

МИКРОСТРУКТУРА И ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ СВОЙСТВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 6201, НАНОСТРУКТУРИРОВАННОГО МЕТОДОМ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Мавлютов А. М.^{1,2}, Касаткин И. А.³, Мурашкин М. Ю.^{2,3},
Валиев Р. З.^{2,3}, Орлова Т. С.^{1,4}

¹Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, Санкт-Петербург, Россия

²Уфимский государственный авиационный технический университет, Институт физики перспективных материалов, Уфа, Россия

³Санкт-Петербургский государственный университет, Санкт-Петербург, Россия

⁴Физико-технический институт им. А. Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

a.m.mavlyutov@gmail.com

Методы интенсивной пластической деформации позволяют достичь уникального сочетания функциональных свойств различных металлов и сплавов за счет формирования в них ультрамелкозернистой (УМЗ) и нанокристаллической структуры [1]. В данной работе исследовались микроструктурные особенности и физико-механические свойства широко используемого в электротехнике алюминиевого сплава 6201 стандартного химического состава 0.5–0.6Mg; 0.5–0.6Si; 0.3Fe; 0.1Cu; 0.02Zn; 0.02Ti; 0.02Ti+V+Cr+Mn; ост. Al (масс%), подвергнутого интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). Экспериментально установлено, что введение дополнительной плотности дислокаций (повышение с $2 \cdot 10^{13}$ до $5 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$), при сохранении основных микроструктурных параметров (размера зерна, размера и распределения выделений вторичных упрочняющих фаз), приводит к увеличению микротвердости УМЗ сплава на 13%, в то же время, значения электропроводности материала практически не изменяется.

Из исходного прутка алюминиевого сплава 6201 диаметром 20 мм были вырезаны заготовки в виде дисков толщиной 1.5 мм. Для исследования микроструктуры и физико-механических свойств были изготовлены образцы, прошедшие следующую обработку: отжиг при температуре 550°C в течение 2 часов с последующим охлаждением в воду, 1 оборот ($n=1$) ИПДК при комнатной температуре (КТ) под давлением 6 ГПа и последующая ИПДК при температурах 180°C или 230°C под давлением 6 ГПа, $n=20$. В результате такой обработки степень истинной деформации в области на расстоянии 6 мм от центра диска составила ~ 7 [2]. Из каждой серии полученных образцов несколько из них подвергли дополнительной ИПДК на $\frac{1}{4}$ оборота при КТ.

Исследование микроструктуры образцов сплава проводили на просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM 2100 при ускоряющем напряжении 200 кВ. Рентгеноструктурный анализ (РСА) проводили на дифрактометре Bruker D8 DISCOVER в режиме симметричного θ - 2θ сканирования с использованием параллельного пучка излучения CuK_α (40 кВ, 40 мА). Шаг сканирования составил 0.02 град. по 2θ , а время экспозиции 0.5 сек. Электропроводность сплава (ω) измеряли, используя вихрековый измеритель марки ВЭ – 27 НЦ/4-5 с относительной погрешностью $\pm 2\%$ по ГОСТ 27333-87. Микротвердость по методу Виккерса (HV) определяли в соответствии с ГОСТ 2999-75 на микротвердомере Buehler Omnimet Micromet – 5101.

Известно, что микротвердость сплава может быть определена как сумма различных упрочняющих вкладов [3,4]:

$$HV = HV^{Al} + \Delta HV^{GB} + \sum_i \Delta HV_i^{sol} + \Delta HV^{precip} + \Delta HV^{disl}, \quad (1)$$

где HV^{Al} – микротвердость чистого Al, ΔHV^{GB} – вклад зернограничного упрочнения, ΔHV_i^{sol} – вклад i -го легирующего элемента, ΔHV^{precip} – вклад частиц вторых фаз, образо-

вавшихся в результате распада твердого раствора при динамическом или статическом старении, ΔHV^{dist} – вклад от дислокационного упрочнения.

