

УДК 539.374+669.715

PACS numbers: 62.20.Fe, 62.20.Hg

Механизм образования и развития волокнистых структур в образцах сплава АМг2М, проявивших высокотемпературную структурную сверхпластичность

В.П. Пойда¹, В.В. Брюховецкий², А.В. Пойда², Д.Е. Педун¹, А.П. Крышталь¹,
А.Л. Самсонник¹, Каафарани Али Махмуд³

*1) Харьковский национальный университет им. В.Н. Каразина
Украина, 61077, г. Харьков, пл. Свободы, 4*

*2) Институт электрофизики и радиационных технологий НАН Украины
Украина, 61002, г. Харьков, ул. Чернышевского, 28, а/я 8812*

*3) Арабский университет
Ливан – Бейрут, ул. Тарик эль Жадиди*

Определены температурно-скоростные условия проявления высокотемпературной структурной сверхпластичности образцами сплава АМг2М. Установлены механизмы образования и развития волокнистых структур в рабочей части деформированных образцов.

Ключевые слова: сверхпластическая деформация, высокотемпературная сверхпластичность, частичное плавление, волокнистые образования, вязкое течение.

Визначено температурно-швидкісні умови прояву високотемпературної структурної надпластичності зразками сплаву АМг2М. Встановлено механізми утворення й розвитку волокнистих структур у робочій частині деформованих зразків.

Ключові слова: надпластична деформація, високотемпературна надпластичність, часткове плавлення, волокнисті утворення, в'язкий плин.

The temperature-strain rate conditions of high-temperature structural superplasticity occurrence for specimens of an alloy АМg2М are defined. The mechanisms of formation and development of fibrous structures in a working part of the deformed specimens are determined.

Keywords: superplastic deformation, high-temperature superplasticity, partial melting, fibers, viscous flow.

Введение

В многочисленных работах [1-12] установлено, что в ходе сверхпластической деформации (СПД) образцов сплавов на основе алюминия, осуществляющейся при высокой гомологической температуре, которая выше температуры их частичного плавления, происходят различные структурные изменения. В них, в частности, происходит рост зерен, а также образование и развитие зернограничных пор и магистральных трещин, перпендикулярных направлению растяжения образцов. Кинетика развития этих процессов во многом такая же, как и для образцов алюминиевых сплавов, проявивших микрозеренную структурную сверхпластичность (ССП). Как было показано в ряде работ [8-12], в образцах алюминиевых сплавов, деформированных при высоких гомологических температурах (в условиях высокотемпературной

структурной сверхпластичности (ВССП)), легированных химическими элементами (Mg, Li, Zn, Si, Cu), снижающими температуру плавления сплавов, осуществляются и такие специфичные структурные изменения, которые никогда не наблюдались в ходе СПД образцов, проявивших микрозеренную СПД в твердом состоянии. Наиболее интересными из них есть образование и развитие волокнистых структур (whiskers, fibers, filaments), которые были обнаружены на поверхностях изломов образцов некоторых алюминиевых сплавов и композитных материалов на их основе, а также в открытых приповерхностных порах и трещинах, образовавшихся в ходе СПД в рабочих частях образцов. Ряд авторов используют в своих публикациях, посвященных исследованию морфологии волокон и их эволюции в ходе СПД образцов термин «микросверхпластичность» [13-16], который был введен Шоу [13,14], впервые подметившим, что общий

вид волокон подобен виду макроскопических образцов, сверхпластично деформированных до разрушения.

Установлено [8-12,15,16], что волокна, обнаруженные в полостях, либо одним концом соединены с кромкой зерна, либо, как тонкие мостики, соединяют друг с другом зерна, разделенные зернограницными порами и трещинами. На некоторых волокнах имеются утолщения, которые имеют форму закристаллизовавшихся капель [11,12].

Тонкая структура волокон исследовалась с использованием просвечивающей электронной микроскопии [15-17]. Было установлено, что волокна в образцах исследованного ими сплава 7475 имеют поликристаллическую структуру со средним размером зерна 10 нм. В теле волокон отсутствуют дислокации. Причины образования волокон и микромеханизмы их развития исследовались авторами данной статьи [11,12], а также авторами работ [8-11]. В работе [8] отмечается, что ни диффузионная ползучесть, ни дислокационные механизмы течения не могут обеспечить достижение тех степеней деформаций, до которых деформируются волокна, т.е. их «микросверхпластичность».

