

Влияние низкотемпературного отжига на ползучесть субмикроструктурного алюминиевого сплава 1570

© В.Н. Перевезенцев,^{1,2} М.Ю. Щербань,² Т.А. Грачёва,² Т.А. Кузьмичёва²

¹ Институт проблем машиностроения РАН, 603024 Нижний Новгород, Россия

² Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, 603950 Нижний Новгород, Россия
e-mail: pevn@uic.nnov.ru

(Поступило в Редакцию 4 декабря 2014 г.)

Исследовано влияние предварительного низкотемпературного отжига на ползучесть субмикроструктурного алюминиевого сплава 1570, полученного методом интенсивной пластической деформации. Установлено, что при увеличении времени отжига скорость ползучести увеличивается, однако длительный отжиг в течение 4 h приводит к тому, что она становится близкой к скорости ползучести сплава, не подвергнувшегося предварительному отжигу. В качестве возможной причины эффекта ускорения ползучести сплава после предварительного отжига рассматривается увеличение неравновесного избыточного объема границ зерен в результате растворения зернограницных нанопор в процессе отжига, приводящего к увеличению скорости зернограницной диффузии и скорости проскальзывания по границам зерен.

Введение

Субмикроструктурные (СМК) металлические материалы, полученные методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [1], имеют специфическую структуру, которая характеризуется чрезвычайно развитой удельной площадью неравновесных границ зерен (ГЗ), содержащих высокую плотность дефектов деформационного происхождения (дислокации ориентационного несоответствия, частичные дисклинации, нанопоры). Неравновесное состояние межзеренных границ оказывает существенное влияние на поведение СМК материалов при отжиге и пластической деформации.

Так, в частности, в работах Грабовецкой Г.П., Колобова Ю.Р. и др. [2–5] было исследовано влияние степени неравновесности ГЗ на ползучесть однофазных технически чистых СМК металлов (титан, никель, медь, молибден), а также двухфазного $\alpha + \beta$ титанового СМК сплава Ti–6Al–4V и композита Cu–Al₂O₃, содержащих дисперсные частицы второй фазы. Влияние на степень неравновесности ГЗ осуществлялось путем предварительных дорекристаллизационных отжигов в течение 1 h. В этих работах обнаружено увеличение скорости деформации на установившейся стадии ползучести при увеличении температуры отжига. При этом, поскольку как отжиг, так и последующая деформация не влияли на средний размер зерна материала, авторами сделан вывод о том, что увеличение скорости деформации вызвано влиянием предварительного отжига на состояние границ зерен, а основной вклад в общую деформацию ползучести исследованных материалов вносит зернограницное проскальзывание.

В настоящей работе исследовалось влияние состояния границ на процессы, протекающие при ползучести СМК алюминиевого сплава 1570 (Al–5.8Mg–

0.4Mn–0.32Sc–0.1Fe–0.2Si (wt.%)). Субмикроструктурная структура сплава (со средним размером зерна $d \sim 100$ nm) была получена при интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК), 10 оборотов под давлением 6 GPa при комнатной температуре.

Результаты исследования

Состояние границ изменяли путем предварительных низкотемпературных отжигов при температуре $0.4T_m$ продолжительностью от 30 min до 4 h. Испытания на ползучесть проводились на лабораторной установке, предназначенной для изучения ползучести малых образцов при температуре $0.5T_m$ при постоянном напряжении $0.8\sigma_{0.2}$.

Результаты испытаний указывают на существенное влияние предварительного низкотемпературного отжига на скорость ползучести СМК сплавов 1570. Кри-

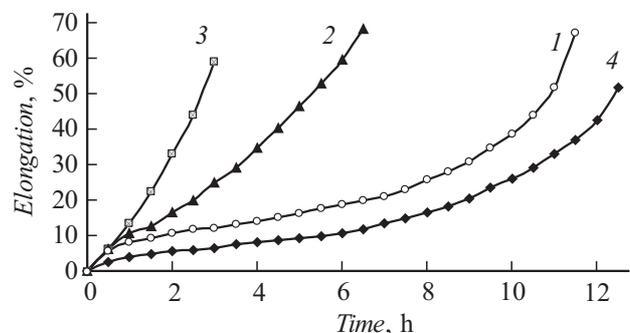


Рис. 1. Кривые ползучести сплава 1570, подвергнутого ИПДК (температура испытаний $0.5T_m$) без предварительного отжига — кривая 1 и после предварительного отжига при $0.4T_m$: в течение 30 min — кривая 2, в течение 1 h — кривая 3 и в течение 4 h — кривая 4.