В результате обработки ИПДК на 1 оборот при КТ исходная крупнозернистая структура трансформируется в однородную УМЗ структуру преимущественно с большеугловыми границами зерен. При этом зерна имеют форму, близкую к равноосной, а их размер (d) составляет около 130 нм (рис.1а). Последующая ИПДК с количеством оборотов 20 существенно влияет на микроструктуру сплава. Средний размер зерна в образцах сплава после дополнительной деформации при 180 и 230 °С увеличивается до 950 ± 50 и 1100 ± 50 нм соответственно. Наряду с увеличением размера зерна в процессе ИПДК при температурах 180 или 230 °С происходит выделение частиц вторичной фазы Mg_2Si сферической формы, диаметром (D) 30 и 50 нм и средним расстоянием между частицами (L) 115 и 135 нм (рис.1б и таблица 1). Формирование УМЗ структуры и снижение концентрации легирующих элементов в твердом растворе за счет формирования вторичных фаз обеспечивает высокую прочность (микротвердость) и электропроводность по сравнению с его аналогами, подвергнутыми стандартной термомеханической обработке [5].

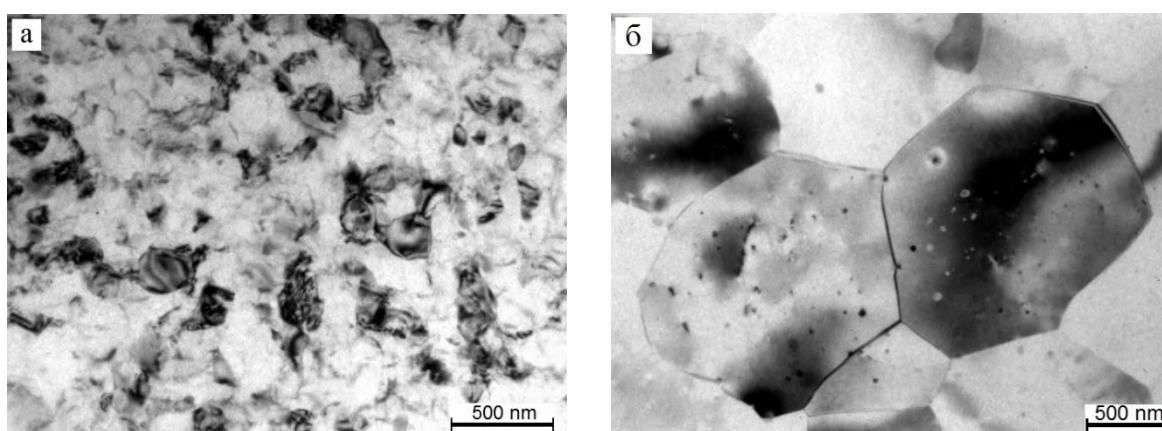


Рис. 1. Микроструктура сплава 6201 после ИПДК при КТ (а), и ИПДК при КТ и 180 °С (б).

Последующее увеличение прочности может быть достигнуто путем введения дополнительной плотности дислокаций (1). Для этого образцы подвергались дополнительной обработке ИПДК на $\frac{1}{4}$ оборота при КТ. Оказалось, что, действительно, такая деформация приводит к внесению дополнительных решеточных дислокаций (рис. 2). При этом средний размер зерна матрицы и распределение вторичных фаз существенным образом не изменяется (таблица 1).

