

На правах рукописи

КОГТЕНКОВА Ольга Александровна

**ЗЕРНОГРАНИЧНЫЕ ЯВЛЕНИЯ СМАЧИВАНИЯ И ОГРАНЕНИЯ
В АЛЮМИНИИ И ЕГО СПЛАВАХ**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

ЧЕРНОГОЛОВКА 2009

Работа выполнена в Учреждении Российской академии наук
Институте физики твердого тела РАН

Научный руководитель: доктор физико-математических наук, профессор
Страумал Борис Борисович

Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук, профессор
Глезер Александр Маркович

кандидат физико-математических наук
Хандогина Елена Николаевна

Ведущая организация: Институт металлургии и материаловедения РАН
им. А.А. Байкова, г. Москва

Защита состоится « » июня 2009 г. в 10.00 на заседании диссертационного
совета Д 002.100.01 при Учреждении Российской академии наук Институт
физики твердого тела РАН по адресу: 142432, г. Черноголовка, Московская
обл., ул. Институтская, 2, ИФТТ РАН.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ИФТТ РАН.

Автореферат разослан « » мая 2009 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета

доктор физико-математических наук

В.Н. Зверев

© О.А. Когтенкова, 2009

© Институт физики твердого тела РАН, 2009

© Институт проблем химической физики РАН, 2009

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы

Большинство металлов и сплавов, применяемых в технике, имеют поликристаллическую структуру. Свойства поликристаллических материалов зависят от поведения и параметров внутренних границ раздела (границ зерен и межфазных границ). Поэтому изучение процессов, происходящих на границах раздела в поликристаллах, привлекает к себе внимание исследователей.

Сравнительно недавно были обнаружены так называемые фазовые переходы на границах зерен (ГЗ) и начато их подробное исследование. К таким переходам можно отнести фазовый переход смачивания, происходящий в двух-, трех- и многокомпонентных системах. В однокомпонентных системах могут также происходить зернограничные фазовые переходы, например, фазовый переход “ограничение – потеря огранки” (или фасетирования), которые связаны с кристаллографическими особенностями границ зерен и межфазных границ. Структурные изменения неизбежно приводят к изменению физических свойств материалов. Например, формирование зернограничных прослоек может существенно влиять на такие свойства материала, как хрупкость, пластичность, диффузионная проницаемость, коррозионная стойкость и др.

В результате исследований зернограничных фазовых переходов на традиционных объемных фазовых диаграммах появляются новые линии, описывающие свойства поликристалла с границами раздела. Такие зернограничные линии на фазовых диаграммах необходимо принимать во внимание – особенно при исследовании свойств материалов с нанокристаллическим размером зерен, поскольку традиционные фазовые диаграммы часто не годятся для объяснения формирующейся структуры и особенностей физических свойств поликристаллов. Это связано с существованием зернограничных фазовых переходов, которые оказывают слабое влияние на свойства крупнокристаллических материалов, но критически важны для нанокристаллических, где объемная доля ГЗ и тройных стыков (ТС) существенно возрастает. Поэтому расположение линий зернограничных фазовых переходов на объемных фазовых диаграммах, необходимо учитывать при разработке режимов термической обработки материалов с микро- и нанокристаллическим размером зерен, целенаправленно изменяя и задавая их свойства. Это позволит создавать новые материалы, соответствующие требованиям современных технологий.

Цели работы

Целью работы было исследовать зернограничные явления в модельных сплавах на основе алюминия, а именно:

- Определить область температур (T_{wmin} , T_{wmax}), в которой происходит переход от неполного смачивания к полному на границах зерен с разной энергией в поликристаллах систем Al–Zn, Al–Mg и Al–Zn–Mg и бикристаллах алюминия;
- Определить взаимное расположение конод смачивания для границ зерен и тройных стыков на объемных фазовых диаграммах Al–Zn и Al–Zn–Mg;
- Построить продолжения конод смачивания в однофазной области – линии зернограничного солидуса – на объемной фазовой диаграмме Al–Zn;
- Используя явление смачивания, определить влияние температуры на фазовый переход “ограничение – потеря огранки” для двойниковых границ зерен в алюминии.

