

07,01

## Исследование особенностей структуры микрокристаллического алюминия после испытаний на длительную прочность

© С.С. Манохин<sup>1</sup>, В.И. Бетехтин<sup>2</sup>, А.Г. Кадомцев<sup>2,¶</sup>, М.В. Нарыкова<sup>2</sup>, О.В. Амосова<sup>2</sup>, Ю.Р. Колобов<sup>1</sup>, Д.В. Лазарев<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Россия

<sup>2</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

¶ E-mail: andrej.kadomtsev@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 30 сентября 2022 г.

В окончательной редакции: 30 сентября 2022 г.

Принята к публикации 1 октября 2022 г.

Исследовано влияние ползучести на изменения структуры образцов рекристаллизованного микрокристаллического алюминия в области разрушения и на некотором удалении от нее. Методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии исследованы особенности формирования в области разрушения глобулярной ультрамелкозернистой структуры с минимальным проявлением кристаллографической текстуры, а также наличие микро- и нанопористости.

**Ключевые слова:** алюминий, ползучесть, микроструктура, электронная микроскопия, нанопоры.

DOI: 10.21883/FTT.2023.01.53935.492

### 1. Введение

Одной из фундаментальных задач физики прочности является проблема оценки эксплуатационного ресурса (долговечности) конструкционных металлов и сплавов и разработка методов его повышения. Известно, что в условиях одновременного воздействия температуры и нагрузки в металлических материалах имеет место образование на ранних стадиях пластической деформации пор и трещин. В результате этого в течение всего времени пребывания материалов под нагрузкой в них накапливается пластическое разрыхление (разуплотнение), обусловленное, в основном, образованием повреждений в виде разномасштабных пор и трещин [1–3]. Для субмикрозернистых металлических материалов (СМЗ), полученных методами интенсивной пластической деформации (ИПД), при анализе эволюции повреждаемости под длительной нагрузкой следует учитывать также наличие и „исходной“ (до нагружения) наноразмерной пористости [4]. Образование такой нанопористости за счет ИПД описано в ряде работ [5–12].

Выявление параметров дефектной структуры материала, способствующей переходу к макроразрушению, а также кинетических закономерностей зарождения и роста трещин при длительных нагружениях важно как для понимания физической природы разрушения металлов и сплавов, так и для разработки методов оценки и повышения их работоспособности (долговечности) [13–15].

На данный момент в отечественной и зарубежной литературе считаются достаточно актуальными вопросы, связанные с вкладом формирующихся дефектов (нанопор и микротрещин), как при процессах интенсивной

пластической деформации, так и при последующих испытаниях на длительную прочность микрокристаллических металлов и сплавов.

В связи с вышеизложенным, целью настоящей работы являлось исследование современными аналитическими методами просвечивающей и растровой электронной микроскопии влияния деформации в режиме ползучести на структурные изменения рекристаллизованного микрокристаллического алюминия, а также выявления особенностей формирования и роста нанопор и трещин.

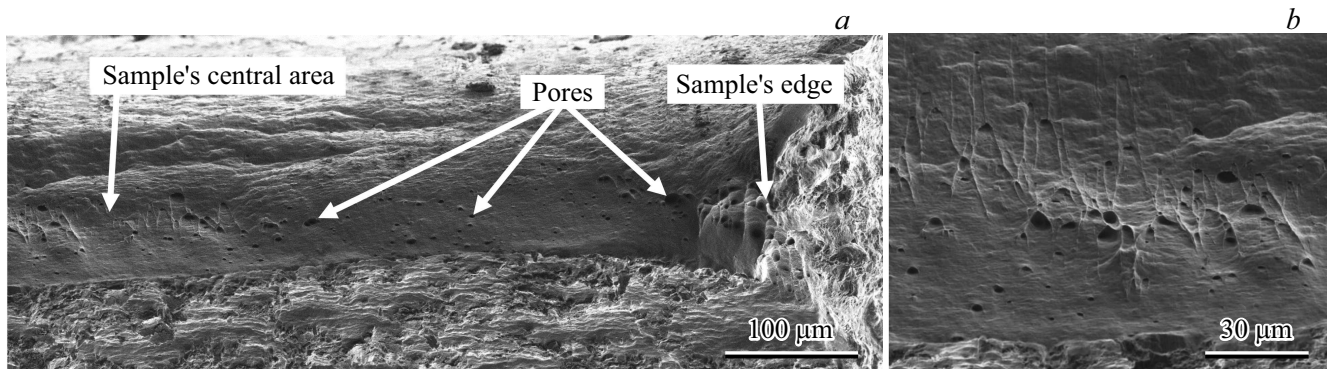
### 2. Материал и методы исследований

Исследование проводилось на примере алюминия марки АД1. Элементный состав исследуемого сплава приведен в таблице.

