

ТЕХНИЧЕСКАЯ ФИЗИКА

Н. Н. БУЙНОВ и Р. М. ЛЕРИНМАН

ИЗУЧЕНИЕ НАЧАЛЬНЫХ СТАДИЙ СТАРЕНИЯ В АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВАХ

(Представлено академиком И. П. Бардиным 26 VII 1950)

С помощью электронного микроскопа проводилось изучение начальных стадий старения сплавов Al—Cu (4% Cu по весу), Al—Ag (10% Ag по весу) и Al—Mg—Si ($1,4\%$ Mg₂Si по весу)*. Для исследования этих сплавов использовался подробно описанный в литературе⁽¹⁾ метод оксидных реплик.

Электронные снимки, полученные с закаленных образцов сплавов Al—Cu (см. рис. 1, а) и Al—Ag, показывают наличие светлых точек, которые являются следами субмикроскопических частиц новой фазы. Возможно, что эти частицы являются фазой θ' , богатой атомами меди в случае сплава Al—Cu, и фазой γ' , богатой атомами серебра в случае сплава Al—Ag. Повидимому, они образуются в процессе охлаждения при закалке (время от момента закалки до момента получения реплик было уменьшено до 4 мин.). Это дает основание предполагать, что начальная стадия распада в этих сплавах протекает с большой скоростью.

Линейные размеры выделившихся частиц** в сплаве Al—Cu колеблются от 50 до 200 Å, при этом наиболее часто встречаются частицы размером в 100 Å. Средний размер частиц заметно не меняется со временем естественного старения. Форма этих частиц равносная или несколько удлиненная, но обычно отношение длины к ширине не превышает 3:1.

В случае сплава Al—Ag, закаленного и естественно состаренного, частицы не имеют ясных контуров, но все же можно заметить, что они несколько вытянуты (рис. 1, б). Размеры их в поперечнике около 50 Å, а в длину не более 100—150 Å. Изменения средних размеров частиц и в этом сплаве при естественном старении заметить не удалось. Таким образом, результаты электронно-микроскопического исследования естественного старения показывают, что объяснения хода кривой электросопротивление—время старения для сплава Al—Cu, предложенные Моттом⁽²⁾ и С. Т. Конобеевским⁽³⁾, экспериментально не подтверждаются. Действительно, если при естественном старении размеры выделившихся частиц не изменяются, то нет основания связывать изменение электросопротивления с изменением дисперсности

* В работе принимали участие А. Ф. Герасимов и В. В. Клюшин.

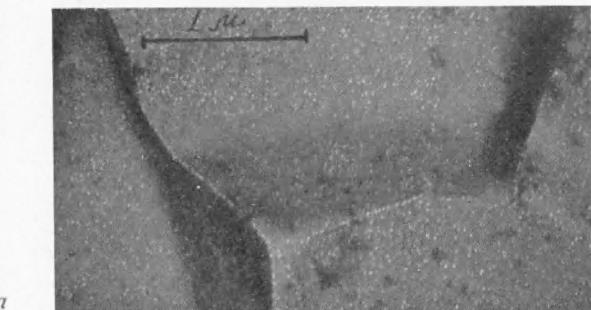
** В статье часто употребляются выражения «выделившиеся частицы» или «частицы новой фазы», когда речь идет о светлых пятнышках и штрихах. Однако возможно, что они являются еще только следами зародившейся новой фазы, когерентно связанных с матрицей твердого раствора, а не частицами вполне обособившейся новой фазы.