Научная новизна

- Построены коноды фазового перехода смачивания в системах Al–Zn, Al–Mg и Al–Zn–Mg.
- Впервые показано, что при смачивании границ твердой фазой переход от неполного смачивания к полному в системе Al–Zn может происходить при понижении температуры.
- Впервые обнаружено, что температура полного смачивания тройных стыков существенно ниже, чем границ зерен во всех исследуемых системах.
- В однофазной области (Al) на фазовой диаграмме Al–Zn впервые построена линия зернограничного солидуса. Показано, что на границах зерен и в тройных стыках в области между линиями объемного и зернограничного солидуса согласно фазовой диаграмме существует жидкоподобная прослойка зернограничной фазы.
- Впервые экспериментально построены диаграммы Вульфа для индивидуальной границы зерен в широком интервале температур.

Научная и практическая ценность

Научная ценность результатов, представленных в диссертации, прежде всего состоит в том, что фазовые переходы, протекающие на ГЗ и, в частности, фазовые переходы смачивания и переходы “ограничение–потеря огранки”, оказывают существенное влияние на термодинамические и

кинетические свойства границ, а следовательно, и на физические свойства материала.

Построение на фазовой диаграмме линий, ограничивающих область существования зернограничной фазы, позволяет в частности объяснить наблюдавшееся ранее скачкообразное увеличение пластичности ряда сплавов на основе алюминия. Обнаружение явления твердофазного смачивания ГЗ в сплавах Al–Zn позволяет предсказать в них возможные появления сверхпластичности в низкотемпературной области фазовой диаграммы.

Практическая ценность работы состоит в том, что она была выполнена на сплавах, состав которых лежит в основе широко используемых в различных областях применения материалов. Полученные результаты могут быть использованы для разработки промышленных сплавов с требуемыми свойствами.

Основные положения и результаты выносимые на защиту

- Установленный факт, что в системах Al–Zn, Al–Mg и Al–Zn–Mg существует фазовый переход смачивания ГЗ расплавом и твердой фазой.
- Установленный факт, что переход от неполного смачивания к полному может происходить, как с повышением температуры, так и с ее понижением, в зависимости от исследуемой системы.
- Установленный факт, что температура смачивания индивидуальных ГЗ в бикристаллах алюминия различна для границ с разной энергией.
- Установленный факт, что температура смачивания ТС всегда ниже температуры смачивания ГЗ в системах Al–Zn и Al–Zn–Mg.
- Установленный факт, что линия зернограничного солидуса в системе Al–Zn проходит ниже линии объемного солидуса на 10 – 15°C.
- Способ построения диаграмм Вульфа для ГЗ с помощью явления смачивания.

Публикации

По результатам диссертации опубликовано 11 работ в реферируемых научных журналах.

Апробация работы

Основные положения и результаты работы были доложены и обсуждены на следующих российских и международных конференциях:

1. Международная конференция «Границы раздела в современных материалах», Черногоровка, 2003.
2. XIV Петербургские чтения по проблемам прочности, С.-Петербург, 2003.
3. Международная конференция «Диффузия в твердых телах: прошлое, настоящее и будущее», Москва, 2005.
4. European congress on advanced materials and properties (Euromat 2005), Prague, 2005.
5. IV Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов», посвященная памяти академика Г.В. Курдюмова, Черногоровка, 2006.
6. X Российская конференция «Физика твердого тела», Томск, 2006.
7. Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов, посвященная 35-летию лаборатории ТМО МИСиС, Москва, 2006.
8. V Научно-технической конференция «Молодежь в науке», Саров, 2006.
9. III Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур, ПРОСТ-2008», Москва, 2006.
10. 5th International Conference «High temperature capillarity HTC5», Alicante, 2007.
11. XVII Петербургские чтения по проблемам прочности, С.-Петербург, 2007.
12. 12th International Conference on Intergranular and Interphase Boundaries *iib 2007*, Barcelona, 2007.
13. Международная конференция «International Symposium on Bulk Nanostructured Materials», Уфа, 2007.
14. IV Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур, ПРОСТ-2008», Москва, 2008.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 6 глав, выводов и списка литературы. Диссертация содержит 155 страниц, в том числе 91 рисунок, 6 таблиц и список литературы из 149 наименований.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обсуждаются актуальность темы диссертации, новизна и научная значимость работы. Кратко рассмотрен круг явлений, являющихся предметом исследований.

Первая глава диссертации дает краткое описание известных к настоящему времени теоретических и экспериментальных работ по изучению фазовых переходов смачивания и ограничения ГЗ в металлах [1, 2].