В настоящее время большинство исследователей пришли к общему мнению о том, что волокна формируются в результате вязкого течения расплавленного «жидкоподобного» материала, образовавшегося на межзеренных границах в результате частичного плавления сплавов. Однако для остаточного установления механизма формирования и развития волокон в ходе СПД алюминиевых сплавов необходимо провести еще много экспериментов и, в частности, изучить особенности осуществления локальной деформации групп зерен, в порах между которыми обнаруживаются волокнистые структуры. Исследованию особенностей образования и развития волокон в локальных участках рабочей части образцов сплава АМг2М, сверхпластично деформируемых в твердо-жидком состоянии, а также влияния на эти процессы зернограницного проскальзывания (ЗГП), посвящена данная работа.

Материал и методика эксперимента

В качестве материала для исследований был выбран сплав АМг2М (1,8 – 2,6% Mg; 0,1% Cu; 0,4% Mn; 0,4% Fe; 0,2% Si; 0,1 Zn; 0,1% Ti; 0,05% Cr; основа Al, % массовые) [18], поскольку в нем, в качестве легирующего элемента содержится магний, который играет основополагающую роль в обеспечении частичного плавления сверхпластичных алюминиевых сплавов и создании очагов вязкой жидкой фазы на межзеренных границах. Так как в составе данного сплава содержится относительно немного магния, то это, как показали предварительные эксперименты,

позволяет получить на предварительно подготовленной поверхности рабочей части образцов, сверхпластично продеформированных при высоких гомологических температурах, не сильно окисленный деформационный рельеф, пригодный для проведения топографических исследований.

Согласно диаграмме состояния системы Al-Mg [19], при температуре эвтектики (451°C) в алюминии растворяются 15,35% Mg. При понижении температуры растворимость магния в алюминии уменьшается. Как указано в [18] в закаленных и состаренных при низких температурах (70-200°C) магналиевых сплавах (с 5% Mg и выше) по границам зерен наблюдается сплошное (нитевидное) выделение β -фазы (Al_3Mg_2). Такое расположение β -фазы приводит в присутствии электролита к её преимущественному растравливанию по границам зерен, так как она более электроотрицательна, чем твердый раствор магния в алюминии (α_{Al}). Выше 240-250°C одновременно с распадом твердого раствора происходит и частичное растворение β -фазы (Al_3Mg_2). При температуре ~350°C и выше идет преимущественное растворение β -фазы. Такой материал (с пересыщенным твердым раствором) становится склонным к старению.

Механические испытания образцов сплава АМг2М проведены на воздухе растяжением в режиме ползучести при постоянном напряжении течения в соответствии с методикой [20]. Зеренную структуру, морфологию пор и волокнистых образований в образцах исследовали, применяя световую микроскопию (МИМ-6) и растровую электронную микроскопию (JEOL JSM-840), а также стандартные методы количественной металлографии [21]. Фазовый состав исходных образцов сплава АМг2М изучали методом дифрактометрического анализа с использованием рентгеновского дифрактометра ДРОН-3. Дифрактограммы получены с использованием фильтрованного CuK_{α} -излучения (при $U = 40$ кВ и $I = 10$ мА). Анализ фазового состава сплава проводили с использованием данных, содержащихся в [22,23].

Зеренную структуру, а также кинетику развития волокнистых структур и вклад ЗГП в общую деформацию исследовали на различных этапах СПД образцов, используя световую и растровую электронную микроскопию.

Приготовление шлифов осуществляли следующим образом. После сошлифовывания образцов на 1/3 толщины, их поверхность подвергалась механической полировке. Окончательную обработку поверхности шлифов проводили, используя алмазную пасту зернистостью 1/0.

Для выявления границ зерен использовали универсальный травитель такого состава: 17 мл HNO_3 , 5 мл HF, 78 мл H_2O .

Наряду с химическим травлением для выявления межзеренных границ у образцов исследуемых сплавов на основе алюминия использовали их небольшую (3-5%) дополнительную деформацию в условиях ССП в режиме ползучести.