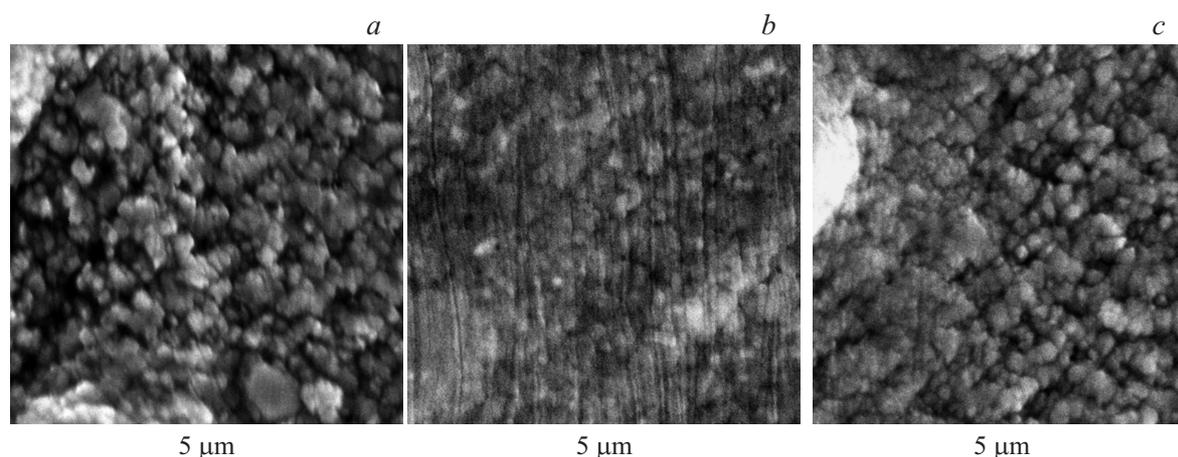


Рис. 2. Деформационный рельеф поверхности образцов сплава 1570: *a* — образец не подвергался предварительному отжигу, *b* — предварительный отжиг при $0.4T_m$ в течение 1 h, *c* — предварительный отжиг при $0.4T_m$ в течение 4 h.

вые ползучести для сплава 1570, полученного методом ИПДК, приведены на рис. 1. Отжиг в течение 30 min привел к четырехкратному ускорению ползучести по сравнению с исходным (неотожженным) образцом ($\epsilon_2 = 2.8 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ и $0.65 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ соответственно), а увеличение времени отжига с 30 до 60 min сопровождалось увеличением скорости деформации на установившейся стадии ползучести с $2.8 \cdot 10^{-5}$ до $5.9 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$. Однако более длительный предварительный отжиг (в течение 4 h) привел к резкому уменьшению скорости ползучести до значений $0.6 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, близкой к скорости ползучести сплава без предварительного отжига.

Наряду с испытаниями на ползучесть на растровом электронном микроскопе Teskan VEGA II наблюдали за изменением деформационного рельефа образцов. На рис. 2 приведены микрофотографии деформационного рельефа, сформировавшегося в процессе ползучести. Как видно из сопоставления микрофотографий, во всех образцах, подвергнутых различным временам предварительного отжига, зерна сохранили исходный размер и равноосную форму. Таким образом, ни предварительный отжиг, ни последующее деформирование практически не повлияли на параметры зеренной структуры сплава. Сохранение размера и формы зерен указывает на то, что основной вклад в деформацию образцов в условиях ползучести дает зернограничное проскальзывание.