Вторая глава содержит подробное описание методик приготовления образцов и методов исследования, используемых при изучении фазовых переходов на ГЗ.

Для проведения экспериментов по исследованию жидкофазного смачивания на поликристаллах были приготовлены двух- и трехкомпонентные сплавы Al с различным содержанием цинка и магния из высокочистых компонентов (99.999%). Затем образцы отжигались в широком температурном интервале. Структура и фазовый состав образцов изучались методами оптической микроскопии, рентгенографии, просвечивающей электронной микроскопии и сканирующей электронной микроскопии. Фазовые переходы на ГЗ изучались также методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Для экспериментов по смачиванию на индивидуальных ГЗ и ограничению ГЗ выращивались бикристаллы алюминия методом направленной кристаллизации в полуавтоматической установке в атмосфере особоочистого аргона. Бикристаллы имели различную геометрию расположения соседних зерен: 1) симметричные двойниковые ГЗ наклона с различной энергией и 2) с конфигурацией “зерно в зерне” (рис. 1).

Образцы покрывались слоем цинка, а затем отжигались в атмосфере аргона в течение 30 минут и закаливались в воду. После этого образцы шлифовались и полировались. Величина контактного угла измерялась с помощью оптической микроскопии.

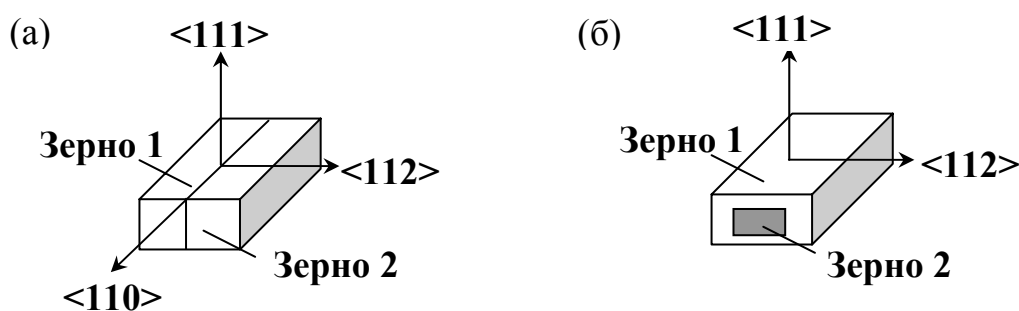


Рис. 1. Способы взаимного расположения зерен в бикристаллах:

а) с симметричной границей; б) “зерно в зерне”.

В третьей главе приводятся экспериментальные результаты о фазовых переходах смачивания в поликристаллах Al–Zn, Al–Mg и Al–Zn–Mg с различным содержанием второго и третьего компонентов и бикристаллах алюминия.

Первая часть главы посвящена поликристаллам. В качестве примера, на рис. 2 приведена температурная зависимость доли смоченных ГЗ для системы Al–Mg. Из зависимости видно, что ниже $T_{wmin} = 540^\circ\text{C}$ в поликристаллах совсем нет смоченных ГЗ. В интервале от $T_{wmin} = 540^\circ\text{C}$ и до $T_{wmax} = 610^\circ\text{C}$ доля полностью смоченных ГЗ постепенно возрастает, а выше $T_{wmax} = 610^\circ\text{C}$ все границы полностью смочены. По этим данным были построены коноды фазового перехода смачивания при $T_{wmax} = 610^\circ\text{C}$ и $T_{wmin} = 540^\circ\text{C}$ (рис. 3).