Средний размер зерна $\langle d \rangle$ определяли по микрофотографиям методом случайных секущих. Расчеты среднего размера зерна $\langle d \rangle$, среднего продольного (по отношению к направлению оси растяжения) размера зерна $\langle d_{\parallel} \rangle$, среднего перпендикулярного (по отношению к направлению оси растяжения) размера зерна $\langle d_{\perp} \rangle$ производили по данным, полученным из 100 измерений. Это обеспечило при доверительной вероятности 0,95 относительную погрешность в определении среднего размера зерна не более чем 10%. Величину среднего размера зерна $\langle d \rangle$ рассчитывали по формуле

$$\langle d \rangle = \sqrt[3]{\langle d_{\parallel} \rangle \cdot \langle d_{\perp}^2 \rangle}, \quad (1)$$

где $\langle d_{\parallel} \rangle$, $\langle d_{\perp} \rangle$ – средние размеры зерен в направлениях параллельном и в перпендикулярном оси растяжения образца, соответственно.

Локальную деформацию за счет ЗГП и углы поворотов зерен определяли с использованием общепринятых методик, описанных в [24].

На поверхность их рабочей части, перпендикулярно направлению растяжения, а в ряде случаев и под углом 45° при помощи алмазной пасты зернистостью 10/7 наносили реперные риски. После нанесения рисок образцы деформировали до разрушения.

Смещения реперных рисок вдоль оси растяжения x , образующиеся в результате осуществления ЗГП, а также углы поворотов зерен определяли по микрофотографиям. Величину степени деформации образца, обусловленной ЗГП ($\varepsilon_{\text{ЗГП}}$), определяли по формуле

$$\varepsilon_{\text{ЗГП}} = \langle x \rangle / \langle d_{\perp} \rangle. \quad (2)$$

Результаты и их обсуждение

В соответствии с литературными данными [22] в сплаве АМг2 в условиях, близких к равновесным, в матрице – твердом растворе на основе алюминия (α_{Al}) в виде выделений должны присутствовать характерная для системы Al-Mg интерметаллидная β -фаза Al_3Mg_2 , а также в небольшом количестве фазы Mg_2Si , MnAl_6 , FeAl_3 .

Поскольку сплав АМг2М представляет собой промышленный полуфабрикат сплава АМг2, который в промышленных условиях прошел термообработку, обеспечивающую улучшение его пластичности за счет растворения β -фазы в твердом растворе на основе

алюминия в процессе гомогенизирующего отжига, то границы зерен в исходных образцах данного сплава должны были бы быть практически свободны от выделений β -фазы.

Как показали результаты структурных исследований, выявить границы зерен и, так называемые зоны повышенной травимости, путем химического травления поверхности полированных шлифов не удастся. Травитель растравливает не только границы зерен и приграничные участки (кромки зерен), но и другие участки зерен, удаленные от границ, в которых, по-видимому, повышена концентрация магния.

Зеренную структуру в образцах сплава АМг2М удалось выявить только с использованием метода образования деформационного рельефа (рис.1).

Проведенные расчеты показали, что средний размер зерен в исходных образцах сплава АМг2М составляет $\langle d \rangle = 9 \pm 1 \text{ мкм}$.

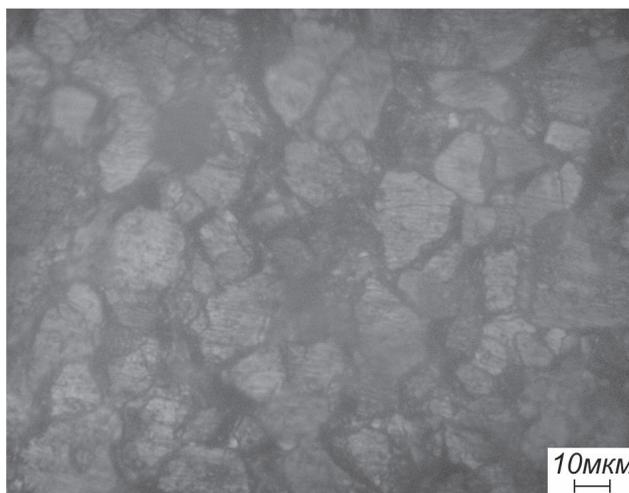


Рис.1 Деформационный рельеф образца сплава АМг2М, предеформированного на 10% в оптимальных условиях ВССП.