Ранее были разработаны режимы механико-термической обработки сплавов технически чистого титана и алюминия различных марок с использованием продольной и поперечно-винтовой прокатки, позволяющих получать прутки СМЗ титана и алюминия диаметрами 4–10 мм [16]. В данной работе использовали прутки алюминиевого сплава АД1  $\varnothing 8$  мм в СМЗ-состоянии, которые подвергали рекристаллизационному отжигу при температуре 250°C в течении  $t$ .

После указанной обработки сплав характеризуется однородной зеренно-субзеренной структурой со средним арифметическим размером структурных элементов порядка 1.5  $\mu\text{m}$ , далее обозначен как микрокристаллический алюминий.

Объектом исследований были образцы после испытаний на ползучесть (длительную прочность) при на-



**Рис. 1.** *a* — структура излома образцов алюминия марки АД1 после испытания на ползучесть. *b* — увеличенные изображения центральной области разрушенного образца, демонстрирующие ямочный характер (чашеподобные углубления, содержащие микропоры). Растровая электронная микроскопия.

пряжении 75 МПа, в течение 8700 с при температуре 200°C. Образцы для просвечивающей электронной микроскопии готовили методом сфокусированного ионного пучка из области разрушения образца после испытаний на ползучесть.

Микроструктуру образцов изучали методами просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе FEI Tecnai Osiris при ускоряющем напряжении 20 кВ (в том числе в режиме сканирующей просвечивающей электронной микроскопии). Тонкие пленки для ПЭМ были изготовлены методом сфокусированного ионного пучка на растровом электронном микроскопе FEI Scios, с возможностью анализа дифракции обратно-рассеянных при ускоряющем напряжении 20 кВ и ориентации поверхности образца на 70° к направлению пучка электронов. Для построения гистограмм разориентировки и обработки данных использовались соответственно программы TSL OIM Data Collection и TSL OIM Analysis, версия 6.21 фирмы EDAX.

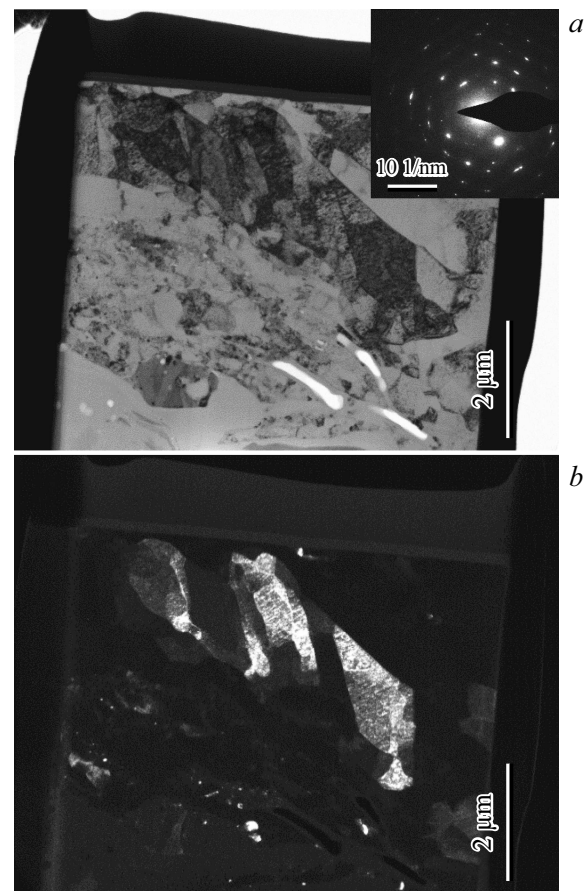
Объем повреждаемости, образующейся при ползучести, оценивался прецизионным методом измерения плотности с относительной точностью  $\Delta\rho/\rho$  0.01% на аналитических весах Shimadzu 120D с использованием приставки SMK-301. Данный метод позволяет определить плотность с высокой точностью, необходимой для оценки изменения плотности образцов после различных воздействий [5]. Информация о наличии и параметрах нанопор получалась методом малоуглового рентгеновского рассеяния, который был использован в предыдущих работах по идентификации возникающей при ИПД нанопористости [4,5].

### 3. Результаты и обсуждение

Структурные исследования испытанных в режиме ползучести образцов микрокристаллического алюминия проводились, в основном, на поверхности разрыва (излома) и вблизи нее. Изучение эволюции структуры

в процессе ползучести поликристаллических металлов (включая алюминий) для всей рабочей части образцов было выполнено авторами ранее [14,15].

