

УДК 669.71:539.24'25

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ЧИСТОГО АЛЮМИНИЯ И СПЛАВА 1420 ПОСЛЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

К.В. Иванов, Е.В. Найденкин

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск

E-mail: ikv@ispms.tsc.ru

Методами просвечивающей электронной микроскопии и анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов исследовано влияние равноканального углового прессования на формирование структуры и механические свойства чистого алюминия и алюминиевого сплава 1420. Установлено, что в результате прессования по маршруту В_c в исследованных материалах формируется ультрамелкозернистая однородная равноосная зеренно-субзеренная структура со средним размером структурных элементов ~2 мкм. Обнаружено, что в случае чистого алюминия средний размер зерна в два раза превышает средний размер субзерна, а в сплаве 1420 значения указанных величин близки. Показано, что в результате равноканального углового прессования механические свойства изученных материалов значительно улучшаются. Обсуждаются факторы, обуславливающие обнаруженные особенности структуры и механических свойств.

Ключевые слова:

Интенсивная пластическая деформация, ультрамелкозернистая структура, алюминий, алюминиевый сплав.

Key words:

Severe plastic deformation, ultra-fine-grain structure, aluminum, aluminum alloy.

В последние годы большой интерес исследователей-материаловедов вызывают ультрамелкозернистые (УМЗ) алюминиевые материалы, измельчение структуры в которых достигается воздействием интенсивной пластической деформации [1, 2]. Это связано с тем, что формирование УМЗ структуры в данных материалах приводит к повышению уровня их механических и физических свойств, что в перспективе может быть использовано для различных практических приложений. Равноканальное угловое прессование (РКУП), разработанное В.М. Сегалом с сотрудниками [3], является в настоящее время одним из основных способов для реализации интенсивной пластической деформации. Указанный метод позволяет получать массивные беспористые заготовки с ультрамелким размером зерен в субмикроструктурном (для чистых металлов) или нанометровом (чаще всего для сплавов и интерметаллидов) диапазоне. Несмотря на большое число работ по исследованию структуры и свойств УМЗ сплавов на основе алюминия, полученных воздействием интенсивной пластической деформации, исследования в данном научном направлении остаются актуальными в силу того, что рассматриваемые материалы обладают сложной для изучения структурой и фазовым составом.

Последние достижения в методике автоматизированного индицирования картин дифракции обратно рассеянных электронов (в англоязычной литературе electron backscatter diffraction – EBSD) [4] открыли новые возможности в исследовании структуры материалов. Вместе с определением размера зерен стало возможным просто и быстро получать информацию, в частности, о текстуре и характере границ зерен в структуре материала. Известно, что именно эти характеристики структуры во многом определяют уровень механических свойств. В связи с вышеизложенным в настоящей работе была поставлена задача с использованием

нескольких взаимодополняющих экспериментальных методик – просвечивающей и растровой электронной микроскопии, EBSD-анализа, измерения микротвердости и испытаний на растяжение – провести комплексное исследование структуры и механических свойств, формирующихся при РКУП в чистом алюминии и алюминиевом сплаве 1420. Чистый алюминий был выбран в качестве модельного материала для того, чтобы установить особенности формирующейся при РКУП структуры и исключить влияние вторичных фаз. Сплав 1420 интересен как реальный материал, широко используемый в авиационной промышленности для конструкционных применений.

Материалы и методики эксперимента

В качестве материала для исследований использовали чистый алюминий (99,99 %) и алюминиевый сплав 1420 (состав в массовых процентах: Al-5,5Mg-2,2Li-0,12Zr). Заготовки подвергали РКУП в каналах с углом пересечения 90° по маршруту В_c [2]. Алюминий продавливали через каналы 8 раз при 20 °С (~0,3T_{пл}, T_{пл} – температура плавления), сплав 1420 – 10 раз при температуре 370 °С (~0,6T_{пл}).

Образцы для структурных исследований вырезали электроэрозионным способом. Поврежденный поверхностный слой удаляли при помощи шлифовки на наждачной бумаге и алмазной пасте с размером абразива 1 мкм. Перед исследованием методом EBSD образцы электролитически полировали в электролите, содержащем 10 % HCl и 90 % CH₃OH, при температуре –30 °С и напряжении 30 В. Фольги для просвечивающей электронной микроскопии готовили методом струйной электрополировки на приборе «Микрон-104» в электролите состава 25 % HNO₃+75 % CH₃OH при +5 °С и напряжении 12 В.

