

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ДИФРАКЦИИ ОТРАЖЕННЫХ
ЭЛЕКТРОНОВ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРНОГО
АНАЛИЗА БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕГО СПЛАВА Al–Mg–Li–Sc–Zr**

Столяр И.А.¹, Ташлыкова-Бушкевич И.И.²

¹УО «Белорусский государственный университет», 220050,

Республика Беларусь, г.Минск, пр. Независимости, д. 4

E-mail: uyluana@gmail.com

²УО «Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники», 220013, Республика Беларусь, г.Минск, ул. П.Бровки, д.6

В настоящее время с помощью технологий, позволяющих превзойти стандартную при традиционных методах литья скорость охлаждения расплава порядка 10^2 К/с, можно расширить потенциал использования промышленных алюминиевых сплавов, применяющихся в авиакосмической промышленности. Один из таких методов – сверхбыстрая закалка из расплава (СБЗР) – является ресурсосберегающей технологией получения микроструктурных материалов с уникальными физическими и механическими свойствами [1]. Известно, что механические свойства сплавов зависят от таких параметров, как тип границ зерен, плотность дислокаций, размер зерен. Например, измельчение размера зерен в металлических материалах может существенно повысить их прочностные и пластические характеристики. Наличие в материале определенного ‘количества’ границ с той или иной разориентировкой может влиять на его поведение при деформации, отжиге или коррозии. Кроме того, информация об особенностях разориентаций этих границ позволяет понять процессы формирования зеренной структуры, а также дает возможность эффективно их контролировать [2]. В связи с этим изучение микроструктуры сплавов, отлитых при сверхвысоких скоростях охлаждения расплава, требует использования современных методов электронной и зондовой микроскопии. В последние годы, так как методы электронной микроскопии активно развиваются, для микроструктурных исследований начинает активно использоваться метод автоматического анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов

(ДОЭ). ДОЭ-детектор выпускается как дополнительное оборудование к растровому электронному микроскопу. Он сочетает в себе возможность получения разносторонней информации о структуре и текстуре материала, позволяя изучать размеры зерен, границы и углы разориентации между зернами, а также его текстуру [3, 4]. Однако, быстрозатвердевшие (БЗ) сплавы алюминия на данный момент, к сожалению, мало исследованы с помощью метода ДОЭ. В частности, не изучены вопросы, как большеугловые границы зерен (БУГ) в структуре сплавов, полученных в неравновесном (метастабильном) состоянии, влияют на физические и механические свойства БЗ материалов.

Цель данной работы заключается в изучении структурообразования в БЗ фольгах авиакосмического сплава 1421 с помощью метода ДОЭ. Анализ карт ДОЭ выполнен для получения информации о текстуре материала, а также изучения размеров зерен, границ между зернами и углов разориентации между соседними зернами. Промышленный сплав 1421 относится к группе сплавов системы Al–Mg–Li и обладает значительным эффектом искусственного старения и сравнительно высокой прочностью [5, 6] благодаря введению редкоземельного металла скандия и переходного металла циркония, повышающих механические свойства сплава и замедляющих скорость распада пересыщенного твердого раствора. Аналогов сплава 1421 и его модификаций за пределами России нет.

Исследованные фольги промышленного сплава 1421 Al-5,5% Mg-2,2% Li-0,2% Sc-0,12% Zr (мас.%) были получены с помощью метода центробежной закалки, когда капля расплава затвердевает на поверхности медного цилиндра диаметром 20 см, вращающегося с частотой около 1500 об/мин. Скорость охлаждения расплава составляла 10^6 К/с. Микроструктура поверхности свежезакаленных фольг изучалась с помощью РЭМ марки LEO1455VP с ДОЭ-детектором. Размер зерен был измерен при помощи метода секущих. Аппроксимация экспериментальных данных выполнена с помощью распределения Гаусса в математическом пакете OriginPro.

На рис. 1а показана типичная высокоразрешающая ДОЭ карта поверхности фольги сплава 1421, полученная с шагом сканирования 2 мкм. Установлено, что при СБЗР формируется микрозеренная структура. При-

существуют участки с мелкими зернами среднего размера до 3 мкм и участки с более крупными зернами среднего размера около 20 мкм. Зерна на рис. 1а окрашены в соответствии с их кристаллографической ориентировкой согласно шкале ориентаций в левом нижнем углу рисунка. Полученные результаты свидетельствуют о том, что БЗ фольги сплава 1421 имеют преимущественную текстуру (111).

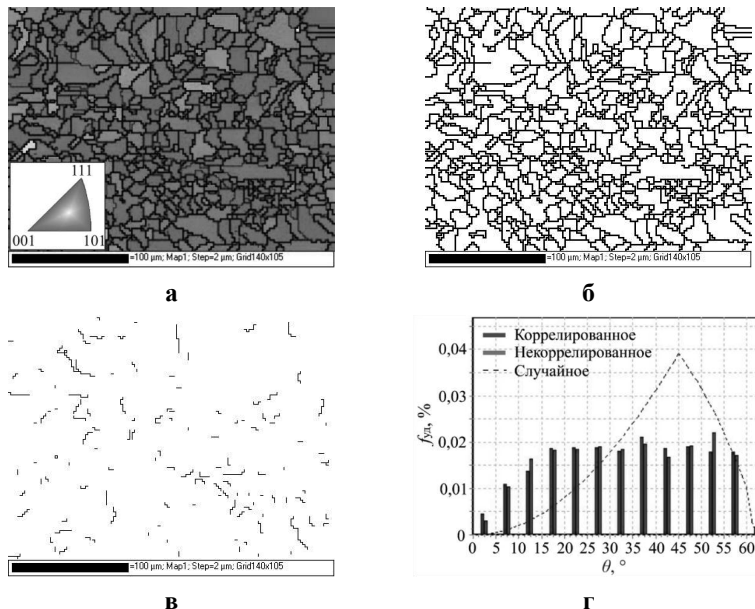


Рисунок 1 – Зернистая структура поверхности фольг сплава 1421: а – карта ДОЭ, шаг сканирования 2 мкм; б и в – карты разориентировки границ зерен БУГ и МУГ соответственно, построенные по карте ДОЭ на рис. 1 а; г – гистограмма распределения границ зерен по углам разориентировки в сплаве, построенная по данным рис. 1 а