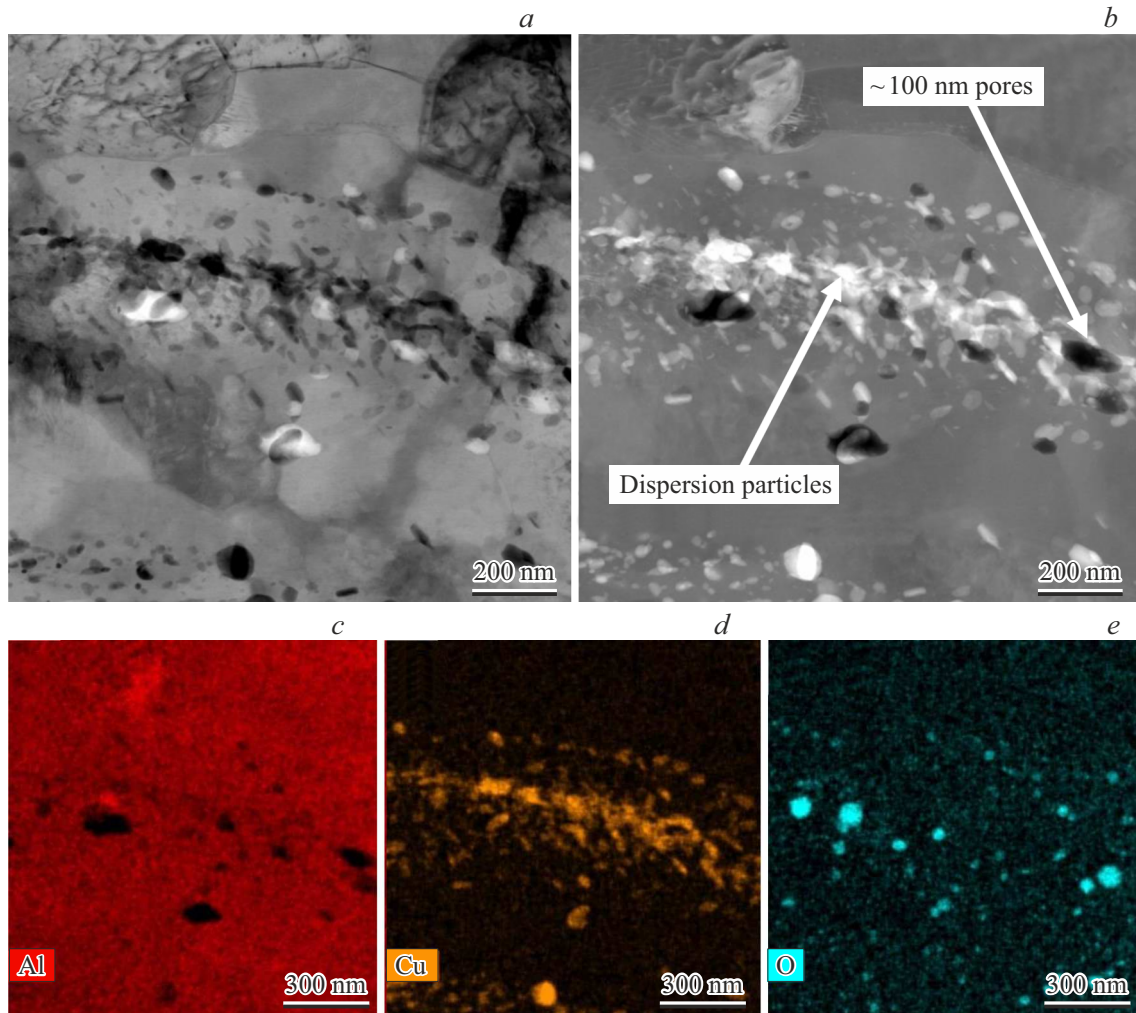
Рассмотрим экспериментальные данные. На поверхности образцов вблизи места разрушения (рис. 1) отмеча-



**Рис. 2.** Микроструктура образца алюминиевого сплава АД1 после испытания на ползучесть (область разрушения): *a* — светлопольное, *b* — темнопольное изображение, полученное в рефлексе (200), отмеченном на микродифракции. ПЭМ.

Химический состав титана марки АД1 согласно ГОСТ 4784-97

| Сплав АД1 | Содержание элементов, wt%, Al — основа |       |        |       |        |        |         |         |
|-----------|--|-------|--------|-------|--------|--------|---------|---------|
|           | Fe                                     | Si    | Ti     | Zn    | Cu     | Mg     | Mn      | Примеси |
| Треб.     | ≥ 0.3                                  | ≥ 0.3 | ≥ 0.15 | ≥ 0.1 | ≥ 0.05 | ≥ 0.05 | ≥ 0.025 | ≥ 0.05  |