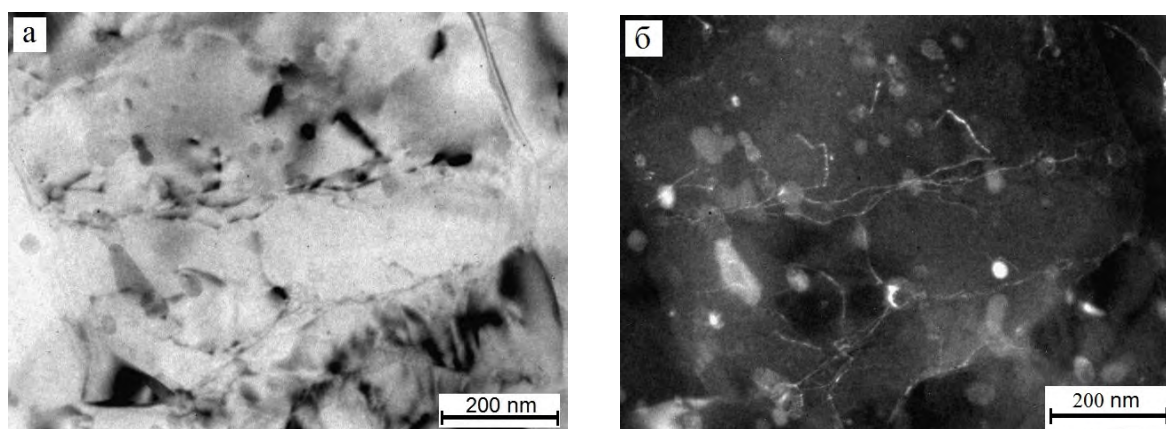


Рис. 2. Микроструктура сплава Al6201 после ИПДК при 230 °С+ $\frac{1}{4}$ КТ: светлопольное (а) и темнопольное (б) изображения

Полученные методом РСА характеристики микроструктуры (степень микроискажений кристаллической решетки ($\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$), размер когерентных областей (C)), а также экспериментальные значения микротвердости и электропроводности образцов представлены в таблице 1. Плотность дислокаций (ρ) определялась из данных РСА по формуле:

$$\rho = \frac{2\sqrt{3}\langle \varepsilon^2 \rangle^{\frac{1}{2}}}{bC}, \quad (2)$$

где b – вектор Бюргера, в соответствии с методикой, описанной в работе [6]. Дополнительная деформация кручением на $\frac{1}{4}$ оборота привела к увеличению плотности дислокаций в 2.5 – 3 раза. Такое увеличение плотности дислокаций обеспечило повышение прочности на 9 – 13%, при этом проводимость образцов уменьшилась незначительно – на 0.7 – 1.4%.

Таблица 1. Параметры микроструктуры, механические свойства и электропроводность сплава Al6201

Режим деформации	d , нм	D , нм	L , нм	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$, %	C , нм	ρ , м ⁻²	HV	ΔHV	ω , МС/м	$\Delta \omega$, МС/м
1_КТ+20_180	950	30	115	0.051±0.003	197±36	$3 \cdot 10^{13}$	113±2		31.1±0.6	
1_КТ+20_180+1/4_КТ				0.078±0.003	111±13	$9 \cdot 10^{13}$	123±5	10	30.1±0.6	-1.0
1_КТ+20_230	1100	50	135	0.037±0.002	187±18	$2 \cdot 10^{13}$	86±4		32.3±0.6	
1_КТ+20_230+1/4_КТ				0.056±0.003	128±10	$5 \cdot 10^{13}$	97±6	11	31.9±0.6	-0.4

Полученные в работе экспериментальные результаты указывают на возможность реализации нового подхода, обеспечивающего дальнейшее улучшение прочностных характеристик наноструктурированных алюминиевых сплавов при сохранении высокого уровня электропроводности за счет введения дополнительной плотности дислокаций при сохранении в целом остальных параметров УМЗ структуры. Поиск конкретных технологических подходов, обеспечивающих введение более высоких плотностей дислокаций $\sim 0.5 - 1.0 \cdot 10^{15} \text{ м}^{-2}$, является актуальной задачей, решение которой позволит создать высокопрочные алюминиевые проводники нового класса.

Исследования проведены с использованием оборудования ресурсного центра Научного Парка СПбГУ "Рентгенодифракционные методы исследования". Авторы выражают благодарность Министерству образования и науки Российской Федерации за финансовую поддержку проекта №14.Б25.31.0017.