Фрагмент дифрактограммы, полученной в результате проведения дифрактометрических исследований исходного образца сплава АМг2М, представлен на рис.2. Путем ее анализа установлено, что ярко выраженные дифракционные пики на дифрактограмме отвечают твердому раствору на основе алюминия (α_{Al} -фазе), а дифракционные пики, соответствующие β -фазе (Al_3Mg_2), на ней не обнаруживаются, что свидетельствует о том, что количество этой фазы в исходном образце сплава незначительно. Для выявления других интерметаллидных фаз (Mg_2Si , MnAl_6 , FeAl_3), которые, несомненно, также имеются в составе образцов сплава АМг2М, необходимо использовать специальные методы просвечивающей электронной микроскопии и микродифракции.

В результате осуществления механических

испытаний, проведенных в режиме ползучести при постоянном напряжении течения, установлено, что оптимальные условия проявления эффекта ВССП образцами сплава АМг2М такие: температура $T = 540^{\circ}\text{C}$, напряжение течения $\sigma = 4,5 \text{ МПа}$.

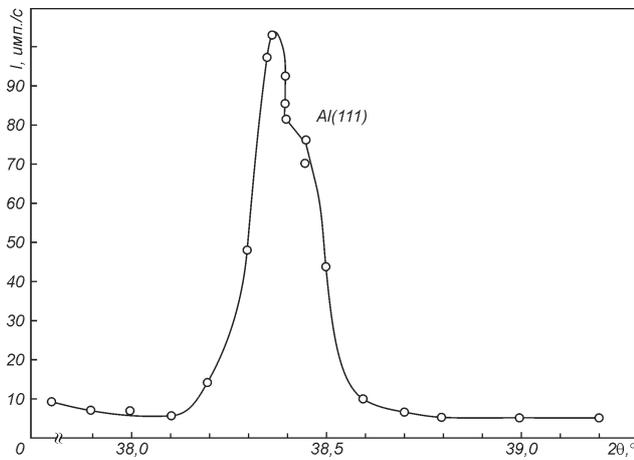


Рис. 2 Фрагмент дифрактограммы сплава АМг2М.

Максимальное относительное удлинение образцов до разрушения δ , сверхпластично продеформированных при $T = 540^{\circ}\text{C}$, $\sigma = 4,5 \text{ МПа}$ при скорости истинной деформации $1,2 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ составило 200% (рис. 3).

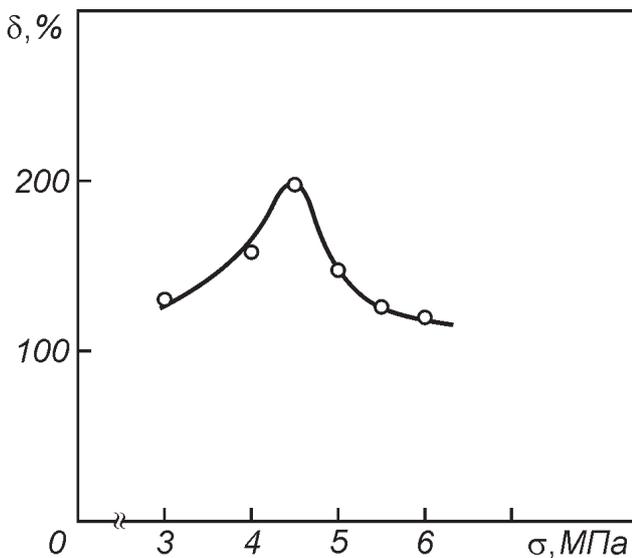


Рис. 3. Зависимость относительного удлинения до разрушения δ от напряжения течения σ для образцов сплава АМг2М при температуре $T = 540^{\circ}\text{C}$.

На рис. 4 показаны типичные общий вид и детали деформационного рельефа, образовавшегося на поверхности рабочей части образца сплава АМг2М, продеформированного в оптимальных условиях ВССП до макроразрушения.

В результате проведения анализа структурного состояния поверхности рабочей части сверхпластично продеформированных образцов сплава АМг2М в

порах и микротрещинах, образовавшихся в ходе ЗГП, обнаружены волокнистые структуры, ориентированные перпендикулярно оси растяжения образца (рис. 5), причиной образования которых является частичное плавление сплава АМг2М при высоких гомологических температурах испытаний.