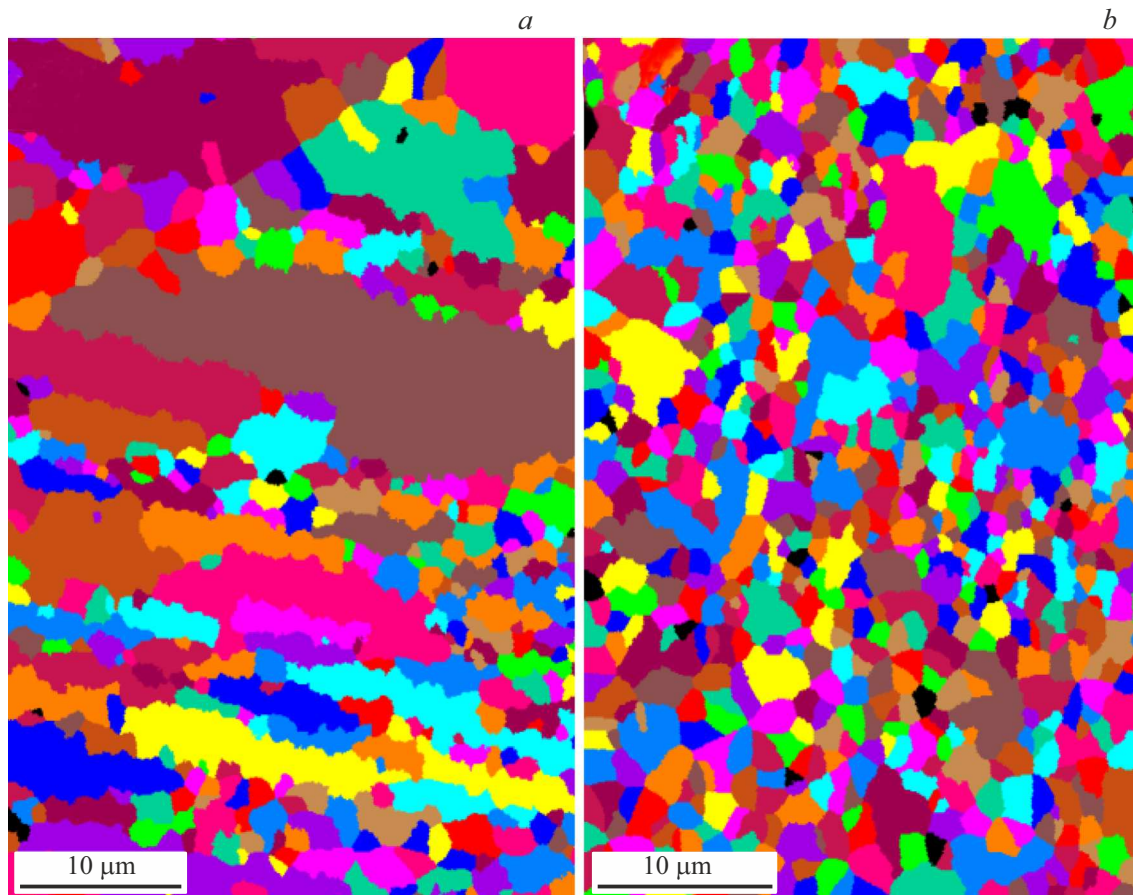


**Рис. 3.** Изображения микроструктуры в области разрушения образца исследуемого сплава после испытания на ползучесть: *a* — светлопольное изображение; *b* — темнопольное изображение в ПРЭМ; *c–e* — карты распределения элементов.

ется наличие пор размером порядка  $1–5\ \mu\text{m}$  (отмечено стрелками). По данным фрактографического анализа, структура центральной области поверхности излома образцов после испытаний на ползучесть имеет вид, характерный для вязкого разрушения (рис. 1, *a* и *b*), о чем свидетельствует чашечное (ямочное) строение излома. Ямки содержат поры, имеющие преимущественно равноосную форму по краям разрушенного образца и вытянутую в центральной части излома образца. В центральной части поверхности излома присутствуют области вязкого скола со следами пластической деформации. Разрушение образца происходит с образованием и слиянием пор размерами порядка  $1–10\ \mu\text{m}$ .

На рис. 2 приведены изображения микроструктуры образца, который был вырезан из области вблизи места разрушения. На темнопольном изображении видно, что внутри зерен при ползучести образуются субзерна с границами разориентировки (об этом свидетельствует азимутальный характер распределения рефлексов на микродифракции, вставка на рис. 2, *a*). Элементы зеренно-субзеренной структуры имеют размер порядка  $0.5\ \mu\text{m}$ . Наблюдаются внутренние полости вытянутой формы длиной порядка  $2\ \mu\text{m}$  и шириной  $0.3\ \mu\text{m}$ .

