

И. А. СТОЛЯР, З. А. МАЛУХА, У. А. ШИХОВА, С. С. ЗДАНОВИЧ, И. А. ПРИЩЕПОВ

## ИЗУЧЕНИЕ НЕОДНОРОДНОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ ОТОЖЖЁННЫХ БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШИХ ФОЛЬГ СПЛАВА Al–Mg–Li–Sc–Zr МЕТОДОМ ДИФРАКЦИИ ОБРАТНОРАССЕЯННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ

Методом дифракции обратно рассеянных электронов изучена микроструктура фольг сплава Al–Mg–Li–Sc–Zr, отожженных при 300 °С в течение 1 ч. Установлено формирование гетерогенной микроструктуры зеренно-субзеренного типа, характеризующейся преобладанием мелких зерен и развитой сеткой внутривзеренных и межзеренных границ. Стабильность микроструктуры обеспечивается мелкодисперсными частицами метастабильных литийсодержащих фаз.

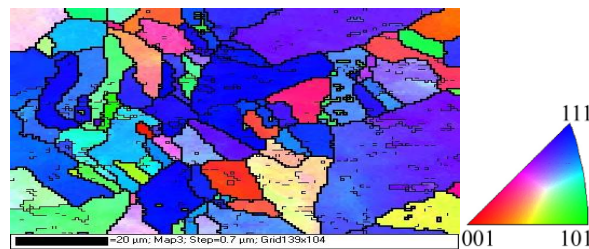
Алюминиево-магниево-литиевые сплавы системы Al–Mg–Li являются перспективными конструкционными материалами для авиа- и космической техники, где критически важными требованиями выступают снижение удельной массы, обеспечение высокой прочностной характеристики и стабильность мелкодисперсной структуры при повышенных температурах эксплуатации [1]. Особую актуальность приобретает использование сплавов, модифицированных сверхбыстрой закалкой из расплава, позволяющей получить неравновесное состояние твердо-растворное состояние и подавить коагуляцию вторых фаз. Дополнительное легирование скандием и цирконием способствует образованию дисперсных частиц со структурой типа «ядро – оболочка» (структурный тип решетки  $L1_2$ ) на основе фазы  $Al_3(Li, Sc, Zr)$ . Данные частицы эффективно препятствуют миграции границ зёрен, обеспечивая стабильность мелкодисперсной структуры в процессе термической обработки [2].

Настоящая работа является продолжением комплексного изучения эволюции микроструктуры быстроотвердевших (БЗ) фольг промышленного сплава Al–Mg–Li–Sc–Zr (1421) после различных режимов термической обработки. Целью исследования является установление корреляций между параметрами отжига и характеристиками границ зерен (распределение углов разориентации, доля МУГ, СУГ и БУГ), определенными с помощью метода ДОЭ, а также оценка влияния структурно-фазовых превращений на стабильность зеренной структуры в процессе отжига. Ключевое преимущество ДОЭ – возможность статистически достоверного анализа больших массивов данных о границах зерен [3]. Метод позволяет надежно классифицировать границы на малоугловые (МУГ,  $2 < \theta < 10^\circ$ ), среднеугловые (СУГ,  $10^\circ \leq \theta \leq 30^\circ$ ) и большеугловые (БУГ,  $\theta > 30^\circ$ ). В некоторых источниках граница между СУГ и БУГ может проходить при  $25^\circ$  или  $35^\circ$  в зависимости от энергии электронов и целей анализа. При этом применение метода ДОЭ сопряжено с рядом ограничений, связанных со степенью подготовки поверхности, пределом пространственного разрешения детектора и необходимостью исключения малых углов разориентации ( $\sim 1-2^\circ$ ), сопоставимых с экспериментальной погрешностью прибора ( $\pm 0,5^\circ$ ). Учёт данных факторов критичен при интерпретации результатов исследования БЗ фольг, поскольку характерные размеры субзерен могут быть соизмеримы с параметрами зоны генерации дифракционной картины.