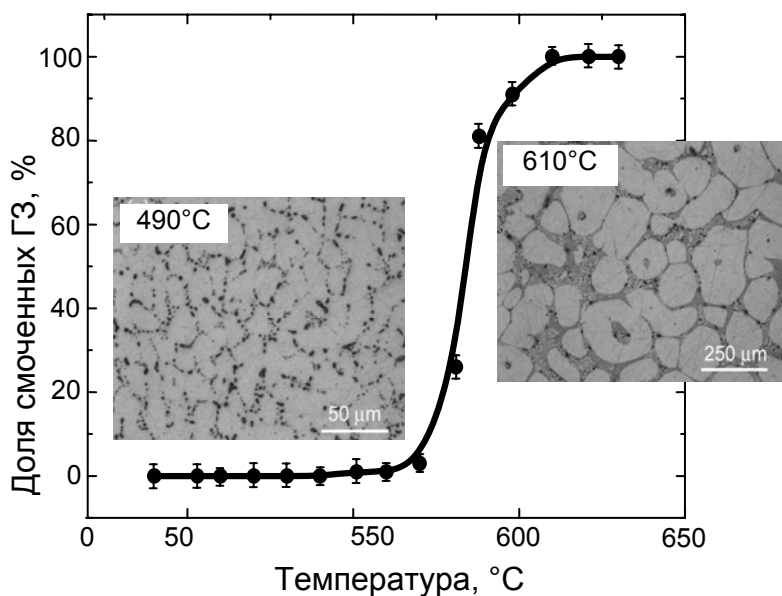


Рис. 2. Температурная зависимость доли смоченных границ в двухфазных поликристаллах Al–Mg.

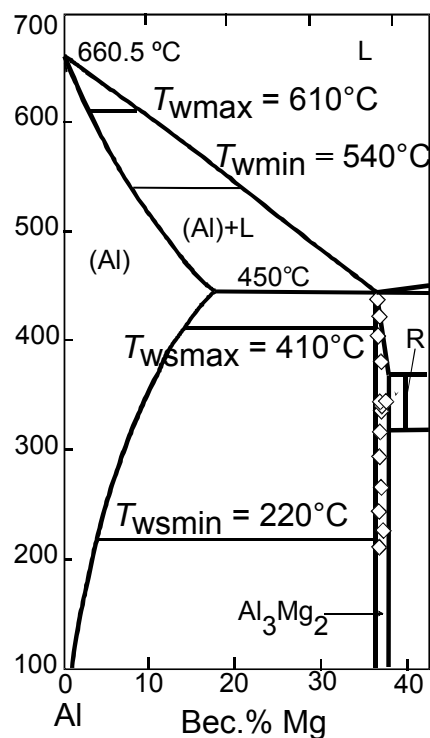


Рис. 3. Фазовая диаграмма Al–Mg с конодами фазовых переходов смачивания.

Кроме жидкофазного смачивания в системе Al–Mg также наблюдалось твердофазное смачивание. На фазовой диаграмме Al–Mg появляются новые зернограничные коноды при $T_{wsmin} = 220^\circ\text{C}$ и $T_{wsmax} = 410^\circ\text{C}$.

Подобные эксперименты проводились и для системы Al–Zn. В результате исследований были получены температуры смачивания $T_{wmax} = 565^\circ\text{C}$ и $T_{wmin} = 440^\circ\text{C}$. В системе Al–Zn так же, как и в системе Al–Mg, наблюдалось

смачивание границ зерен твердой фазой. Но если в системе Al–Mg переход от неполного смачивания границ зерен к полному происходит с повышением температуры, как и при жидкофазном смачивании, то в системе Al–Zn этот переход происходит с понижением температуры ($T_{ws0\%} = 205^\circ\text{C}$ и $T_{ws100\%} = 125^\circ\text{C}$) (рис. 4).

На рис. 5 показаны температурные зависимости максимального, минимального и среднего контактного углов между ГЗ в алюминии и частицами цинка. Температура, при которой начинается смачивание, составила 205°C . Температура окончания фазового