Результаты исследования разориентации зерен БЗ фольг сплава 1421 приведены на рис. 1б, в. На карте ориентации кристаллитов БУГ (угол от 10° и выше) представлены на рис. 1б, малоугловые (МУГ) (угол от 2° до 10°) – на рис. 1в. С учетом экспериментальной погрешности метода ДОЭ все МУГ с ориентировкой менее 2° исключались из рассмотрения. Уста-

новлено преобладание доли БУГ (включая двойниковые и другие специальные границы) в микроструктуре фольг сплава 1421, рис. 1б, в, г. Гистограмма распределения границ зерен по углам разориентировки в структуре поверхности фольги сплава 1421 приведена на рис. 1г. Пунктирная линия на рис. 1г представляет собой хаотичное (случайное) распределение углов разориентировки. Из данного рисунка следует, что распределение углов разориентировки между смежными зернами (т.е. коррелированное) и некоррелированное распределение углов разориентировки зерен отклоняется от случайного распределения в области низких и больших углов. В области БУГ в интервале θ от $12,5^\circ$ до $57,5^\circ$ наблюдается равномерное распределение границ зерен по углам разориентировки в фольге сплава 1421.

Метод ДОЭ с использованием математического пакета OriginPro позволяет проводить статистические исследования больших массивов границ зерен. По результатам анализа карт ДОЭ для фольг сплава 1421 на рис. 2 построена гистограмма распределения по размерам длин хорд случайных секущих, расположенных на сечениях зерен поверхности на рис. 1а. Полученное распределение по размерным группам хорд случайных секущих на сечениях зерен может быть описано суперпозицией пяти гауссовых распределений с достоверностью аппроксимации (R^2) равной 0,88. Средний размер хорд сечений зерен поверхности составил 7,85 мкм.

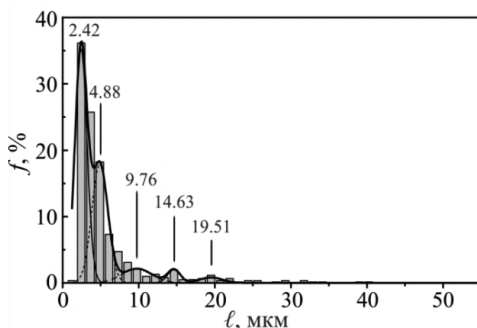


Рисунок 2 - Гистограмма и соответствующая функция распределения по размерам хорд сечений зерен поверхности фольги сплава 1421 (рис. 1а)

Высота, ширина и площадь пиков распределений по размерам хорд сечений зерен на поверхности фольг сплава 1421 флукутируют при сравнении более мелких и крупных зерен. Амплитуды пиков распределения по размерам хорд сечений мелких зерен более, чем в 17 раз выше, чем в случае хорд сечений зерен крупных зерен. Основная часть хорд, измеренных для групп мелких зерен методом секущих, попадает в размерные группы в интервале от 1,22 до 5,0 мкм, в то время как для более крупных зерен – в интервале от 7,32 до 13,41 мкм.

Как следует из представленных результатов, ДОЭ карты микро-структуры и спектры разориентировок границ зерен БЗ фольг сплавов алюминия могут быть успешно использованы для изучения на микроскопическом уровне закономерностей формирования микро-структуры материалов, полученных в неравновесных условиях. Актуально продолжение начатых исследований для изучения процессов рекристаллизации и роста зерен в БЗ фольгах сплава 1421 после термической обработки с помощью метода ДОЭ, поскольку границы зерен представляют собой микро-структурную характеристику, управляя которой можно улучшать физико-механические свойства металлов, в том числе повышать их коррозионную стойкость.

Авторы выражают благодарность вед. инженеру С.В. Гусаковой (Межвузовский центр обслуживания научных исследований, БГУ) за помощь при проведении экспериментов с использованием метода ДОЭ.

Литература

1. Pinomaa T., Laukkanen A., Provatas N. Solute trapping in rapid solidification // *MRS Bulletin*. – 2020. – V. 45, № 11. – P. 910-915.
2. Hirsch J., Al-Samman T. Superior light metals by texture engineering: Optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications // *Acta Mater.* – 2013. – V. 61, № 3. – P. 818-843.
3. Humphreys F.J. Quantitative metallography by electron backscattered diffraction // *J. Microsc.* – 1999. – V. 195, № 3. – P. 170-185.
4. Антонова А.О., Савелова Т.И. Исследование влияния статистической зависимости элементов выборки при EBSD измерениях на погрешность

вычисления функции распределения ориентаций // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2015. – Т. 81, №1. – С. 26-30.

5. Корягин Ю.Д., Крайнов В.И. Структура и свойства алюминиевого сплава 1421, подвергнутого пластической деформации и термообработке // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». – 2017. – Т. 17, № 3. – С. 64–72.

6. Wang Y., Zhang Z., Wu R., Sun J., Jiao Y., Hou L., Zhang J., Li X., Zhang M. Ambient-temperature mechanical properties of isochronally aged 1420-Sc-Zr aluminum alloy // Mater. Sci. Eng. A. – V. 745. – 2019. – P. 411-419.