Как показано в работах В.И. Бетехтина и соавторов [6–8], на ползучесть и долговечность СМК сплавов, полученных методами ИПД, сильное влияние оказывает наличие в них областей избыточного свободного объема (ИСО), которые можно связать с присутствием на границах и стыках зерен пор нанометрового размера. Поэтому в настоящей работе методом малоуглового рентгеновского рассеяния было проведено изучение эволюции областей ИСО (нанопор) при низкотемпературных отжигах. Результаты исследований приведены на рис. 3.

Как видно из рис. 3, в исходном (после ИПДК) состоянии СМК сплав содержит нанопоры со средним размером, близким к 10 nm. Увеличение времени предварительного отжига приводит к уменьшению относительного объема, занятого нанопорами (рис. 3, *a*). При этом низкотемпературный отжиг в течение 30 и 60 h приводит к увеличению среднего размера нанопор, а более длительный отжиг — к его уменьшению (рис. 3, *b*).

Для выявления влияния отжига на концентрацию Mg рентгеновскими методами на аппарате ДРОН ЗМ был измерен параметр решетки до и после предварительного отжига различной длительности. Используя зависимость параметра решетки от концентрации Mg в алюминии, приведенной в работе [9], была вычислена концентрация

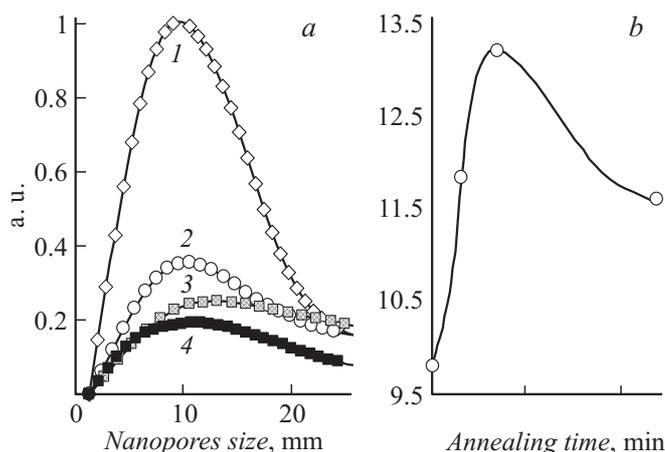


Рис. 3. Результаты исследований эволюции областей ИСО (нанопор) методом малоуглового рентгеновского рассеяния: *a* — распределения по размерам областей с избыточным свободным объемом в СМК сплаве 1570 (модель сферических пор) в исходном состоянии (кривая 1) и после предварительных отжигов при $0.4T_m$ в течение 30 (кривая 2), 60 min (кривая 3); *b* — зависимость среднего размера областей с избыточным свободным объемом (нанопор) от времени отжига.

Параметр решетки и концентрация магния в α -фазе алюминийевого СМК сплава 1570 после отжига при температуре $0.4T_m$

| Время отжига | Параметр решетки α -фазы (0.1 nm) | Содержание Mg wt.% |
|------------------------|--|--------------------|
| До ИПДК | 4.0800 ± 0.0003 | 6.0 ± 0.2 |
| После ИПДК, без отжига | 4.0765 ± 0.0003 | 5.0 ± 0.2 |
| 30 min | 4.0754 ± 0.0003 | 4.7 ± 0.2 |
| 1 h | 4.0700 ± 0.0003 | 4.0 ± 0.2 |
| 4 h | 4.0760 ± 0.0003 | 5.2 ± 0.2 |

легирующего элемента (Mg) в зависимости от времени предварительного отжига. Результаты приведены в таблице.

Обсуждение результатов

Проведенные исследования показывают, что увеличение продолжительности предварительного отжига приводит сначала к увеличению скорости ползучести СМК сплава 1570, затем при некоторых достаточно больших временах отжига (4 h) скорость ползучести резко падает и становится близкой к скорости ползучести не отожженного сплава. Рассмотрим возможные причины наблюдаемых закономерностей.