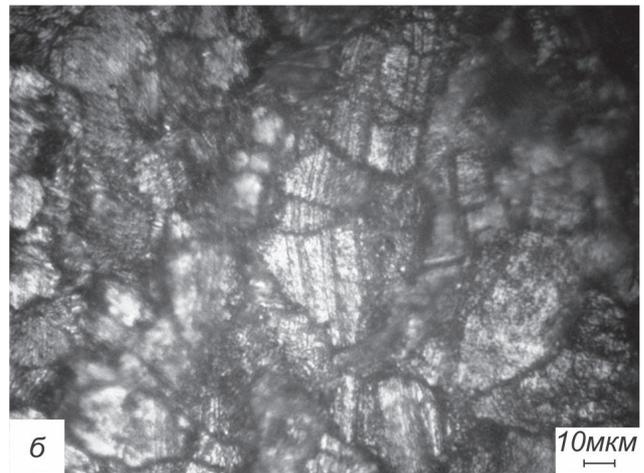
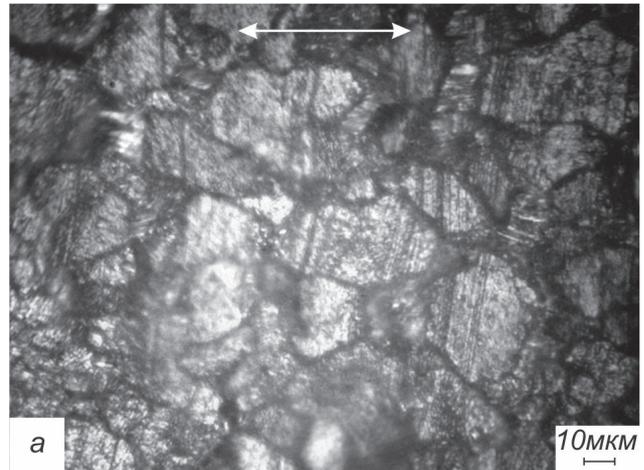


Рис. 4. Деформационный рельеф образцов сплава АМг2М, продеформированных до разрушения в оптимальных условиях ВССП. Световая микроскопия. Направление растяжения указано стрелкой.

Волокнистые структуры (рис. 5-7) по своему виду похожи на застывшие струи жидкости. В порах и в микротрещинах волокна ориентированы преимущественно параллельно направлению оси растяжения образцов. Своими обоими концами волокна соединены с внутренними поверхностями зернограницных несплошностей, образовавшихся в ходе ЗГП при отделении зерен друг от друга по границам, приблизительно перпендикулярным направлению растяжения. Количество волокон в порах различно. По-видимому, оно зависит от количества включений жидкой фазы, локализованной на границах зерен, которые окружают поры. Наблюдаются как единичные волокна, так и пучки волокон. Некоторые

волокна имеют изгибы.

По-видимому, одной из наиболее вероятных причин образования жидкой фазы при СПД образцов исследованного сплава АМг2М может быть локальное

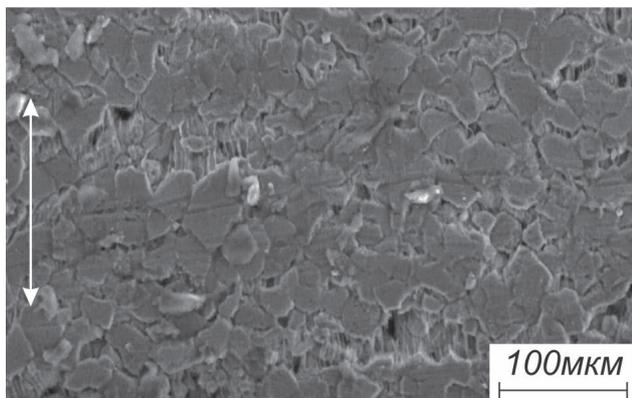


Рис.5. Деформационный рельеф образца сплава АМг2М, продеформированного до разрушения в оптимальных условиях ВССП. Растровая электронная микроскопия. Направление растяжения образца указано стрелкой.