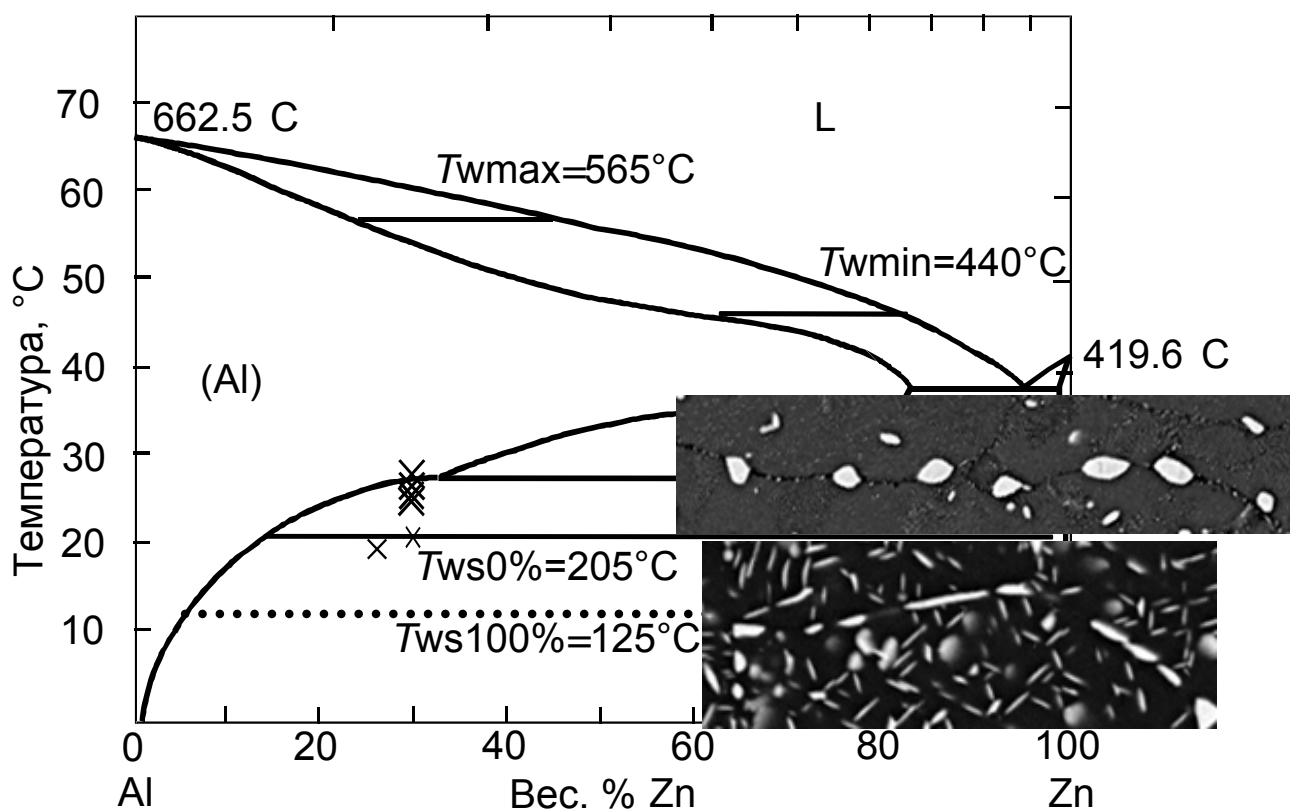


Рис. 4. Фазовая диаграмма Al–Zn с конодами фазовых переходов смачивания. Микроснимки иллюстрируют морфологию зернограничных включений Zn при 260 и 190°C . Длина каждой микрофотографии составляет примерно 100 мкм.

перехода смачивания равнялась 125°C . Эта температура получена путем экстраполяции экспериментальных данных.

Для трехкомпонентного сплава Al–Zn–Mg температуры смачивания жидкой фазой составили 470°C и 585°C , соответственно (рис. 6).

Во второй части главы описывается исследование фазовых переходов смачивания на индивидуальных ГЗ алюминия. Было выбрано 3 типа границ

наклона: (а) малоугловая ГЗ с максимальной (для малоугловых границ) энергией и углом разориентации $\phi = 15^\circ \pm 1^\circ$; (б) высокоугловая ГЗ с максимальной (для высокоугловых границ) энергией и углом разориентации $\phi = 35^\circ \pm 1^\circ$ и (в) специальная двойниковая граница с минимальной энергией и углом разориентации $\phi = 70.5^\circ \pm 1^\circ$ [3].

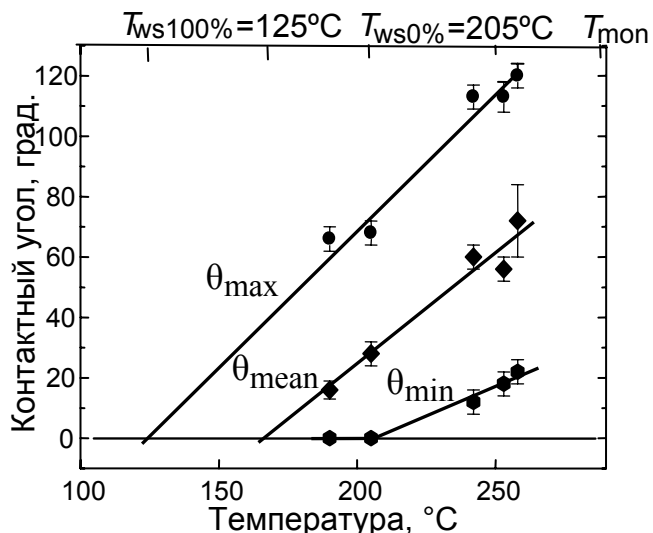


Рис. 5. Температурная зависимость контактного угла в системе Al–Zn.