На изображениях, полученных при больших увеличениях, наблюдаются мелкодисперсные частицы с сформировавшимися наноразмерными порами диамет-



**Рис. 4.** Микроструктура образца алюминия марки АД1 после испытания на ползучесть, который был изготовлен вдали от области разрушения: *a* — светлопольное изображение; *b* — темнопольное изображение, полученное в рефлексе от плоскости  $(-11-1)$  микродифракции. ПЭМ.

ром порядка  $100 \text{ nm}$  (рис. 3). По данным энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии, дисперсные частицы представляют собой оксиды алюминия и меди, что подтверждается картами распределения элементов, приведенных на рис. 3, *c–e*.

Как уже отмечалась, небольшая часть исследований проводилась в рабочей части образца вдали от зоны разрыва. Электронно-микроскопические снимки структуры образца вдали от области разрушения приведены на рис. 4. На темнопольных изображениях, полученных в различных рефлексах картины микродифракции, наблюдается контраст от зерен размером порядка  $2 \mu\text{m}$ .

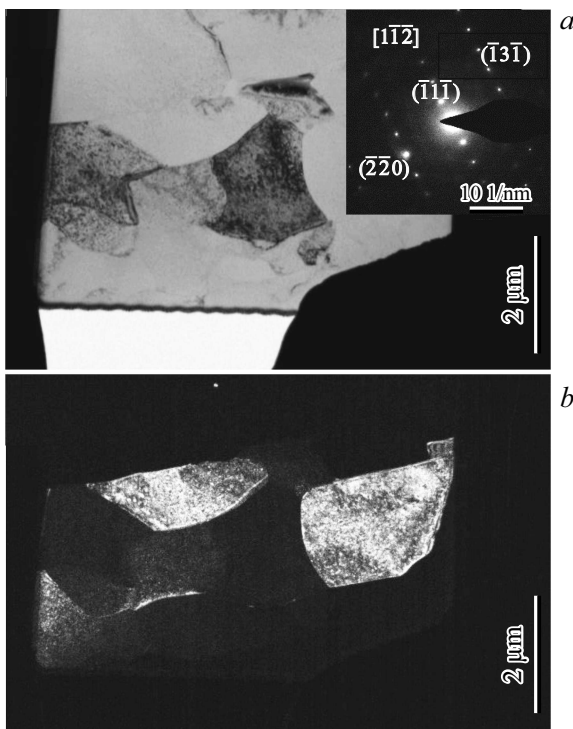
Построены карты зеренной структуры в обеих исследуемых областях образца (рис. 5), а также гистограммы распределения зерен по размерам (рис. 6). Наблюдается заметное уменьшение среднего размера зерен в области разрушения в сравнении с областью рабочей базы образца. Изменяется и форма элементов структуры с преимущественно вытянутой (образованной прокаткой) на равноосную.

На гистограмме распределения зерен по размерам, полученной с области вдали от места разрушения (рис. 6, *a*), отмечается формирование в процессе пол-

зучести крупных зерен размером более  $5 \mu\text{m}$ , а в области разрушения такие зерна отсутствуют (рис. 6, *b*). В области разрушения средний размер зерен составляет  $1.6 \pm 0.2 \mu\text{m}$ , а вдали от нее — порядка  $2 \pm 0.3 \mu\text{m}$ . При построении карт методом дифракции обратно-рассеянных электронов в растровом электронном микроскопе разориентировки и размеров элементов структуры не учитываются малоугловые границы, тогда как по данным ПЭМ наблюдалось достаточно большое их количество, а размер субзерен, измеренный в этом случае, составлял порядка  $0.5 \mu\text{m}$ . Таким образом, с учетом этой особенности средний размер элементов зеренно-субзеренной смеси кристаллитов в области разрушения составляет порядка  $\geq 1 \mu\text{m}$ .

Построены гистограммы распределения зерен по углу разориентации (рис. 7). Доля большеугловых границ (high-angle grain boundaries, HAGB) в области разрушения заметно выше (порядка 70%), чем в области рабочей базы образца (порядка 50%).

Таким образом, анализ гистограмм показал, что средний размер зерен ( $1.6–2.0 \mu\text{m}$ ) вблизи и вдали от места разрыва практически одинаков и совпадает с размером зерен в исходных (до испытания) образцах ( $1.5 \mu\text{m}$ ).



**Рис. 5.** Микроструктура исследуемого сплава после испытания на ползучесть: *a* — вдали области разрушения; *b* — зона разрушения. Дифракция обратно-рассеянных электронов в РЭМ.

Установлено также, что вблизи и вдали от места разрыва образуются поры структурного размера ( $1\text{--}2\ \mu\text{m}$ ) и их более крупные конгломераты ( $\geq 5\ \mu\text{m}$ ).