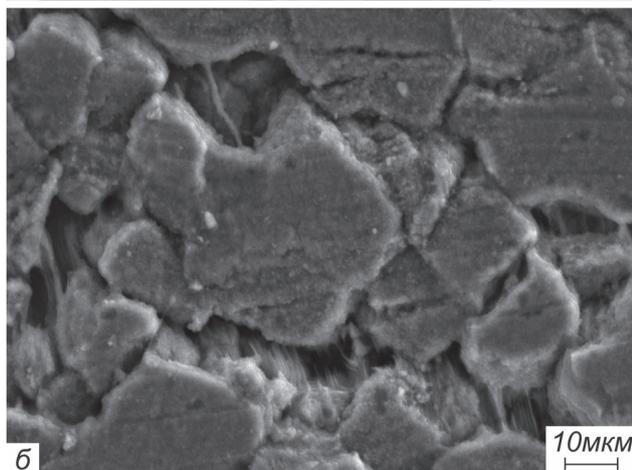
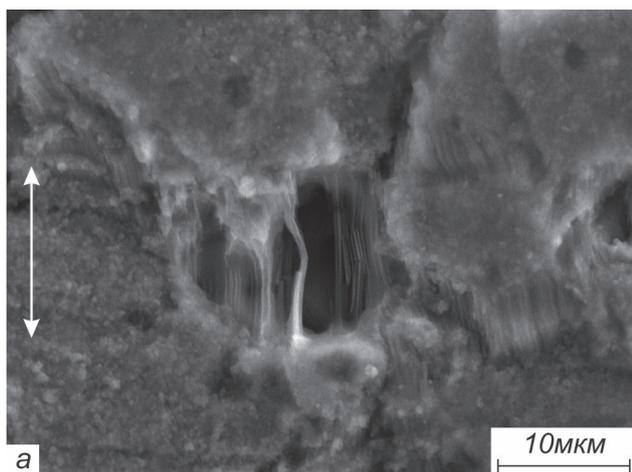


Рис.6 Детали деформационного рельефа, образовавшегося на поверхности рабочей части образцов сплава АМг2М. Растровая электронная микроскопия. Направление образца растяжения указано стрелкой.

плавление тех участков зерен и межзеренных границ, которые состоят из твердого раствора на основе алюминия и содержат повышенную концентрацию магния, снижающего температуру плавления сплава. Частичное плавление данного сплава вероятнее всего может осуществляться из-за неоднородности в распределении легирующих элементов в тех микрообъемах, где их концентрация в связи с наличием сегрегаций на границах зерен или же из-за внутривзеренной ликвации повышена по сравнению с их средней концентрацией в сплаве. Поскольку температура испытаний образцов $T = 540^{\circ}\text{C}$ для этих микрообъемов может оказаться равной температуре солидус для этих концентраций и даже больше нее, то при нагревании образцов до температуры испытаний, или же непосредственно в ходе их СПД, может осуществиться плавление этих участков.

Анализ равновесной диаграммы состояния системы Al-Mg [19] дает основание сделать предположение о том, что в образцах сплава АМг2М

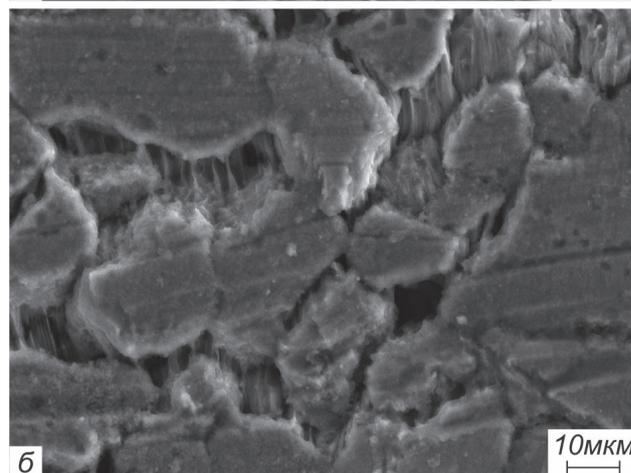
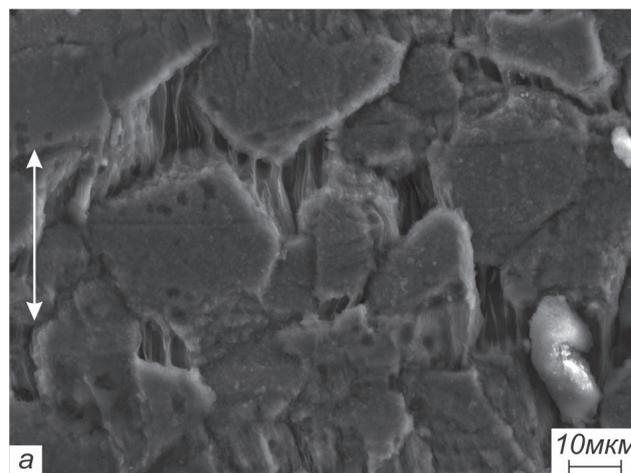


Рис.7 Детали деформационного рельефа, образовавшегося на поверхности рабочей части образцов сплава АМг2М. Растровая электронная микроскопия. Направление образца растяжения указано стрелкой.