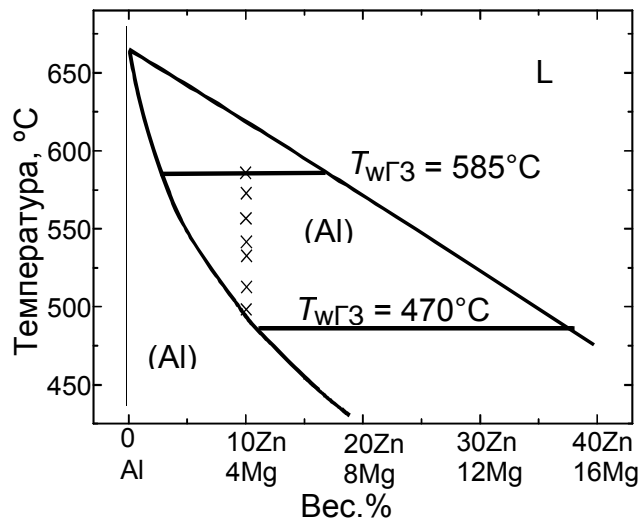


Рис. 6. Бинарное сечение фазовой диаграммы Al–10 вес.% Zn–4 вес.% Mg с конодами фазовых переходов смачивания.

По полученным данным оптической и сканирующей электронной микроскопии были построены коноды фазового перехода смачивания для исследуемых ГЗ (рис. 7). Как и ожидалось, фазовый переход смачивания на изученных границах происходит при разных температурах: $T_w(\phi = 15^\circ) = 525^\circ\text{C}$, $T_w(\phi = 35^\circ) = 530^\circ\text{C}$, $T_w(\phi = 70.5^\circ) = 555^\circ\text{C}$.

В четвертой главе приводятся данные о фазовых переходах смачивания на ГЗ и ТС в сплавах Al–30 вес.% Zn и Al–10 вес.% Zn–4 вес.% Mg. Проведен сравнительный анализ температур смачивания ТС и ГЗ. К началу данной работы смачивание ТС практически не изучалось.

Условие полного смачивания ТС несколько иное, чем для ГЗ: $\sigma_{GB} > \sqrt{3} \sigma_{SL}$. Это связано с тем, что при смачивании границы, она заменяется на две межфазные. При смачивании ТС, три границы в стыке заменяются не на