Как уже отмечалось, интенсивная пластическая деформация приводит к формированию СМК структуры с неравновесными границами зерен, содержащими предельно высокую плотностью дефектов деформационного происхождения несоответствия. В процессе предварительного отжига происходит возврат дефектной структуры границ. Выражение для характерного времени релаксации плотности дислокаций ориентационного несоответствия (уменьшение в e -раз исходной плотности дислокаций) путем делокализации ядер дислокаций и диффузионного ухода делокализованных компонентов к местам аннигиляции (стыкам зерен) имеет вид [10]

$$\Delta t_R = \frac{1}{C} \left(\frac{kT}{G\Omega} \right) \frac{d^2}{\delta D_b} (e - 1), \quad (1)$$

где $C = \frac{3 \ln(d/r_0)}{\pi(1-\nu)}$, G — модуль сдвига, D_b — коэффициент зернограницной диффузии, d — средний размер зерна, δ — ширина ГЗ, T — температура, ν — коэффициент Пуассона, r_0 — радиус ядра дислокации, Ω — атомный объем.

При среднем размере зерна СМК сплава 1570 (после ИПДК) $d = 10^{-7}$ m, температуре отжига $0.4T_m$ и характерных значениях параметров $\delta \approx 6 \cdot 10^{-10}$ m, $\frac{G\Omega}{kT_m} = 50$, $D_b = 10^{-13}$ m²/s оценка величины Δt_R по формуле (1) дает значение $\Delta t_R \approx 1.5$ h.

Таким образом, уменьшение плотности дислокаций ориентационного несоответствия в ГЗ при выбранной температуре отжига $T = 0.4T_m$ представляет собой относительно медленный процесс. В то же время значительное увеличение скорости ползучести происходит в

нашем случае уже при времени предварительного отжига 30 min. Следовательно, естественно предположить, что на скорость ползучести большее влияние оказывает не уменьшение плотности дислокаций в ГЗ, а другой процесс, связанный с релаксацией других элементов дефектной структуры ГЗ. На наш взгляд, он связан с растворением расположенных на границах и в стыках зерен нанопор, возникающих в процессе ИПД вследствие накопления в объеме зерен высокой концентрации деформационных вакансий и их стока в ГЗ. В самом деле, логично предположить, что зернограницные нанопоры стабилизируются высокими внутренними напряжениями от расположенных в границах дислокаций ориентационного несоответствия и стыковых дисклинаций. В частности, при характерной для материалов, полученных методами ИПД, высокой плотности скользящих компонентов вектора Бюргера дислокаций ориентационного несоответствия $\sim 10^{-2}$ [1] уровень внутренних давлений в приграничных областях зерен достаточен для того, чтобы стабилизировать поры радиуса $r_p \cong 2\gamma_s/p_i = 7.5$ nm (при характерном значении удельной энергии свободной поверхности $\gamma_s \cong Gb/8$). По мере уменьшения плотности дислокаций в границах поля внутренних напряжений уменьшаются, что приводит к потере устойчивости и растворению нанопор размера меньше критического. Таким образом, по мере увеличения времени отжига происходит растворение сначала наиболее мелких пор, затем более крупных, что хорошо подтверждается результатами малоуглового рассеяния (рис. 3).

Впрыск вакансий в ГЗ при растворении нанопор приводит к увеличению неравновесного избыточного объема границ и связанного с этим увеличению коэффициента зернограницной диффузии. В самом деле, согласно [11,12], выражение для коэффициента зернограницной диффузии имеет вид

$$D_b \approx D_b^* \exp\left(\frac{K_b \Delta v_b}{2kT}\right), \quad (2)$$

где D_b^* — коэффициент диффузии по равновесной границе, K_b — модуль сжатия, Δv_b — неравновесный избыточный объем атомов границы.

Оценка по формуле (2) показывает, что при температуре $T = 0.4T_m$ и величине относительного неравновесного избыточного объема границы $\Delta v_b/v_b \sim 10^{-2}$ коэффициент зернограницной диффузии для неравновесной границы на порядок больше, чем для равновесной. Отметим, что такое приращение неравновесного избыточного объема ГЗ при размере зерна 10^{-7} m может быть вызвано растворением всего лишь нескольких десятков расположенных на его границах нанопор диаметром 15 nm. Увеличение коэффициента ЗГ диффузии приведет к увеличению скорости диффузионно-контролируемого процесса зернограницного проскальзывания и, следовательно, к увеличению скорости ползучести.