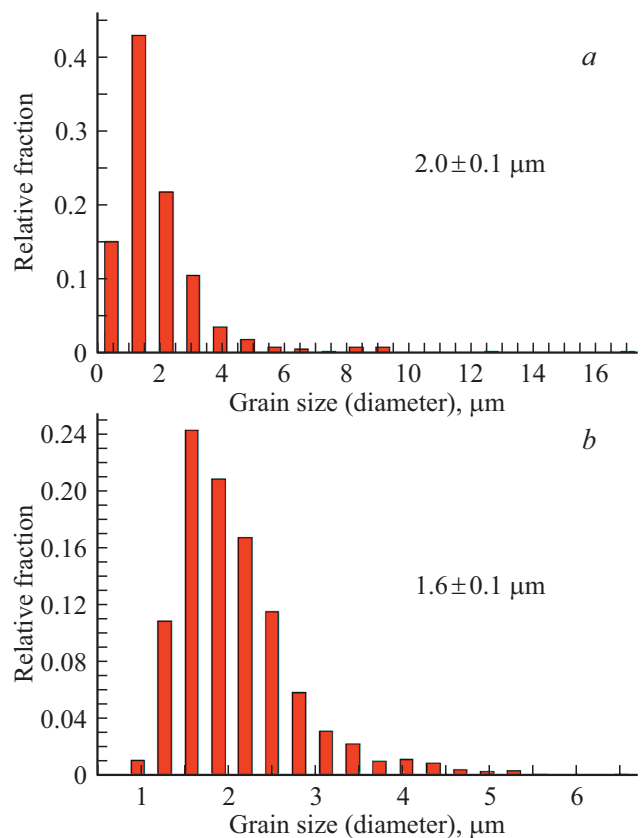
Данные по порам хорошо согласуются с результатами, полученными авторами ранее при изучении ползучести в области умеренных температур более крупнозернистого кристаллического алюминия [13,14]. Но в [13,14] было впервые установлено образование в процессе ползучести множества пор и трещин размером  $\sim 0.1\ \mu\text{m}$ , скорость накопления и концентрация которых в тонких приповерхностных слоях на 1–3 порядка больше, чем в объеме образцов<sup>1</sup> [13]. Именно поэтому в приповерхностных слоях накапливается большое (до 1%) разуплотнение, формирующее разрушение (излом).

В теоретических работах [17,18] обоснован физический механизм образования порообразных трещин размером  $\sim 0.1\ \mu\text{m}$  и дана оценка разуплотнения ( $\sim 1\%$ ), обусловленного микронесплошностями и предшествующего макроразрушению. Таким образом, экспериментальные и теоретические данные свидетельствуют об особой роли поверхностных слоев при длительном нагружении. С учетом этих данных, для испытанного в режиме ползучести микрокристаллического алюминия методом МРР и методом измерения плотности была

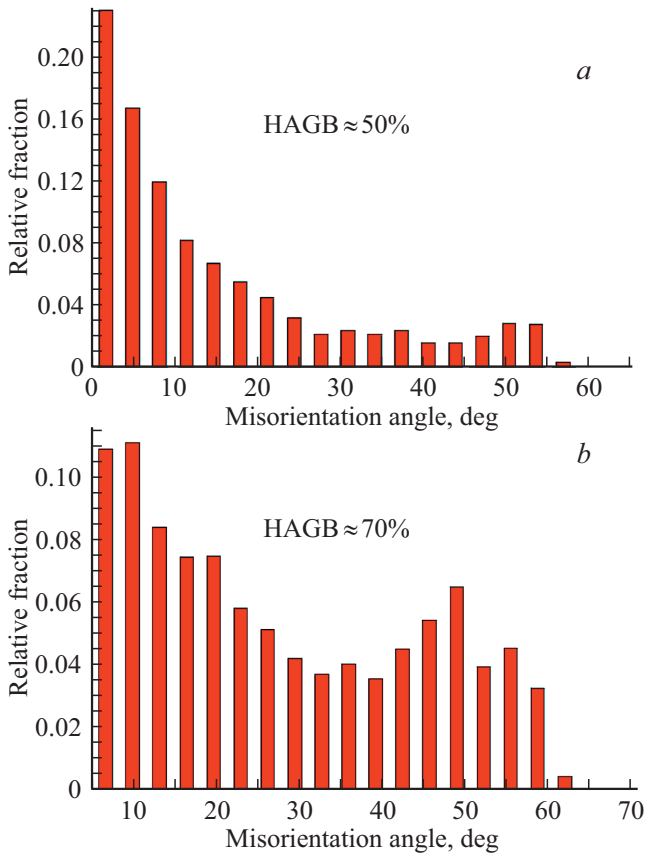
<sup>1</sup> Интенсификация микроразрушения в приповерхностном слое обоснована особенностями (по сравнению с объемом) его дислокационной и дисклинационной структуры [13,14].

