

Вестник МОСКОВСКОГО УНИВЕРСИТЕТА

№ 2 — 1968

УДК 669.715:620.181.5:
:620.183.48:620.183.4

М. И. ЗАХАРОВА, В. В. КОРЧАЖКИН, Н. А. ХАТАНОВА

СТРУКТУРНЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПРИ РАСПАДЕ ТВЕРДОГО РАСТВОРА В СПЛАВЕ $Al-3\% Cu-0,6\% Ca$

Проведено рентгеновское и электронномикроскопическое исследование структурных превращений при старении сплава $Al-3\%$ вес. $Cu-0,6\%$ вес. Ca при температурах 130 и 218°C. Установлено, что при температуре старения 130°C образуются зоны Гинье-Престона пластинчатой формы, которые растут по толщине и поперечным размерам до появления кристаллов θ' . После образования кристаллов θ' фазы средние размеры зон не увеличиваются. Добавление кальция приводит к замедлению процесса образования кристаллов θ' фазы при температуре 218°C.

Структурные изменения при распаде твердого раствора меди в алюминии исследовались в многочисленных работах, результаты которых суммировались в обзорных статьях [1].

В данной работе изучается влияние атомов третьего элемента с большим атомным радиусом, а именно атомов кальция, на начальные стадии распада твердого раствора меди в алюминии.

Исследование проводилось на сплаве $Al-3\%$ вес. $Cu-0,6\%$ вес. Ca методом аномального диффузного рассеяния рентгеновских лучей на монокристаллах и методом электронномикроскопического анализа тонких фольг на просвет.

Монокристаллы выращивались методом медленной кристаллизации в градиентной печи; фольга для электронномикроскопического исследования приготавливалась путем электрополировки в электролите, применяемом для сплавов $Al-Cu$ [2].

Исследование распада твердого раствора в сплаве $Al-3\% Cu-0,6\% Ca$ проводилось после изотермического отпуска при температурах 130 и 218°C.

На рентгенограмме неподвижного кристалла, закаленного с температуры 570°C и ориентированного направлением $\{100\}$ параллельно лучу кроме максимумов α -фазы около первичного луча обнаруживаются пересекающиеся в виде креста диффузные полосы по направлениям $\langle 100 \rangle$. Такой диффузный крест представляет собой двумерный эффект, характерный для зонной стадии распада при образовании пластинчатых зон Г.-П. параллельно плоскостям матрицы $\{100\}$. Поперечные размеры зон в закаленном кристалле, старевшем при комнатной температуре за время съемки рентгенограмм, оказались равными 60 Å. Определение поперечных размеров зон проводилось по длине диффуз-

ных полос около первичного луча. Диффузные двумерные эффекты на этой стадии наблюдаются только около первичного луча. Отсутствие их около максимумов матрицы указывает на малое количество зон Г.-П.

На электронной микрофотографии после закалки видна дислокационная структура, состоящая из геликоидов и линейных дислокаций. Наличие геликоидов означает большую подвижность вакансий в закаленном сплаве. Полученная микрофотография подобна микрофотографии закаленного двойного сплава Al с 4% Cu [4]. Следовательно, наличие в твердом растворе атомов кальция с большим радиусом не влияет на подвижность вакансий.

После одних суток старения при 130°C на рентгенограмме как неподвижного так и закаленного кристаллов изменений не обнаруживается. Поперечные размеры зон, вычисленные по длине штриха, остаются равными 60 Å. После двух суток старения при 130°C крест около первичного луча стал короче, интенсивнее и менее размытый. Расчет показывает, что поперечные размеры зон увеличились до 100 Å. На этой стадии старения появляются диффузные эффекты около максимумов матрицы, которые позволяют определить толщину зон путем построения области аномального рассеяния по серии рентгенограмм неподвижного кристалла.

С этой целью проводилась съемка рентгенограмм с поворотом кристалла на 30' в пределах 5° от отражающего положения плоскости (200) для $\lambda\alpha\text{Mo}$. По диффузным штрихам около (200) на этой серии рентгенограмм (рис. 1) была определена толщина зон Г.-П., которая оказалась равной 7—8 Å. Одинаковая интенсивность по длине штриха показывает, что на этой стадии структура зон соответствует структуре зон Г.-П.1. Поперечные размеры зон, определенные по длине диффузных полос около следа первичного пучка, равны 100 Å.