Изучение БЗ фольг промышленного сплава 1421 (Al–5.8 ат. % Mg–8.1 ат. % Li–0.03 ат. % Zr–0.11 ат. % Sc) проводилось на образцах, полученных методом сверхбыстрой закалки из расплава на вращающемся медном цилиндре с линейной скоростью 15 м/с, что обеспечивает скорость охлаждения порядка  $10^6$  К/с [2]. Исходные свежезакаленные фольги толщиной 60–80 мкм имели неравновесную микроструктуру с преимущественной текстурой [111] и средним размером зерна около 12 мкм [4]. Образцы были отожжены при температуре 300 °С в течение 1 ч. Анализ структурного состояния отожженных фольг проводился методом ДОЭ на растровом электронном микроскопе LEO1455VP с приставкой фазового анализа «HKL CHANNEL 5» при ускоряющем напряжении 20 кВ. Шаг сканирования менялся в зависимости от увеличения от 0,1 до 0,7 мкм (например, 0,2 мкм при увеличении 5000×). Обработка данных осуществлялась с помощью математического пакета OriginPro.

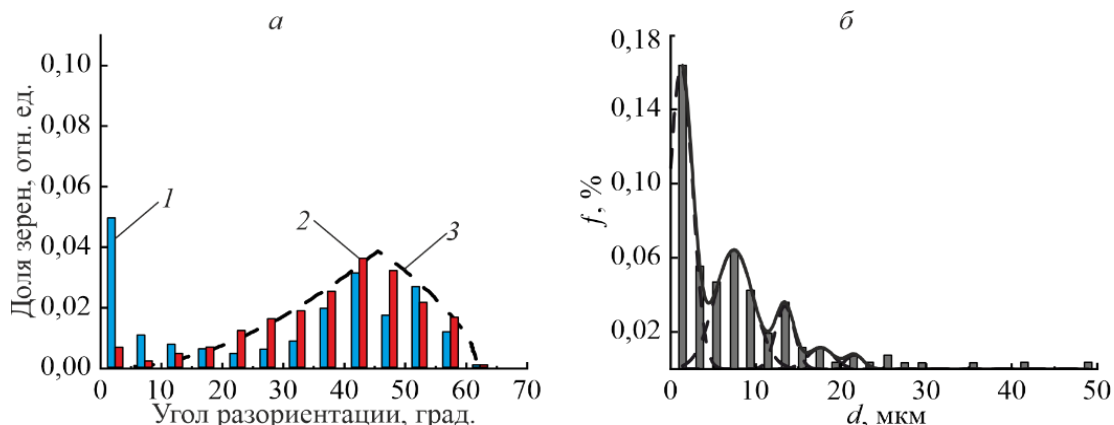
На рис. 1 приведена типичная ДОЭ-карта, полученная для отожженной фольги сплава 1421. Анализ показывает выраженную гетерогенность зеренной структуры. Основную площадь изображения занимают зерна малого и среднего размера. Однако наблюдаются локальные включения зерен увеличенных размеров, что может быть интерпретировано как следствие селективного зеренного роста в процессе термической обработки. Наличие внутризеренных цветовых градиентов (см. рис. 1) и сегментация цвета свидетельствуют о формировании развитой сети границ раздела с низкой степенью разориентации. Полученные результаты указывают на зерно-субзеренную структуру сплава с преобладающей текстурой [111], характерную для алюминийевых материалов после высокоскоростной кристаллизации [4]. Это подтверждает сохранение метастабильного состояния образца: процессы релаксации исходной микроструктурной неоднородности остаются незавершенными после отжига при 300°C в течение 1 ч.

На рис. 2 *a* представлены гистограммы распределения границ зерен по углам разориентировки поверхности отожженной фольги сплава 1421. Гистограмма 1 отражает коррелированное распределение ориентаций соседних зерен и позволяет выделить преобладающие типы границ (низкоугловые, среднеугловые, большеугловые, специализированные). Гистограмма 2 (случайно выбранные зерна) служит эталоном для сравнения и демонстрирует статистически случайное распределение.



**Рисунок 1** – Типичная карта ориентации зёрен сплава 1421, полученная методом ДОЭ после отжига при 300 °С. Показана цветовая кодировка относительно нормали образца в соответствии с треугольником инверсной полярной проекции [001]-[101]-[111]. Параметры измерения: масштаб 20 мкм, увеличение 3000×

Анализ гистограмм распределения границ зерен по углам разориентировки (см. рис. 2, *a*) выявил сложную картину формирования межзеренных структур. Распределение для соседних зерен (гистограмма 1) характеризуется существенно более высоким пиком в области малых углов ( $\theta < 10^\circ$ ) по сравнению с гистограммой случайно выбранных зерен (гистограмма 2, пунктирная линия 3 соответствует расчетной кривой для некоррелирующих ориентаций). Это свидетельствует о том, что соседние зерна обладают более близкими кристаллографическими ориентациями, чем случайные пары, что является доказательством формирования развитой субструктуры (группы зерен со схожей ориентацией). В интервале средних углов наблюдается различие между профилями гистограмм, что указывает на вариативность механизмов роста зерен и восстановления деформационных дефектов в зависимости от начального состояния зерен. Отсутствие корреляции в ориентации случайно выбранных зерен подтверждает, что ориентация одного произвольно выбранного зерна не зависит от ориентации другого произвольного зерна в матрице, если они не являются соседними.



