадии деформации довольно велика плотность дислокаций внутри зерен, и внутриверенное скольжение можно рассматривать как преобладающий механизм деформации.

Наблюдения структуры сплава на стадии разупрочнения ($\epsilon = 900$ и 1200%) показали, что зерна приобрели равноосную форму, а плотность дислокаций в них значительно снизилась. Такая структура характерна для сверхпластической деформации путем скольжения по границам зерен [17].

Результаты электронно-микроскопического исследования дислокационных границ блоков свидетельствуют о том, что в структуре преобладают различные неравновесные субграницы. Неравновесность субграниц обусловлена, во-первых, нарушениями регулярности их строения; во-вторых, тем, что у дислокаций, образующих дислокационные стенки, довольно велика винтовая составляющая, а у дислокаций, входящих в состав сеток, присутствует составляющая с краевой ориентацией [18,19]. Такие неравновесные границы блоков, обладая повышенной энергией, демонстрируют возможность термоактивированного разрушения при нагреве и деформации образцов. Они создают в зернах дальнедействующие поля напряжений, которые в свою очередь могут вызвать выход дислокаций из других субграниц в зерне, т. е. фактически их разрушение.

Список литературы

- [1] P.G. Saunders, J.A. Eastman, J.R. Weertman. *Acta Mater.* **45**, 10, 4019 (1997).
- [2] M.V. Markushev, C.C. Bampton, M.Y. Murashkin, D.A. Hardwick. *Mater. Sci. Eng. A* **234-236**, 927 (1997).
- [3] K. Neishi, Z. Horota, T.G. Langdon. *Scripta Mater.* **45**, 965 (2001).
- [4] В.М. Сегал, В.И. Резников, А.Е. Дробышевский, В.И. Копылов. *ФММ* **1**, 99 (1981).
- [5] V.M. Segal. *Mater. Sci. Eng. A* **197**, 157 (1995).
- [6] И.Н. Фридляндер. *Металловедение и терм. обраб. металлов* **4**, 2, 1990.
- [7] S. Lee, P.B. Berbon, M. Furukava, Z. Horita, M. Nemoto, N.K. Tsenev, R.Z. Valiev, T.G. Langdon. *Mater. Sci. Eng. A* **272**, 63 (1999).
- [8] M. Furukava, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. *Mat. Sci. Eng. A* **324**, 82 (2002).

- [9] М.М. Мышляев, В.В. Шпейзман, М.М. Камалов. ФТТ **43**, 833 (2001).
- [10] В.В. Рыбин. Большие пластические деформации и разрушения металлов. Металлургия, М. (1986). 224 с.
- [11] M. Furukava, Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto, T.G. Langdon. *Mat. Sci. Eng. A* **257**, 328 (1998).
- [12] П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан. Электронная микроскопия тонких кристаллов. Мир, М. (1968). 574 с.
- [13] W.L. Bell, G. Thomas. *Phys. Stat. Sol.* **12**, 843 (1965).
- [14] A. Howie, M.J. Whelan. *Proc. Roy. Soc. A* **267**, 206 (1962).
- [15] L.F. Mondolfo. *Aluminum Alloys: Structure and Properties*. Butterworth & Co Ltd, London (1976). 556 p.
- [16] И.Н. Фридляндер, К.В. Чуистов, А.Л. Березина, Н.И. Колобнев. *Алюминий-литиевые сплавы (структура и свойства)*. Наук. думка, Киев (1992). 192 с.
- [17] О.А. Кайбышев. *Пластичность и сверхпластичность металлов*. Металлургия, М. (1975). С. 280.
- [18] J.C.M. Li. In: *Electron Microscopy and Strength of Crystals* / Ed. G. Thomas, J. Washburn. N.Y. (1963). 713 p.
- [19] V.K. Lindroos, H.M. Miekko-oja. *Phil. Mag.* **16**, 593 (1967); **17**, 117 (1968).