Список литературы

1. Валиев Р.З., Александров И.В. / Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос. 2000. – 272 с.
2. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications // Progress in Materials Science, 2008. – vol. 53. – pp. 893-979.
3. Kamikawa N., Huang X., Tsuji N., Hansen N. Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed // Acta Materialia, 2009. – vol. 57. – pp. 4198-4208.
4. Asgharzadeh H., Simchi A., Kim H.S. Microstructural features, texture and strengthening mechanisms of nanostructured AA6063 alloy processed by powder metallurgy // Materials Science and Engineering A, 2011. – vol. 528. pp – 3981-3989.

5. Valiev R.Z., Murashkin M.Yu., Sabirov I. A nanostructural design to produce high-strength Al alloys with enhanced electrical conductivity // Scripta Materialia, 2014. – vol. 76. – pp. 13-16.
6. Sanders P.G., Withey A.B., Weertman J.R., Valiev R.Z., Siegel R.W. Residual stress, strain and faults in nanocrystalline palladium and copper // Materials Science and Engineering A, 1995. – vol. 204. – pp. 7-14.

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ МНОГОФАЗНЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ СПЛАВОВ С КАРБИДНЫМ УПРОЧНЕНИЕМ

**Пташник А.В., Святышева Е.В., Васильева Е.А., Петров С.Н., Кондратьев С.Ю.,
Михайлов М.С.**

*ФГУП «ЦНИИ КМ» Прометей», Санкт-Петербург,
alina_pv@mail.ru*

Для изготовления оборудования нефтехимических и нефтеперерабатывающих предприятий широко применяют жаропрочные жаростойкие сплавы систем X25H35 (HP type) [1]. Рабочие температуры таких установок достигают 1100–1150°C. Известно, что эксплуатационные свойства этих сплавов определяются наличием упрочняющей сетки дисперсных выделений карбидного или интерметаллидного типа [2]. Исследования последних лет показали, что характер распределения и количественное соотношение упрочняющих фаз в сплавах рассматриваемой группы существенно изменяются при высокотемпературном воздействии [3–5]. Таким образом, для надежного прогнозирования работоспособности рассматриваемых сплавов на основе системы Fe–Cr–Ni необходимы достоверные исследования изменения структуры и морфологии дисперсных выделений в зависимости от длительности температурного воздействия.

На эксплуатационные свойства сплавов X25H35, влияют как количественные содержания карбидных фаз в структуре, так и морфология, элементный и фазовый состав дисперсных включений. Характерный размер включений в этих сплавах составляет 0.2–10 мкм, что позволяет проводить анализ их элементного и фазового состава, объемной доли методами на основе растровой электронной микроскопии рентгеноспектрального микроанализа, дифракции обратноотраженных электронов и количественной обработки изображений [6]. При этом получаемые результаты содержат ряд неопределенностей. Несмотря на достаточно высокую локальность рентгеноспектрального микроанализа, нельзя с абсолютной уверенностью утверждать, что полученный даже для наиболее крупных частиц рентгеновский спектр не содержит аналитического сигнала от окружающей анализируемую частицу металлической матрицы. Для частиц субмикронного размера удается лишь зафиксировать основной элемент. На корректное определение фазового состава сильное влияние оказывает качество приготовленного шлифа, далеко не всегда удается обеспечить отсутствие наклепанного слоя на поверхности дисперсной частицы и металлической матрицы в ее окрестностях.

Для повышения достоверности проводимого анализа дисперсных выделений предлагается приготавливать тонкое, прозрачное для электронов, сечение исследуемых частиц с помощью двулучевой электронно-ионной сканирующей микроскопии. При этом вырезанная сфокусированным ионным пучком тонкая пластинка материала размером 20x15x1 мкм, содержащая сечение исследуемой частицы, извлекается из исследуемого образца с помощью специального микроманипулятора и фиксируется на специальном держателе (рис. 1), который может быть установлен в просвечивающий электронный микроскоп. Затем проводится утонение исследуемого объекта до толщины порядка 100 нм.