При продолжающемся отжиге неравновесный избыточный объем ГЗ будет постепенно уменьшаться вследствие испускания вакансий из границы в объем зерен.

В рассматриваемом нами случае низкотемпературного отжига этот процесс идет достаточно медленно. Кроме этого, неравновесный избыточный объем может уменьшаться за счет стока вакансий в более крупные поры.

Увеличение концентрации вакансий в объеме зерен приводит к увеличению подвижности атомов магния и их диффузии в приграничные области зерна, где наиболее высокие внутренние растягивающие напряжения. Обеднение объема зерна атомами магния приводит к уменьшению параметра решетки, что и наблюдается в эксперименте (см. таблицу). Тем не менее при длительном отжиге по мере релаксации дефектной структуры границ и, следовательно, релаксации внутренних напряжений атомы магния возвращаются в объем зерна, что и было обнаружено на опыте (см. таблицу). Как видно из таблицы, изменения концентрации магния, связанные с этими процессами, происходят в пределах одного процента и, по-видимому, не могут существенно повлиять на скорость ползучести СМК сплава.

При достаточно длительном отжиге (в нашем случае отжиг в течение 4 h) происходит полная релаксация дефектной структуры, состояние границ становится близким к равновесному, что приводит к уменьшению скорости проскальзывания и замедлению ползучести.

Выводы

Установлено, что кратковременный предварительный отжиг при температуре $0.4T_m$ приводит к увеличению скорости ползучести алюминиевого СМК сплава 1570. Длительный отжиг приводит к ее падению до значений, наблюдающихся при ползучести образцов без предварительного отжига.

Возможной причиной ускорения ползучести СМК сплавов, подвергнутых предварительному отжигу, является увеличение неравновесного избыточного объема границ зерен в результате растворения зернограничных нанопор в процессе отжига и, как следствие, увеличение скорости ЗГ диффузии и скорости проскальзывания по границам зерен.

Работа выполнена при поддержке гранта (соглашение 2013 г. № 02.В.49.21.0003 между Минобрнауки России и ННГУ).

Список литературы

- [1] Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: ИКЦ Академкнига, 2007. 398 с.
- [2] Колобов Ю.Р., Грабовецкая Г.П., Раточка И.В., Иванов К.В. // Изв. вузов. Физика. 1998. № 3. С. 77–82.
- [3] Kolobov Yu.R., Grabovetskaya G.P., Ivanov K.V., Ivanov M.B. // Interface Science. 2002. Vol. 10. N 1. P. 31–36.
- [4] Колобов Ю.Р., Грабовецкая Г.П., Иванов К.В., Гирсова Н.В. // ФММ. 2001. Т. 90. Вып. 5. С. 105–109.
- [5] Kolobov Yu.R., Grabovetskaya G.P., Ivanov K.V. // Ann. Chim. Sci. Mat. 2002. Vol. 27. N 3. P. 89–98.
- [6] Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Sklenicka V., Saxi I. // ФТТ. 2007. Т. 49. Вып. 10. С. 1787–1790.
- [7] Бетехтин В.И., Sklenicka V., Saxi I., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В. // ФТТ. 2010. Т. 52. Вып. 8. С. 1517–1523.
- [8] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Нарыкова М.В., Кардашев Б.К., Голосов Е.В., Кадомцев А.Г. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 11. С. 58–63.
- [9] Белов А.Ф. Алюминиевые сплавы. М.: Металлургия, 1972. 552 с.
- [10] Перевезенцев В.Н., Рыбин В.В. Структура и свойства границ зерен. Н. Новгород: ННГУ, 2012. 307 с.
- [11] Перевезенцев В.Н. ЖТФ. 2001. Т. 71. Вып. 11. С. 136–138.
- [12] Перевезенцев В.Н. ФММ. 2002. Т. 93. Вып. 3. С. 1–4.