частичное плавление может происходить также в результате осуществления плавления неравновесной двойной эвтектики при 450°: (Ж) \Leftrightarrow (α_{Al} + Al₃Mg₂).

Видно (рис.5-7), что в ходе СПД в образцах интенсивно развивалось ЗГП. Об этом свидетельствует образование развитого деформационного рельефа на поверхности рабочей части образцов, а также образование смещений реперных рисок на границах проскальзывающих зерен. Установлено, что локальная деформация за счет осуществления ЗГП в некоторых участках рабочей части образца различна и, как показали оценки, лежит в интервале от 27% до 83%.

Об интенсивном вращении зерен, осуществляющемся в ходе ЗГП, свидетельствует тот факт, что реперные риски, нанесенные на предварительно отполированную поверхность рабочей части образца до его деформирования, которые проходят в недеформированном образце как прямые линии через несколько зерен, после СПД оказываются состоящими из отдельных отрезков, прямых в пределах отдельных зерен, но наклонно смещённых друг относительно друга при переходе рисок через границы зерен от одного зерна к другому. Измерения показали, что величины углов поворотов некоторых зерен, выходящих на поверхность рабочей части образца, сверхпластично продеформированного до макроразрушения на 200%, лежат в интервале от 12° до 36°.

Можно предположить, что образование и развитие волокнистых структур в ходе СПД образцов АМг2М осуществлялось по такому же механизму, как и у образцов других алюминиевых сплавов, исследованных нами в [11,12]. В рабочей части образца в результате осуществления интенсивного ЗГП по твердым участкам границ зерен и по тех их участках, которые содержали включения жидкой фазы, образовались изолированные зернограницные поры и магистральные трещины. Их раскрытие под действием касательных и нормальных напряжений привело к образованию и росту волокнистых структур за счет вязкого течения очень вязкой жидкой фазы. Как было показано в [12], вязкость материала, из которого образуются волокна, напрямую связана с наличием в расплаве твердого раствора на основе алюминия большего количества твердых включений оксидов магния и алюминия. В [12] установлено, что с увеличением степени загрязненности расплава оксидами происходит снижение его жидкотекучести, то есть, фактически, увеличивается его вязкость. Поскольку магний, растворенный в жидком алюминии, также повышает вязкость расплава [26], то его присутствие в поверхностном слое волокон, а также наличие в нем частиц оксидов приводит к образованию жидкой или же жидко-твердой субстанции, отличающейся от их внутренней

части более высокой вязкостью. Можно предположить, что присутствие в расплаве твердого раствора на основе алюминия атомов магния, наличие которого не позволяет сформироваться плотной оксидной пленке, стягивающей жидкую фазу, образовавшуюся в результате частичного плавления сплава, а также дисперсных частиц оксидов магния и алюминия, повышающих вязкость расплава, обеспечивает образование и развитие волокнистых образований из жидкофазных включений, локализованных на границах зерен, в процессе осуществления ЗГП с участием зернограницных пор.

Полученные в работе результаты свидетельствуют о том, что предложенная в [11] топологическая модель образования и развития волокон в ходе СПД в образцах, содержащих на межкристаллитных границах вязкую жидкую фазу, на качественном уровне правильно описывает образование и развитие волокнистых структур в ходе сверхпластичного течения образцов сплава АМг2М и объясняет морфологические виды волокон, наблюдаемые экспериментально.