При ориентировке кристалла направлением [100] параллельно лучу плоскости матрицы {113} при съемке рентгенограмм на Mo излучении дают брэгговские отражения, и в этом случае около максимумов {113} появляются слабые по интенсивности максимумы {331} θ' -фазы. Следовательно, после двух суток старения при 130°C в сплаве Al—3% Cu—0,6% Ca имеются зоны Г.-П.1 и небольшое количество θ' -фазы. Вытянутая форма максимумов θ' -фазы указывает на малый размер выделений в одном направлении, т. е. на пластинчатую форму кристаллов.

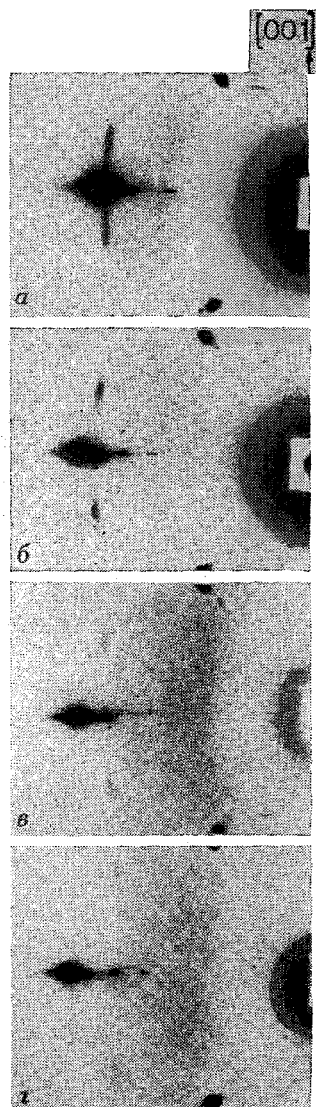


Рис. 1. Серия рентгенограмм, снятая с поворотом неподвижного кристалла вокруг [001]. Около (200) матрицы выявляются двумерные эффекты от зон Г.-П.1. Излучение Mo. $a - \theta_{(200)} = 10^\circ 30'$, $b - \theta_{(200)} = 11^\circ$, $c - \theta_{(200)} = 11^\circ 30'$, $d - \theta_{(200)} = 12^\circ$

После 12 суток старения при 130°C двумерный эффект в виде креста около первичного луча не изменил своих размеров, но стал более интенсивным и, следовательно, поперечные размеры зон не изменились и равны 100 \AA , но количество зон увеличилось. Толщина зон после 12 суток старения определялась как и после двух суток по длине диффузных штрихов около максимума (200) при повороте кристалла на $30'$ в пределах 2° от положения, при котором отражение от (200) получается за счет характеристического излучения Mo. Оказалось, что не только поперечные размеры, но и толщина зон не меняется при увели-

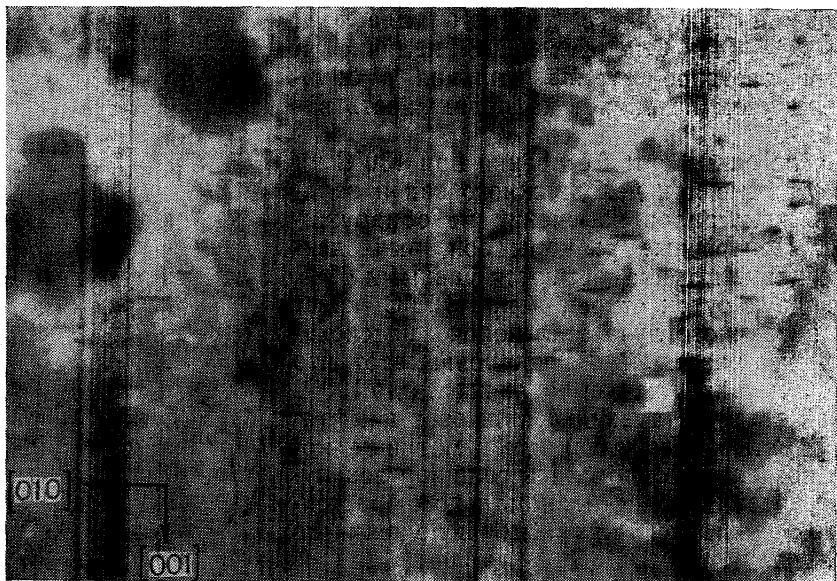


Рис. 2. Электронная микрофотография сплава после 20 суток старения при 130°C . Плоскость фольги параллельна (100) матрицы. Контраст от упруго-искаженной матрицы около когерентных выделений θ' -фазы отмечен стрелками; $\times 90\,000$