проведена оценка повреждаемого поверхностного слоя толщиной  $\sim 5\ \mu\text{m}$  вблизи места разрыва (скола). Методом МРР было выявлено наличие в этом слое пор с размером  $\sim 0.12\ \mu\text{m}$  и концентрацией  $\sim 10^{12}\ \text{m}^{-2}$ ; объем разуплотнения ( $\Delta\rho/\rho$ ) от этих пор составил 1.6%. Разуплотнение по данным измерения плотности в этом же слое достаточно близко по порядку величин, но несколько превышает данные МРР (1%). Это, очевидно, связано с тем, что методом МРР фиксируются только поры с размером  $\leq 0.3\ \mu\text{m}$ , а метод измерения плотности учитывает и более крупные коагуляции этих нанопор. Полученные двумя независимыми методами близкие значения разуплотнения подтверждают достоверность информации об уровне поврежденности поверхностного слоя вблизи места разрыва микрокристаллического алюминия.

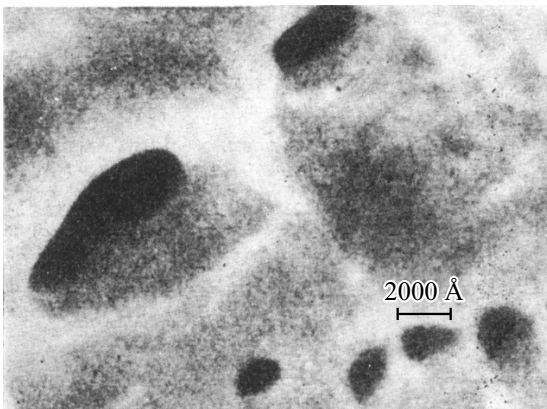
Интересные новые данные были получены при анализе поверхности разрыва образца алюминия. Во-первых, только на поверхности разрыва образуется зеренная структура размером  $\sim 0.5\ \mu\text{m}$ , что в 3–10 раз меньше, чем в остальных областях образца. Во-вторых, доля большеугловых границ на поверхности разрыва заметно больше ( $\geq 20\%$ ), чем у границ зерен вне поверхности



**Рис. 6.** Гистограмма распределения зерен по размерам в образцах кристаллизованного алюминия марки АД1 после испытания на ползучесть: *a* — вдали области разрушения; *b* — вблизи поверхности разрушения. Данные получены методом дифракции обратно-рассеянных электронов в РЭМ.



**Рис. 7.** Гистограммы распределения границ зерен по углу разориентации в образцах кристаллизованного алюминия марки АД1 после испытания на ползучесть: *a* — вдали области разрушения; *b* — зона разрушения. Данные получены методом дифракции обратно-рассеянных электронов в РЭМ.



**Рис. 8.** Несплошности на поверхности разрыва Ag (данные [14]).

разрыва. В-третьих, именно на поверхности разрыва (вблизи примесных включений) наблюдаются наноразмерные поры; представляется, однако, что включения в данном случае являются лишь дополнительным фактором, стимулирующим образование нанопор на поверх-

ности разрыва. Действительно, ранее авторами было обнаружено образование нанопор на поверхности разрыва холоднокатаного до больших степеней толщины  $1-2\ \mu\text{m}$  серебра, в котором примесей не было (рис. 8) [14].

Все три указанные особенности микроструктуры поверхности разрыва микрокристаллического алюминия характерны для микроструктуры металлов и сплавов, полученных методом интенсивной пластической деформации. Это позволяет предполагать, что именно такая деформация реализуется в зоне разрыва (на изломе).

В заключение проанализируем природу влияния примесей на образование пор и некоторые данные о влиянии примесных включений и связанных с ней пористости на длительную прочность. Известно [19], что сегрегирующие на внутренних поверхностях раздела примеси могут также способствовать порообразованию и росту пор на границах зерен и частицах дисперсных фаз. Обычно этот эффект связывают со снижением подвижности границ зерен примесями, проявления эффекта повышения их диффузионной проницаемости границ и уменьшения поверхностной энергии при сегрегации горофильных примесей. В цитированной выше работе [17] обосновано положение о том, что зарождению трещин на частицах предшествует образование на них пор критического размера  $r_c = 2\gamma_m/\sigma_n$ , где  $\gamma_m$  — удельная поверхностная энергия матрицы;  $\sigma_n$  — нормальное напряжение на частице. По этой причине наличия упругих напряжений и снижающих поверхностную энергию горофильных примесей существенно облегчают зарождение пор, вне зависимости от места, где это происходит.