Тонкие фольги на просвет исследовали с использованием электронных микроскопов Philips CM30 и ЭМ-125K при ускоряющем напряжении 300 и 100 кВ соответственно. Исследования методом EBSD анализа проводили с помощью приставки Pegasus к растровому ионно-электронному микроскопу Quanta 200 3D с вольфрамовым термокатодом при ускоряющем напряжении 30 кВ и рабочем расстоянии 15 мм. Подходящие для исследования участки микроструктуры выбирали по растровому электронномикроскопическому изображению при увеличении 2000. Размер участков сканирования составлял 30×30 и 50×50 мкм (для алюминия) с шагом сканирования 0,3 мкм. Кикучи-картины, формируемые обратно рассеянными электронами, индицировались автоматически программой TSL OIM data collection (OIM – Orientation Imaging Microscopy). Точность определения углов ориентации рассматриваемым методом составляет 1° [4]. Обработку массивов данных вели с использованием программного обеспечения TSL OIM analysis. Доля неиндексированных точек, расположенных преимущественно в окрестностях границ, не превышала 15 %. Неиндексированным точкам присваивали значения углов ориентации ближайших соседей. При анализе данных принимали, что субзерна представляют собой области, внутри которых угол ориентации кристаллической решетки в двух соседних точках сканирования отличается не больше чем на 2°. Для зерен изменение указанного угла считали меньшим 15°. За размер зерна (субзерна) принимали диаметр круга, площадь которого равна площади зерна (субзерна). Средний размер рассчитывали как среднее арифметическое диаметров.

Микротвердость образцов по методу Виккерса измеряли на приборе Duramin-5 при нагрузке 0,1 Н в течение 15 с. Погрешность измерений не превышала 10 %. Механические испытания на растяжение при 20 °С проводили с использованием испытательной машины ПВ-3012 с автоматической записью кривых «время-нагрузка». Скорость растяжения составляла $8,2 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Образцы для механических испытаний в виде двойной лопатки с размерами рабочей части 4×2,5×1 мм³ вырезали электроискровым способом. Перед испытанием с поверхности образцов удаляли слой толщиной около 50 мкм механической шлифовкой и последующей электролитической полировкой.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Исследование методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) показало, что РКУП приводит к существенному измельчению структуры чистого алюминия. Из светлопольных изображений структуры видно (рис. 1), что субзерна равноосны, их размер лежит в интервале от 0,5 до 4 мкм. В некоторых случаях они разориентированы друг относительно друга на малый угол. Вместе с тем, встречаются отдельные зерна, окруженные

большееугловыми границами с характерным для равновесного состояния границ полосчатым контрастом. Наличие внутри таких зерен контуров экстинкции может свидетельствовать об их образовании путем объединения (коалесценции) группы субзерен и обусловлено наличием оборванных субграниц. Такой механизм «беззародышевой» рекристаллизации по данным работы [5] может реализовываться в деформированных металлах с высокой энергией дефекта упаковки, к каким относится алюминий ($\gamma_{\text{ДВ}}^{\text{Al}} \sim 153 \text{ эрг/см}^2$). По данным ПЭМ в большинстве субзерен присутствуют отдельные дислокации и дислокационные стенки. В работе [6] методом рентгеноструктурного анализа в чистом алюминии после РКУП была выявлена довольно высокая плотность дислокации ($\sim 3 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$), что является характерным для материалов, полученных ИПД при низких температурах.