**Рисунок 2** – Гистограммы распределения границ зёрен по углам разориентировки (*a*) и размеров зёрен (*б*) фольги сплава 1421 после отжига при 300 °С. Данные получены на основании ДОЭ-карты на рис. 1.

На графике (*a*) синим цветом (1) обозначена гистограмма для соседних пар зёрен, красным (2) – для случайно выбранных зёрен, 3 – расчётная кривая разориентации некоррелирующих зёрен

Анализ гистограммы распределения углов разориентировки границ зерен показывает, что формирование микроструктуры образца после термообработки определяется преимущественным развитием большеугловых границ в интервале  $34^{\circ}$ – $52^{\circ}$  (рис. 2а). Суммарная площадь соответствующих пиков достигает 71 %, что свидетельствует о формировании развитой сети высокоугловых межзеренных границ, обеспечивающих структурную стабильность материала после термической обработки. Пик при  $12,37^{\circ}$  относится к переходной области среднеугловых границ (в диапазоне  $5$ – $15^{\circ}$ ), которые часто ассоциируются с начальными стадиями рекристаллизации или специфическими структурными перестройками, обусловленными фазовыми превращениями. При этом сохранение высокой доли малоугловых границ с максимумом распределения при  $\sim 2,6^{\circ}$  указывает на незавершенность процессов релаксации остаточных напряжений и первичной рекристаллизации, а также на наличие развитой субзеренной структуры внутри кристаллитов. Высокая плотность указанных границ выполняет функцию эффективных барьеров для движения краевых дислокаций, что создает предпосылки для повышения предела текучести и микротвердости исследуемого сплава.

Распределение размеров зерен по размерным группам на рис. 2, б демонстрирует ярко выраженный многомодальный характер гетерогенной микроструктуры. Суммарно около 79 % выборки приходится на две основные размерные группы: мелкие зерна размером 1–2 мкм (с объемной долей  $\sim 32$  %) и зерна среднего размера 7–8 мкм (с объемной долей  $\sim 47$  %). Наличие менее выраженных максимумов в интервале 13–18 мкм и единичных крупных зерен ( $\sim 41,5$  мкм) подтверждает неоднородность структуры после отжига: наряду с мелкозернистой матрицей в ней присутствуют отдельные укрупненные зерна. Средний диаметр зерен составил 7,4 мкм. Такая преимущественно «бимодальная» структура является характерной для быстрозатвердевших сплавов, где процессы затвердевания и последующего отжига протекают неравномерно.

Температурный режим отжига ( $300^{\circ}$ ) оказывает существенное влияние не только на микроструктуру, но и на элементный состав приповерхностных слоев [4] фольг сплава 1421. Мелкодисперсные частицы метастабильных фаз, содержащих литий (фаза  $S_1$  ( $Al_2MgLi$ ) и фаза переменного состава  $Al(Mg,Sc,Zr,Li)_x$ ), тормозя движение межзеренных границ, способствуют стабилизации границ зерен и подавлению миграции дислокаций. Это согласуется с ранее полученными данными об упрочнении фольг сплава 1421 в интервале температур  $300$ – $400^{\circ}C$  при изохронном отжиге. Одновременно наблюдается закономерное изменение концентрации лития в приповерхностной области, достигающее максимума при высоких температурах отжига ( $>380^{\circ}C$ ) как при 1-ч выдержке, так и при 8-ч выдержке, что связывают с растворением частиц литийсодержащих фаз и диффузионным перераспределением легирующих элементов [2].

Следовательно, полученные результаты для отожженных БЗ фольг сплавов системы  $Al-Mg-Li-Sc-Zr$  могут быть объяснены взаимодействием микрокристаллической решетки и дисперсных включений. Частицы метастабильных литийсодержащих фаз подавляют равномерное укрупнение зерен и способствуют сохранению неоднородной структуры смешанного зеренно-субзеренного типа.