Примеси и образующиеся (особенно при длительном нагружении) около них поры влияют на длительную прочность металлов и сплавов. Установлено, что примесные включения, ведущие при ИПД к более интенсивному образованию нанопористости, существенно сказываются на стабильности и механических свойствах металлических СМЗ-материалов [5]. При испытании в режиме ползучести и усталости в области умеренных температур такая нанопористость ведет к снижению долговечности (и ресурса) высокопрочных СМЗ-металлов и сплавов. При испытании в области высокотемпературной ползучести примесные включения, за счет их стабилизирующего влияния на эволюцию границ зерен, могут нивелировать негативную роль нанопористости.

#### 4. Заключение

Анализ гистограммы показал, что средний размер зерна, испытанного в режиме ползучести микрокристаллического алюминия вдали и вблизи места его разрыва, а также в исходном (до испытания) состоянии, практически одинаков. Но в зоне разрыва наблюдается также формирование субзеренной структуры со средним размером  $0.5\ \mu\text{m}$ .

Установлено, что в центральной части поверхности разрыва (излома) образуется характерная для вязкого

разрушения ямка со следами пластической деформации и порами.

Обнаружено, что в тонких приповерхностных слоях в месте разрыва появляется множество субмикropop, разуплотнение (поврежденность) от которых и их слившихся образований составляет порядка 1%.

Размер субзеренной структуры на поверхности разрыва в 3–10 раз меньше, а доля большеугловых границ на ~25% больше, чем у зерен около и вдали от места разрыва. Кроме того, на поверхности разрыва обнаружены наноразмерные поры. Эти три особенности структуры характерны для металлов, получаемых методом ИПД. Это позволяет предполагать идентичность природы процессов, протекающих в зоне разрушения и при ИПД.

Проанализирована связь примесных включений и образующейся при пластической деформации (включая ИПД) нанопористости, а также роль включений и нанопор для длительной прочности (и ресурса) микрокристаллических и СМЗ-металлов и сплавов.

## Финансирование работы

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и ЧНФ в рамках научного проекта № 19-58-26005. Структурные исследования проводились с использованием научного оборудования ЦКП ФНИЦ „Кристаллография и фотоника“ РАН (г. Москва).

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] В.Р. Регель, А.И. Слуцкер, Э.Е. Томашевский. Кинетическая природа прочности. Наука, М. (1974). 536 с.
- [2] Ю.И. Работнов. Ползучесть элементов конструкций. Наука, М. (1996). 752 с.
- [3] Л.М. Качанов. Основы механики разрушения. Наука, М. (1974). 312 с.
- [4] V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, V. Sklenicka, I. Saxl. ФТТ **49**, 10, 1787 (2007).
- [5] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова. ФТТ **62**, 2, 267 (2020).
- [6] R. Lapovok, D. Tomus, J. Mang, Y. Estin, T.C. Lowe. Acta Mater. **57**, 10, 2909 (2009).
- [7] J. Ribbe, G. Schmitz, D. Gundarev, Y. Estin, Y. Amouyal, S.V. Divinski. Acta Mater. **61**, 14, 5477 (2013).
- [8] S.V. Divinski, G. Reglitz, I.S. Golovin, M. Peterlechner, R. Lapovok, Y. Estin, G. Wilde. Acta Mater. **82**, 11 (2015).
- [9] В.Н. Перевзнецев, А.С. Пупынин, А.Е. Огородников. ЖТФ **88**, 10, 1539 (2018).
- [10] J. Čížek, M. Janeček, O. Sbra, R. Kužel, Z. Barnovská, I. Procházka, S.V. Dobatkin. Acta Mater. **59**, 6, 2322 (2011).
- [11] В.В. Мишакин, В.Н. Перевзнецев, М.Ю. Щербань, В.А. Ключников, Т.А. Грачева, Т.А. Кузьмичева. Дефектоскопия **6**, 57 (2015).
- [12] S.V. Divinski, G. Reglitz, H. Rosner, Y. Estrin, G. Wilde. Acta Mater. **59**, 5, 1974 (2011).
- [13] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев. ФТТ **47**, 5, 801 (2005).
- [14] В.И. Бетехтин, В.И. Владимиров, А.Г. Кадомцев, А.И. Петров. Проблемы прочности **7**, 38 (1979).
- [15] П.Г. Черемской, В.В. Слезов, В.И. Бетехтин. Поры в твердом теле. Энергоатомиздат, М. (1990). 376 с.
- [16] Y.R. Kolobov. Russ. Phys. J. **61**, 4, 611 (2018).
- [17] В.И. Владимиров. Физическая природа разрушения металлов. Металлургия, М. (1984). 280 с.
- [18] В.И. Владимиров, А.Е. Романов. Дисциплины в кристаллах. Наука, Л. (1986). 224 с.
- [19] Ю.Р. Колобов. Диффузионно-контролируемые процессы на границах зерен и пластичность металлических поликристаллов. Наука, Новосибирск (1998). 184 с.

Редактор Е.В. Толстякова