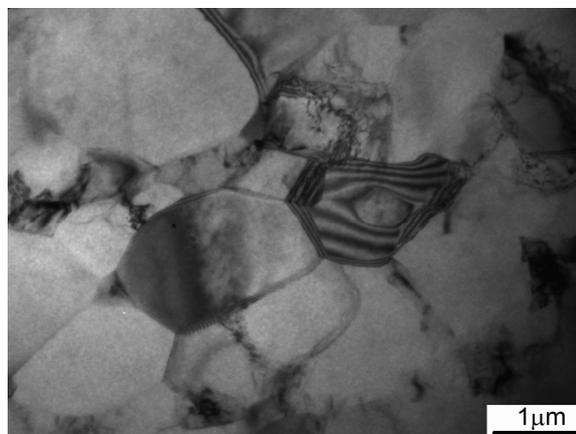


Рис. 1. Светлопольное ПЭМ изображение структуры чистого алюминия

На рис. 2 слева представлено ОИМ изображение структуры алюминия, построенное для значения предельного угла 2°. Видно, что структура сформирована равноосными или слегка вытянутыми субзернами. Средний размер субзерен равен 2,1 мкм. Распределение субзерен по размерам (рис. 3 слева) достаточно узкое, интервал размеров субзерен хорошо согласуется с данными, полученными с помощью ПЭМ.

Интервал распределения зерен, то есть областей, ограниченных большеугловыми границами, по размерам существенно шире (рис. 2, 3 справа). Следует отметить, что нижняя граница интервала совпадает с нижним размером субзерен, и значительную (до 65 %) долю объема занимают зерна, лежащие в интервале размеров субзерен. Вместе с тем, наблюдаются зерна с размерами в несколько раз большими, чем размеры субзерен. Из соответствующей ОИМ картины видно, что эти зерна имеют удлиненную вдоль направления сдвига форму, и формируют полосы, в которых формирования поперечных большеугловых границ не происходит. При этом, внутри таких полос наблюдаются отдельные зерна, существенно разориентированные по отношению к окружающему объему. Как было

отмечено выше, такие зерна могут образовываться путем коалесценции группы субзерен. Средний размер зерен в алюминии после РКУП значительно больше среднего размера субзерен и составляет 4,4 мкм. Распределение границ по углам разориентации без учета малоугловых границ с разориентировкой $<2^\circ$ приведено на рис. 7. Видно, что доля большеугловых границ в структуре составляет 72 %.

В результате РКУП микротвердость чистого алюминия возрастает до величины 390 МПа, что более чем в 2 раза выше, чем в исходном состоянии. Величина пределов прочности и текучести равна 110 и 106 МПа, деформация до разрушения 18 %. По данным [7], значения пределов прочности и текучести отожженного алюминия с чистотой 99,99 % равны 45 и 10 МПа, а деформация до разрушения 50 %. Таким образом, алюминий демонстрирует характерные для ультрамелкозернистых металлов, полученных РКУП, особенности механических свойств: рост прочностных характеристик, особенно сильно предела текучести, снижение уровня деформации до разрушения и близкие значения пределов прочности и текучести [1].

По данным ПЭМ, структура сплава 1420 после РКУП подобна структуре чистого алюминия в ча-

сти формы и размеров субзерен. Как и в случае алюминия, на границах зерен обнаруживается полосчатый контраст, характерный для равновесного состояния границ. Следует отметить меньшее количество контуров экстинкции в сплаве по сравнению с чистым алюминием, что связано, вероятно, с более высокой температурой РКУП. Наличие таких контуров в сплаве, в отличие от чистого алюминия, может быть обусловлено не коалесценцией субзерен, а выделением частиц вторичной фазы на границах зерен, приводящим к появлению вблизи них искажений решетки (рис. 4). На границах зерен сплава наблюдаются частицы S-фазы (Al_2LiMg), равномерно распределенные по объему материала. Средний размер указанных частиц составляет $\sim 0,33$ мкм, а их объемная доля достигает 6 ± 2 %. В объеме зерен наблюдаются мелкодисперсные выделения интерметаллидных включений Al_3Li и Al_3Zr размером 20...60 нм.

На рис. 5 представлены ОИМ изображения сплава 1420, построенные для значений предельных углов 2° и 15° . Видно, что размер субзерен незначительно отличается от размеров зерен. Средний размер субзерен равен 2,2 мкм, что близко к значению среднего размера зерен (2,6 мкм). Распреде-