чения времени старения при 130°C от 2 до 12 суток и остается равной $7\text{--}8\text{ \AA}$. На этой стадии старения дифракционные максимумы θ' около узлов матрицы при ориентировке кристалла осью $[100]$ по лучу стали значительно интенсивней, количество кристаллов θ' -фазы больше.

При увеличении времени старения при 130°C от 2 до 20 суток двумерные эффекты около первичного луча и около максимума (200) не изменились, т. е. размеры зон Г.-П.1 остались такими же, как после старения 12 суток $100\text{ \AA} \times 100\text{ \AA} \times 8\text{ \AA}$. Интенсивность дифракционных эффектов продолжает расти, т. е. число зон увеличивается. Дифракционные эффекты θ' -фазы становятся интенсивнее, но вытянутость их, указывающая на пластинчатый характер выделений θ' -фазы, сохраняется (рис. 2). Электронномикроскопическое исследование фольг сплава после 20 суток старения при 130°C подтверждает данные рентгеновского анализа о пластинчатой форме выделений θ' -фазы. Средний размер пластин, как показывает рис. 3, равен $500 \times 500 \times 50\text{ \AA}$. На рис. 3 в некоторых местах виден контраст от упруго-искаженной матрицы около когерентных выделений θ' -фазы.

Таким образом, при увеличении времени старения при 130°C от одних до 12 суток в твердом растворе имеются только пластинчатые

зоны Г.-П.1, поперечный размер которых увеличивается с увеличением времени отпуска от 2 до 12 и 20 суток. Когда в твердом растворе появляются пластинчатые выделения θ' -фазы. Число зон увеличивается, но средние размеры зон остаются без изменений.

После 40 суток старения при 130°C геометрия двумерных эффектов, обусловленных зонами Г.-П., не меняется. Максимумы θ' -фазы становятся более четкими и интенсивными. Однако даже после 40 суток старения максимумы θ' -фазы имеют вытянутую форму, т. е. пластинчатая форма выделения сохраняется. Особенно отчетливо это видно на рентгенограмме колебания.

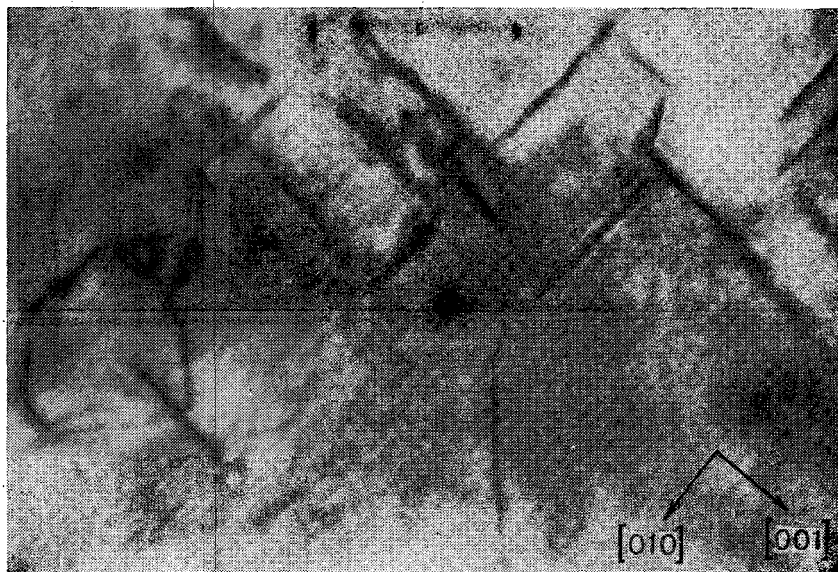


Рис. 3. Электронная микрофотография сплава после 5 час старения при 218°C . Плоскость фольги совпадает с (100) матрицы; $\times 60\,000$

Тем не менее благодаря увеличению размеров пластин вытянутость дифракционных максимумов θ' -фазы стала меньше, и на зоне [100] матрицы между максимумами матрицы стали видны отдельные, хотя все еще вытянутые максимумы θ' -фазы. После 2-х, 12 и даже 20 суток старения при 130°C максимумы θ' -фазы, располагающиеся по зоне [100], имели настолько вытянутую форму, что, сливаясь, они образовывали на зоне [100] сплошной эллипс — подобие эффектов линейной дифракции.