Выводы

1. Установлены оптимальные температурно-скоростные условия проявления эффекта ВССП образцами сплавов АМг2М.
2. Изучено структурное состояние и особенности деформационного рельефа рабочей части образцов исследованного сплава. В приповерхностных порах и в трещинах, которые образовывались и развивались в рабочей части образцов сплава АМг2М в ходе сверхпластической деформации, обнаружены волокнистые структуры.
3. Рассмотрены вероятные причины частичного плавления сплава АМг2М при высоких гомологических температурах.
4. Проанализировано вероятное влияние магния, а также оксидов алюминия и магния на вязкость расплава твердого раствора на основе алюминия на характер вязкого течения расплава твердого раствора на основе алюминия.
5. Показано, что образование и развитие волокон в ходе сверхпластичного течения образцов сплава АМг2М связано с интенсивным развитием зернограницного проскальзывания, осуществляющегося при наличии на границах зерен вязкой жидкой фазы, и происходит в результате вязкого течения вязкой жидкости.

1. Koike J., Mabuchi M., Higashi K. *Acta Metal. et Mater.*, **V.43**, N1. 199 (1995).
2. Higashi K., Nieh T.G., Mabuchi M., Wadsworth J. *Scripta Met. et Mater.*, **V.32**, N7. 1079 (1995).

3. J. Koike, K. Miki, K. Maruyama, H. Oikawa *Phil. Mag. A.*, **V.78**, N3. 599. (1998).
4. Y. Takayama, T. Tozawa, H. Kato. *Acta Mater.*, **47**, №4, 1263 (1999).
5. J.J. Blandin, B. Hong, A. Barloteaux, M. Suery and G. Lesperance. *Acta Mater.*, **V.44**, N6. 2317 (1996).
6. H. Iwasaki, M. Mabuchi, K. Higashi. *Mat. Sci. Forum.*, **V.304**. 6450 (1999).
7. H. Iwasaki, M. Mabuchi, K. Higashi. *Acta Mater.*, **V.49**, N12. 2269 (2001).
8. C.L. Chen, M.J. Tan. *Mater. Sci. and Eng. A.*, **298**, 235 (2001).
9. W.D. Cao, X.P. Lu, H. Conrad. *Acta Mater.*, **44**, №2, 697 (1996).
10. Jung-Kuei Chang, Eric M. Taleff, Paul E. Krajewskib and James R. Ciulika. *Scripta Mater.*, **V.60**. 459 (2009).
11. В.П. Пойда, В.В. Брюховецкий, А.В. Пойда, Р.И. Кузнецова, В.Ф. Клепиков, Д.Л. Воронов. *ФММ*, **103**, №4. 433 (2007).
12. В.В. Брюховецкий, В.П. Пойда, А.В. Пойда, Р.И. Кузнецова, А.М. Каафарани, Д.Е. Педун. *ФММ*, **110**, №6. 614 (2010).
13. W.J.D. Shaw., *Materials Letters*, **4**, 1 (1985).
14. W.J.D. Shaw. *J. Mater. Sci. Lett*, **24**, 4114 (1989).
15. M.G. Zelin. *Acta mater*, **45**, №9. 3533 (1997).
16. M.G. Zelin, S. Guillard, P.K. Chaudhuri. *Mat. Sci. Forum.*, **243-245**. 137 (1997).
17. J.J. Blandin, B. Hong, A. Varloteaux et al. *Acta mater*, **44**, №6, 2317 (1996).
18. Г.С. Алиева, М.Б. Альтман, С.М. Амбарцумян и др. Промышленные алюминиевые сплавы: Справ. изд. М.: Металлургия, (1984), 640с.
19. А.Е. Вол. Строение и свойства двойных металлических систем. М.: Физматгиз, (1959), 755с.
20. В.П. Пойда, Р.И. Кузнецова, Т.Ф. Сухова, Н.К. Ценев, А.И. Письменная. *Металлофизика*, **12**, №1. 44 (1990).
21. С.А. Салтыков. Стереометрическая металлография. М.: Металлургия, (1976) 272с.
22. А.М. Захаров. Промышленные сплавы цветных металлов. М.: Металлургия, (1980), 256с.
23. Л.И. Миркин. Справочник по рентгеноструктурному анализу. М.: Гос. из-во физ. мат. лит. (1963), 863с.
24. О.А. Кайбышев. Сверхпластичность промышленных сплавов, М.: Металлургия, (1984), 264с.
25. В.И. Лихтман, Е.Д. Щукин, П.А. Ребиндер. Физико-химическая механика металлов. М.: Изд. АН СССР, (1962), 303с.