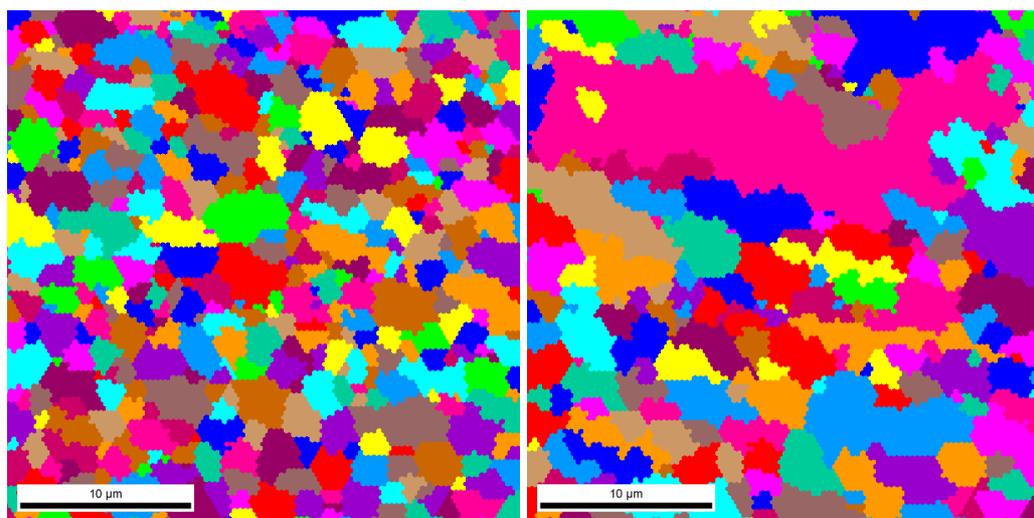


Рис. 2. ОИМ изображение структуры алюминия после РКУП, построенное для значений предельного угла 2° (слева) и 15° (справа)

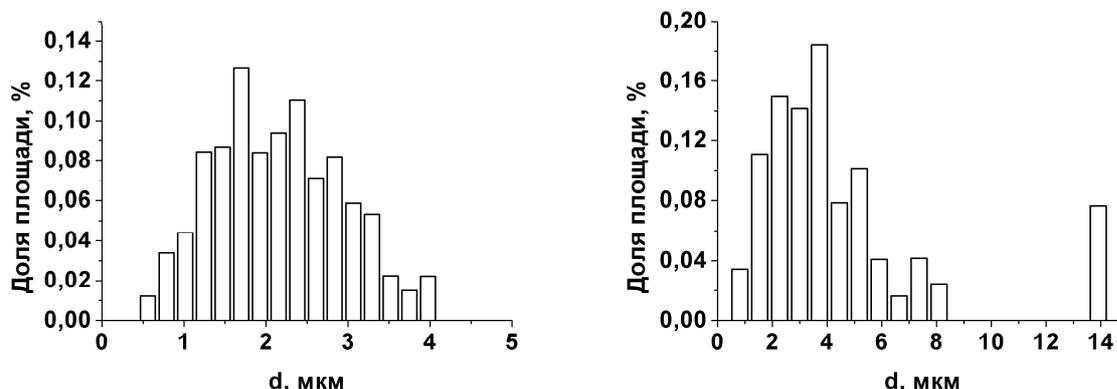


Рис. 3. Распределение субзерен (слева) и зерен (справа) алюминия после РКУП по размерам

ния по размерам соответствующих структурных элементов лежат практически в одинаковом интервале. В случае зерен центр тяжести распределения несколько смещается в сторону больших размеров. Указанные особенности указывают на то, что для сплава 1420 значительная часть границ должна иметь большеугловые разориентировки. Действительно, из распределения границ по углам разориентации (рис. 7) видно, что доля большеугловых границ зерен в структуре сплава 1420 составляет 85 %, а само распределение близко к случайному распределению границ зерен по углам разориентации [8]. По-видимому, увеличение доли большеугловых границ в структуре сплава 1420 по сравнению с чистым алюминием связано с протеканием процесса динамической рекристаллизации из-за увеличения температуры равноканального углового прессования. Таким образом, в сплаве 1420 после РКУП по использованному режиму обнаруживаются те особенности структуры, которые желательно получить при интенсивной пластической деформации – ультрамелкий размер зерен и преимущественно большеугловые разориентировки на границах зерен [2].