Таким образом, установлено, что термическая обработка БЗ фольг сплава 1421 при  $300^{\circ}C$  в течение 1 ч приводит к формированию стабильной зеренно-субзеренной смешанной структуры с доминирующей долей большеугловых границ при сохранении развитой сети малоугловых границ. Данная комбинация типов границ создает эффективные барьеры для движения дислокаций, способствуя повышению механической прочности материала. Совокупность результатов подтверждает, что даже в условиях частичного распада пересыщенного твердого раствора материал сохраняет уникальное сочетание эксплуатационных свойств, обусловленное взаимосвязью между параметрами зеренной структуры и фазовым состоянием. Выявленные закономерности позволяют оптимизировать режимы термообработки изделий из БЗ алюминиевых сплавов. Перспективным направлением дальнейших исследований является детальное изучение кинетики рекристаллизации и роста зерен в БЗ фольгах сплава 1421 при высокотемпературном отжиге с использованием метода ДОЭ.

#### Список литературы

1. Захаров, В. В. Обзор состояния и перспектив применения алюминиевых сплавов со скандием в российской промышленности / В. В. Захаров, Ю. А. Филатов // *Металловедение и термическая обработка металлов*. – 2025. – № 2. – С. 36–43.
2. Столяр, И. А. Влияние высокотемпературной термообработки на эволюцию композиционного состава поверхности быстрозатвердевших фольг сплава  $Al-Mg-Li-Sc-Zr$  // И. А. Столяр, В. Г. Шепелевич, И. И. Ташлыкова-Бушкевич, Р. Ву, Э. Вендлер // *Поверхность. рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. – 2025. – № 2. – С. 16–24.
3. Антонова, А. О. Исследование влияния статистической зависимости элементов выборки при EBSD измерениях на погрешность вычисления функции распределения ориентаций / А. О. Антонова, Т. И. Савелова // *Заводская лаборатория. Диагностика материалов*. – 2015. – Т. 81, № 1. – С. 26–30.
4. Столяр, И. А. Ядерно-физическое исследование состава поверхностных слоев быстро затвердевших фольг сплава  $Al-Mg-Li-Sc-Zr$  после термообработки / И. А. Столяр, В. Г. Шепелевич, И. И. Ташлыкова-Бушкевич, Р. Ву, Э. Вендлер // *Поверхность. Рентгеновские, синхронные и нейтронные исследования*. – 2023. – № 2. – С. 23–32.

The microstructure of  $Al-Mg-Li-Sc-Zr$  alloy foils, annealed at  $300^{\circ}C$  for 1 h, was examined using electron backscattered diffraction. A heterogeneous mixed grain-subgrain microstructure was identified, characterized predominantly by fine grains and a

well-developed network of intra- and inter-grain boundaries. The stability of the microstructure is ensured by dispersed precipitates of metastable lithium-containing phases.

*Столяр Иулиана Алексеевна*, аспирант физического факультета Белорусского государственного университета, Минск, Республика Беларусь, [yuiana@gmail.com](mailto:yuiana@gmail.com).

*Малуха Захар Александрович*, студент факультета радиотехники и электроники Белорусского государственного университета информатики и радиотехники, Минск, Республика Беларусь, [Zamalukha@gmail.com](mailto:Zamalukha@gmail.com).

*Шихова Ульяна Андреевна*, студент факультета радиотехники и электроники Белорусского государственного университета информатики и радиотехники, Минск, Республика Беларусь, [sihovoulana@gmail.com](mailto:sihovoulana@gmail.com).

*Зданович Станислав Сергеевич*, студент факультета радиотехники и электроники Белорусского государственного университета информатики и радиотехники, Минск, Республика Беларусь, [zdanowich.stas@gmail.com](mailto:zdanowich.stas@gmail.com).

*Прищепов Иван Александрович*, студент факультета радиотехники и электроники Белорусского государственного университета информатики и радиотехники, Минск, Республика Беларусь, [ivanprischepov78@mail.ru](mailto:ivanprischepov78@mail.ru).

Научный руководитель – *Шепелевич Василий Григорьевич*, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры физики твердого тела и нанотехнологий физического факультета Белорусского государственного университета, Минск, Республика Беларусь, [shepelevich@bsu.by](mailto:shepelevich@bsu.by).

Научный руководитель – *Тацшыкова-Бушкевич Ия Игоревна*, кандидат физико-математических наук, доцент, доцент кафедры физики факультета компьютерных систем и сетей Белорусского государственного университета информатики и радиотехники, Минск, Республика Беларусь, [iya.itb@bsuir.by](mailto:iya.itb@bsuir.by).