частиц. Наблюдаемый подъем электросопротивления в начале естественного старения, повидимому, обусловливается выделением высокодисперсных частиц, которые создают искажения и местные концентрационные неоднородности. Моменту подъема электросопротивления соответствует быстрый рост твердости. Падение электросопротивления в дальнейшем, вероятно, следует связывать с замедлением выделения новых частиц и с внутренними структурными изменениями, происходящими в твердом растворе (например, выравнивание местных концентрационных неоднородностей). Внутренние структурные изменения в дуралюмине в процессе естественного старения наблюдались ранее⁽⁴⁾. Было замечено, что интенсивность интерференционных линий на рентгенограмме закаленного дуралюмина после естественного старения возрастает (так например, старение в течение 10 час. приводит к увеличению интенсивности линии (111) на 1,7%). Одновременно происходит ослабление общего фона рентгенограммы. Иногда наблюдается, что выделившиеся частицы в сплавах Al—Cu и Al—Ag образуют цепочки, ограничивающие участки сплава с линейными размерами порядка 0,1 μ (рис. 1, б). Можно предполагать, что эти частицы расположены по границам блоков субмикромозаики. Блоки субмикромозаики обычно легче удается заметить на репликах, полученных с электрополированных и слабо травленых образцов. В случае глубоко травленых образцов обычно, помимо частиц, довольно равномерно распределенных по всей поверхности, наблюдаются цепочки частиц по границам блоков (размерами в несколько микронов), выявляемых травлением (рис. 1, а).

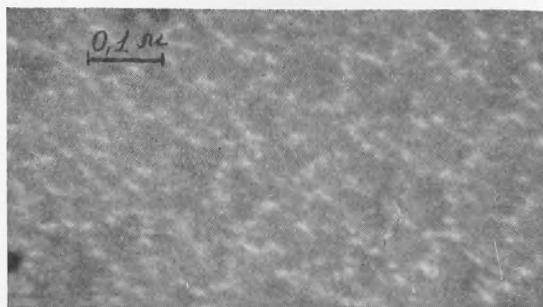
В сплаве Al—Mg—Si как после закалки, так и после естественного старения (до 3 мес.) частиц новой фазы не наблюдалось, тогда как его твердость со временем заметно повышалась. Можно предполагать, что и в этом сплаве в процессе естественного старения появляются частицы новой фазы, однако размеры их выходят за пределы разрешающей способности электронного микроскопа. Более высокую дисперсность частиц в этом сплаве, чем в сплавах алюминия с медью и с серебром, можно было ожидать. В сплавах Al—Cu и Al—Mg в образовании частиц новой фазы участвует сам алюминий, что облегчает их образование, так как при этом не требуется перемещения атомов алюминия на расстояния более параметра кристаллической решетки, а только атомов Cu или Ag, в то время как для образования частиц Mg₂Si необходима диффузия атомов в Mg и Si на значительные расстояния (превышающие постоянные решетки). При этом следует учесть, что концентрация этих компонент в сплаве небольшая. В небольшом количестве частицы новой фазы появляются лишь после старения этого сплава при 150° в течение 1 часа.

При сравнении результатов исследования с литературными данными^(5, 6) установлено, что электронно-микроскопически на всех трех сплавах удалось обнаружить распад на более ранних стадиях, чем это удавалось до сих пор рентгенографически на этих сплавах. Следует заметить, что количество выпавших частиц в отдельных зернах неодинаково (это особенно относится к сплаву Al—Cu); распределение их внутри одного зерна также неравномерное, что затрудняет наблюдение кинетики распада. Неравномерность в распределении выпавших частиц, вероятно, связана с неравномерным распределением искажений в кристаллической решетке сплава.

Дать количественное объяснение результатам длительного старения образцов сплавов Al—Cu и Al—Ag при комнатной температуре трудно из-за неравномерного распределения выделений в сплавах. Снимки, полученные с образцов, естественно состаренных в течение нескольких месяцев, мало отличаются от снимков, полученных с закаленных образцов. Все же можно заметить, что на снимках, полученных с за-



а



б

Рис. 1. а — сплав Al — Cu; закалка от 540° в воде, глубокое травление; б — сплав Al — Ag; естественное старение 70 дней, электрическая полировка