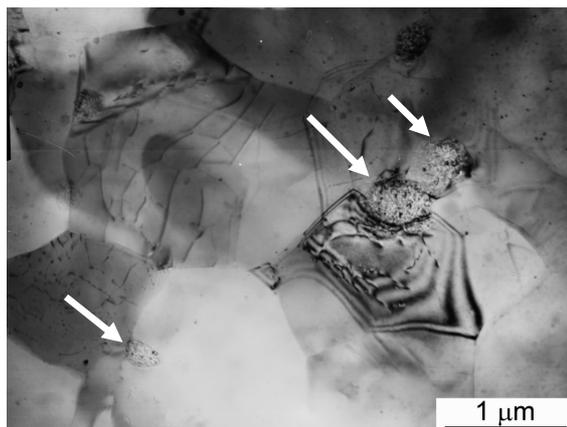


Рис. 4. Светлопольное ПЭМ изображение структуры сплава 1420. Стрелками отмечены частицы S-фазы

Сформированная методом РКУП структура сплава 1420, наряду с особенностями его фазового состава, приводит к значительному повышению механических свойств этого материала по сравнению с чистым алюминием. Так величина микротвердости возрастает до 1260 МПа, а предел текучести при растяжении до 280 МПа. Наблюдаемое

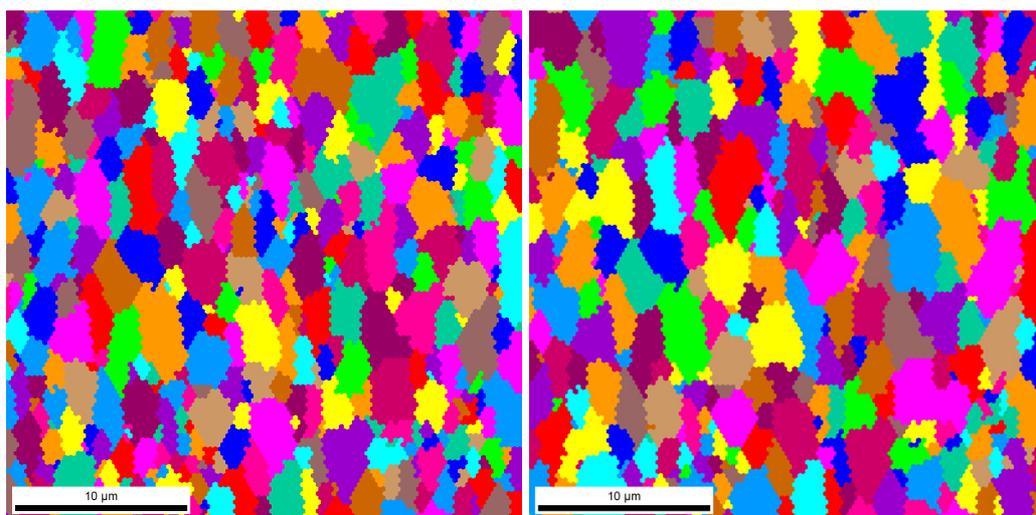


Рис. 5. ОИМ изображение структуры сплава 1420 после РКУП, построенное для значений предельного угла 2° (слева) и 15° (справа)

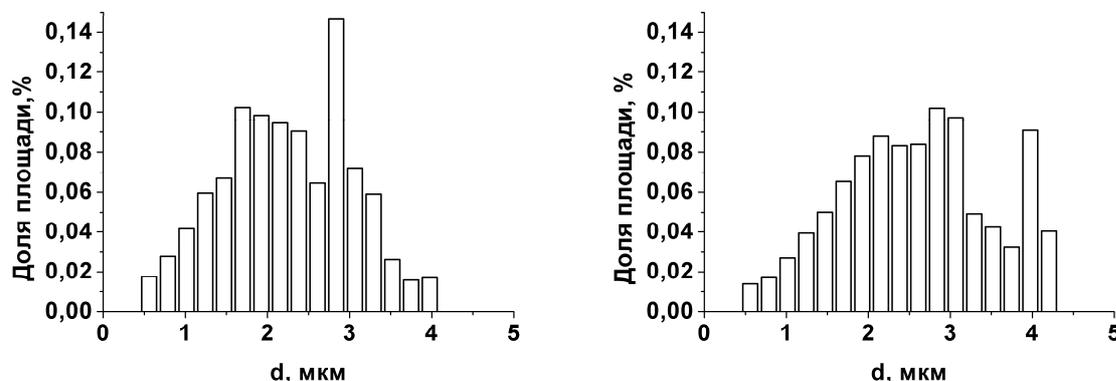


Рис. 6. Распределение субзерен (слева) и зерен (справа) сплава 1420 после РКУП по размерам

многократное повышение механических свойств сплава 1420 после РКУП может быть обусловлено, по данным работы [9], большими вкладами от твердорастворного и дисперсного упрочнения этого материала.