Старение при 218°C . После 30 мин и 1 час старения при 218°C на рентгенограмме имеются только максимумы матрицы. Двумерных эффектов от зон около максимумов матрицы не обнаруживается, в то время как в сплаве Al—Cu максимумы θ' -фазы видны на рентгенограммах уже через 20 мин отпуска при 218°C . Следовательно, добавление 0,6 вес. % Са задерживает выделение из твердого раствора θ' -фазы.

После 5 час старения при 218°C в сплаве Al—3% Cu—0,6% Са имеются выделения θ' -фазы пластинчатой формы, что убедительно показывает электронная микрофотография (см. рис. 3). Средние поперечные размеры пластин 3000 Å. Толщину пластин по электронной микрофотографии (рис. 3) определить трудно, так как плоскость фольги не



Рис. 4. Электронная микрофотография сплава после 5 час старения при 218° С. Плоскость фольги параллельна (110) матрицы; $\times 60\ 000$



Рис. 5. Электронная микрофотография сплава после 1 суток старения при 218° С. Плоскость фольги совпадает с (112) матрицы. Увеличение 60 000

точно совпадала с плоскостью (100) и на фотографии видны двойные линии как результат пересечения пластинкой верхней и нижней поверхности фольги. По другой электронной микрофотографии (рис. 4), где плоскость фольги была параллельна (110), толщина пластин θ' -фазы равна 150 Å. На фотографии рис. 4 пластины θ' -фазы, расположенные параллельно другой плоскости типа (100), выявляются только благодаря контрасту на смещенных участках решетки матрицы, прилегающей к этим пластинкам.

Электронномикроскопическое исследование показало, что θ' -фаза выделяется неравномерно по объему, а в некоторых участках она отсутствовала. Общее количество θ' -фазы, выделившейся после 5 час старения при 218°C, малое, поэтому на рентгенограммах неподвижного кристалла максимумы θ' -фазы не обнаруживаются.

После 10 час старения при 218°C на лауэграмме кристалла, ориентированного направлением [100] по лучу, видны дифракционные максимумы {331} θ' -фазы слабой интенсивности оксидов отражений {113} матрицы. По электронным фотографиям размер пластин θ' -фазы равен 3500 Å × 150 Å.

После одних суток старения при 218°C были обнаружены трехмерные кристаллы θ' -фазы по максимумам на рентгенограммах неподвижного кристалла, на рентгенограммах колебаний и на дебаеграммах. При этом на дебаеграмме были видны четыре линии θ' -фазы. Линии θ' -фазы в отличие от пунктирных линий α твердого раствора являются сплошными благодаря трем ориентировкам θ' -фазы по отношению к твердому раствору. По электронной микрофотографии размер пластин θ' -фазы равен 4500 Å × 150 Å. На микрофотографии рис. 5 плоскость фольги параллельна плоскости (112). В этом случае пластинки θ' -фазы, параллельные плоскости (100) матрицы, будут пересекать плоскость (112) по направлениям [110] и [120]. При такой геометрии пластинки θ' -фазы слабо отражают и вместо самих пластин виден контраст от искаженной около выделений решетки матрицы.

ЛИТЕРАТУРА

1. Харди Г. К., Хилл Т. Дж. «Успехи физики металлов», 11, 285, 1958.
2. Томас Г. Электронная микроскопия металлов. М., ИЛ, 1963.
3. Захарова М. И., Гуманян Ю. А. «Кристаллография», 10, 181, 1965.
4. Thomas G., Whelan M. Phil. Mag., 6, 69, 1103, 1964.

Поступила в редакцию
10. 4 1967 г.

Кафедра
физики твердого тела