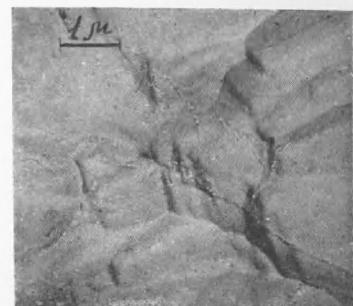
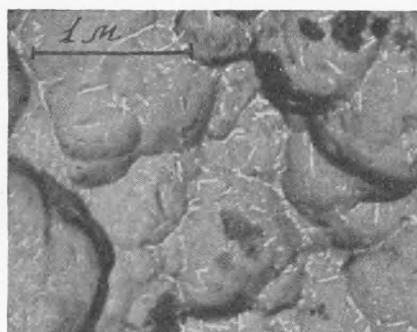


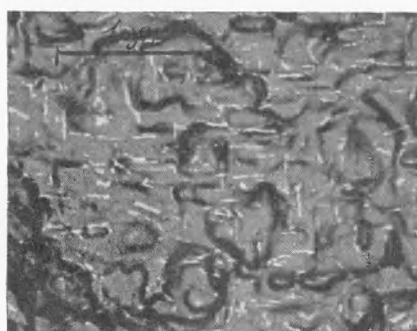
Рис. 3. Искусственное старение сплава Al — Ag. 210° — 40 мин., глубокое травление



Рис. 4. Искусственное старение сплава Al — Mg — Si: 300° — 30 мин., глубокое травление



а



б



в

Рис. 2. Искусственное старение сплава Al — Cu: а — 150° — 12 ч., глубокое травление; б — 150° — 48 ч., глубокое травление; в — 350° — 2,5 ч., глубокое травление

каленных образцов сплава Al—Cu, наблюдаются чаще участки, на которых частицы выделений отсутствуют, а там, где они есть, они выявляются слабее, чем на образцах, длительно состаренных. Из-за неравномерного распределения частиц трудно установить, как меняется их число со временем старения.

Отпуск сплавов Al—Cu и Al—Ag при повышенных температурах (150—200° и выше) приводит к появлению пластинчатых выделений (см. рис. 2, а, б, в и 3), а в сплаве Al—Mg—Si — к появлению пруткообразных выделений (см. рис. 4).

Следует отметить, что, согласно рентгеновским данным (1,5), уже при естественном старении в сплавах Al—Cu и Al—Ag наблюдаются образования пластинчатой формы, тогда как электронно-микроскопически обнаруживаются частицы примерно равноосной формы — «точечные». Пластинчатая форма образований новой фазы четко выявляется лишь при повышенных температурах старения (150—200°). Что является причиной такого расхождения, в настоящее время трудно сказать.

Пластинчатые выделения в сплавах Al—Cu и Al—Ag при искусственном старении появляются вначале по границам блочков микромозаики, а затем внутри них. В сплаве Al—Cu границы микромозаики, выявленные пластинчатыми выделениями, обычно совпадают с границами блочков, выявленных травлением. В сплаве Al—Ag границы, выявленные пластинчатыми выделениями, часто имеют направления, совпадающие с направлениями типа (110) кубических блочков мозаики, что соответствует прохождению этих границ через блочки по плоскостям октаэдров.

Проведенные наблюдения кинетики распада позволяют выдвинуть простое объяснение природы двух максимумов на кривых твердость — время старения (7,8). Поскольку распад при искусственном старении в самом начале протекает преимущественно по границам блочков микромозаики, а затем внутри них, постольку его можно рассматривать состоящим из двух процессов. Эти два процесса частично накладываются друг на друга, а следовательно, накладываются частично и соответствующие им кривые твердости. Такое наложение двух кривых может привести к появлению двух максимумов. Предложенное объяснение хода кривых твердость — время распада при искусственном старении соответствует электронно-микроскопической картине. На кривых твердость — время старения, полученных при более высоких температурах, имеется только один максимум. Соответственно этому, нам не удалось в сплаве Al—Cu обнаружить, даже при самых коротких продолжительностях отпуска, при температуре 350° преимущественного распада по границам блочков мозаики. Можно предполагать, что при высоких температурах второй процесс наступает настолько быстро, что перекрывает первый.