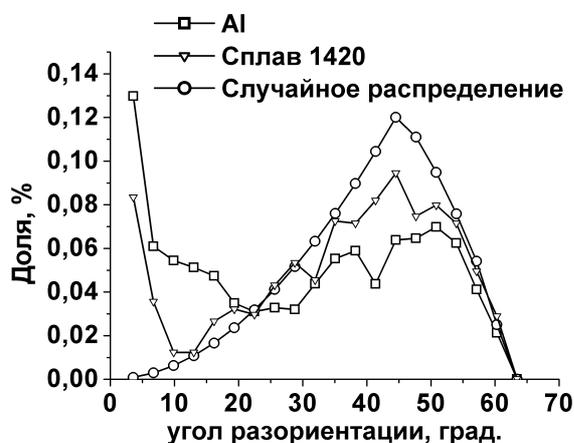


Рис. 7. Распределение границ субзерен и зерен по углам разориентации, полученное для алюминия и сплава 1420. Приведено также случайное распределение границ зерен по углам разориентации

Выводы

1. Методами просвечивающей электронной микроскопии и EBSD-анализа установлено, что при равноканальном угловом прессовании при комнатной температуре в чистом алюминии образуется однородная равноосная зеренно-суб-

зеренная структура со средним размером субзерна 2,1 мкм. Формирующаяся в указанных условиях зеренная структура характеризуется существенной неоднородностью: вместе с массивами, образованными равноосными зернами, совпадающими по размерам субзернами, наблюдаются вытянутые вдоль направления сдвига зерна. Средний размер зерен равен 4,4 мкм, а доля большеугловых границ составляет 72 %.

2. Обнаружено, что в сплаве 1420 значения среднего размера субзерен и зерен близки по величине и равны 2,2 и 2,6 мкм соответственно. Доля большеугловых границ составляет 85 %. Предполагается, что увеличение доли большеугловых границ в структуре сплава 1420 по сравнению с чистым алюминием связано с протеканием процесса динамической рекристаллизации из-за увеличения температуры равноканального углового прессования.
3. В результате равноканального углового прессования микротвердость чистого алюминия возрастает более чем в 2 раза, пределы прочности и текучести увеличиваются в 2 и 10 раз, соответственно, деформация до разрушения (пластичность) снижается в 2,7 раза, что характерно для ультрамелкозернистых металлов, полученных воздействием интенсивной пластической деформации. Сплав 1420 демонстрирует дополнительное увеличение прочностных свойств из-за твердорастворного и дисперсного упрочнения.

Работа выполнена в рамках государственного проекта СО РАН №3.6.2.2 на 2007–2009 г.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Колобов Ю.Р., Валиев Р.З., Грабовецкая Г.П. и др. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов. – Новосибирск: Наука, 2001. – 232 с.
2. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. – 398 с.
3. Сегал В.М., Резников В.И., Дробышевский А.Е., Копылов В.И. Пластическая обработка металлов простым сдвигом // Известия АН СССР. Металлы. – 1981. – № 1. – С. 115–123.
4. Humphreys F.J. Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction // Journal of materials science. – 2001. – V. 36. – P. 3833–3854.
5. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. – М.: МИСИС, 2005. – 432 с.
6. Иванов К.В., Найденкин Е.В. Влияние скорости равноканального углового прессования на формирование структуры чистого алюминия // Физика материалов и материаловедение. – 2008. – Т. 106. – № 4. – С. 426–432.
7. [Электронный ресурс]. – режим доступа: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=dd1abda-fa6524dd69c161f6e4031636e>. – 25.04.2008.
8. Mackenzie J.K. Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes // Biometrika. – 1958. – V. 45. – P. 229–240.
9. Особенности структуры и свойств перспективных материалов / Под ред. А.И. Потекаева. – Томск: Изд-во НТЛ, 2006. – 392 с.

Поступила 15.01.2009 г.