С появлением и ростом пластинчатых выделений блочная структура сплавов измельчается (рис. 1, а, 2, а, б): повидимому, появление и рост пластинчатых выделений вызывает вблизи них образование деформаций выше предела упругости, приводящих к новым дезориентировкам отдельных участков кристаллической решетки — появлению субмикромозаики. Измельчение блочков в этих сплавах сопровождается возрастанием твердости. Если субмикромозаика появляется действительно в результате измельчения блочков микромозаики в процессе старения во всех стареющих сплавах, то открывается возможность для построения единой теории упрочнения как при пластической деформации, так и при старении сплавов. На такую возможность в литературе указывалось (9).

Не исключено и то, что измельчение блочков кажущееся, а появление и рост выделений лишь способствуют выявлению уже существ

вующей в сплавах субмикромозаики. В этом случае, вероятно, упрочнение можно связывать с увеличением дезориентировки блоков относительно друг друга. Однако предположению о том, что в процессе распада появление и рост пластинчатых выделений только способствует выявлению уже существующей в сплавах субмикромозаики, несколько противоречит тот факт, что размер блоков мозаики не есть что-то постоянное. С дальнейшим повышением температуры или увеличением времени старения блочки укрупняются и их линейные размеры всегда примерно соответствуют длине пластинчатых выделений (рис. 2, в). Всего вероятнее, что упрочнение в процессе старения связано как с измельчением блоков, так и с возрастанием дезориентировки между ними.

Выделения в виде субмикроскопических частиц, характерные для закаленных и естественно состаренных образцов, — «точечные» выделения — также присутствуют в образцах искусственно состаренных, но их количество вблизи пластинчатых выделений значительно меньше, чем вдали от них, что связано с обеднением твердого раствора вблизи крупных выделений. Было замечено, что средние размеры этих «точечных» выделений в сплаве Al—Cu не зависят от температуры старения. В сплаве же Al—Ag искусственное старение вызывает укрупнение «точечных» выделений и уменьшение их количества.

В заключение следует отметить, что выделения, наблюдаемые внутри зерен и по границам блоков микромозаики и субмикромозаики в виде белых точек и пластинок, почти отсутствуют по границам зерен. На последних наблюдаются только грубые выделения размером от 0,1 до 1 μ , различной формы и ориентировки. Размеры этих выделений растут с температурой и временем отпуска.

Институт физики металлов
Уральского филиала
Академии наук СССР

Поступило
28 VII 1950

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

- ¹ A. H. Geisler and Keller, Metals Technology, **11**, 1700 (1944); **13**, 2108 (1946). ² N. F. Mott, Discussion of Gayler, Journ. Inst. of Metals, **60**, 267 (1937).
³ С. Т. Конобеевский, Изв. АН СССР, сер. хим., № 5, 1209 (1937). ⁴ Сборн. Старение металлов, под ред. Д. А. Петрова, 1936, стр. 72. ⁵ Я. С. Уманский, Б. Н. Финкельштейн и М. Е. Блантер, Физические основы металловедения, 1949. ⁶ A. H. Geisler and J. K. Hill, Acta Crystallographica, **1**, 238 (1948).
⁷ M. L. V. Gayler, Symposium of Internal Stresses in Metals and Alloys, Inst. of Metals, London, 255, 1948. ⁸ M. L. Fink and D. W. Smith, Tr. A. J. M. E., **122**, 284 (1936); **128**, 223 (1938). ⁹ Я. С. Уманский, Тр. Всесоюзн. совещ. по применению рентгеновских лучей к исследованию материалов, **15**, 47, 1949.