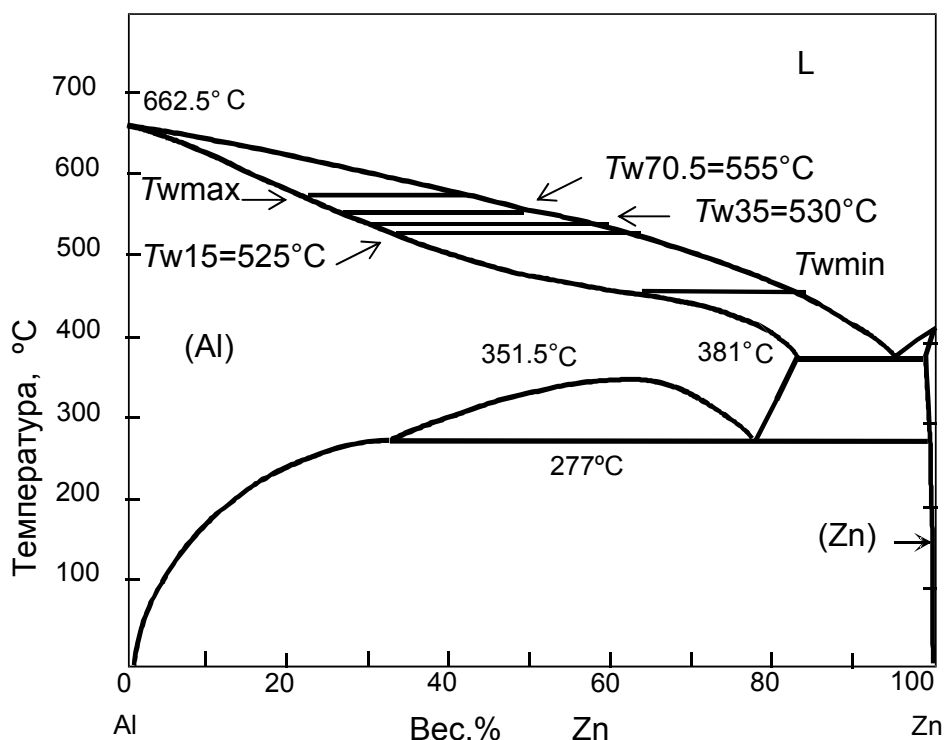


Рис. 7. Фазовая диаграмма Al–Zn с конодами фазовых переходов смачивания.

шесть межфазных границ, а на тригональную призму. Поэтому кривая энергий для стыков проходит ниже, и температура фазового перехода смачивания ТС тоже должна быть ниже (рис. 8). Для проверки этого утверждения был проведен эксперимент.

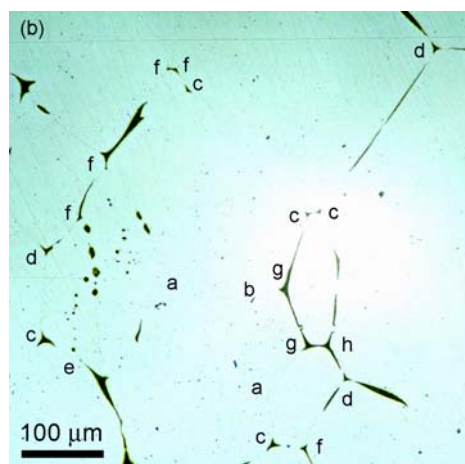
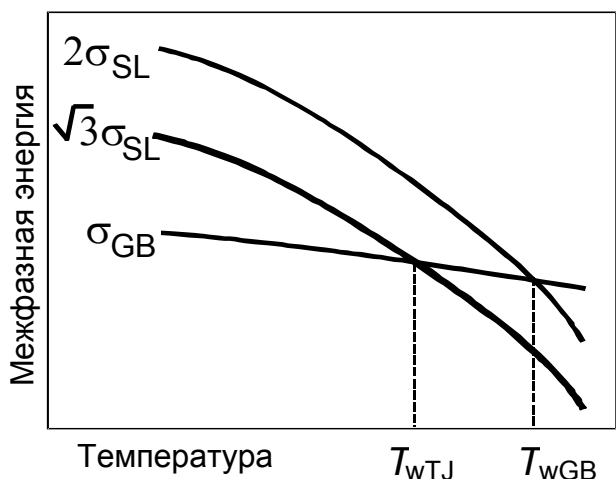


Рис. 8. Температурная зависимость для энергии ГЗ, энергии зернограничной жидкой прослойки $2\sigma_{SL}$ и энергии межфазной границы “твердое/жидкое”, окружающей жидкий треугольник в тройном стыке $\sqrt{3}\sigma_{SL}$.

Рис. 9. Микроструктура сплава Al–10 вес.% Zn–4 вес. % Mg после отжига при $T = 540^\circ\text{C}$.

На микроснимках сплава Al–10 вес.% Zn–4 вес.% Mg буквами обозначены различные конфигурации смоченных ГЗ и ТС (рис. 9), в соответствии со схемой на рис. 10. ГЗ и ТС были классифицированы на несколько классов. ГЗ рассматривалась, как полностью смоченная только тогда, когда жидкий слой покрывал ГЗ полностью (все три ГЗ на рис. 10h); если подобный слой появлялся прерывисто, то ГЗ рассматривалась, как частично смоченная (все три ГЗ на рис. 10b, 10d и 10e). Если жидкая фаза не наблюдалась на ГЗ, то она рассматривалась, как сухая (все три ГЗ на рис. 10a). То же самое и с зернограничным ТС: он рассматривался как смоченный, если «звездочка» жидкой фазы присутствовала в ТС (рис. 10c, 10d, 10f, 10g, 10h), в противном случае, он считался сухим (рис. 10a, рис. 10e). В соответствии с данной классификацией определялась доля смоченных ГЗ и ТС.

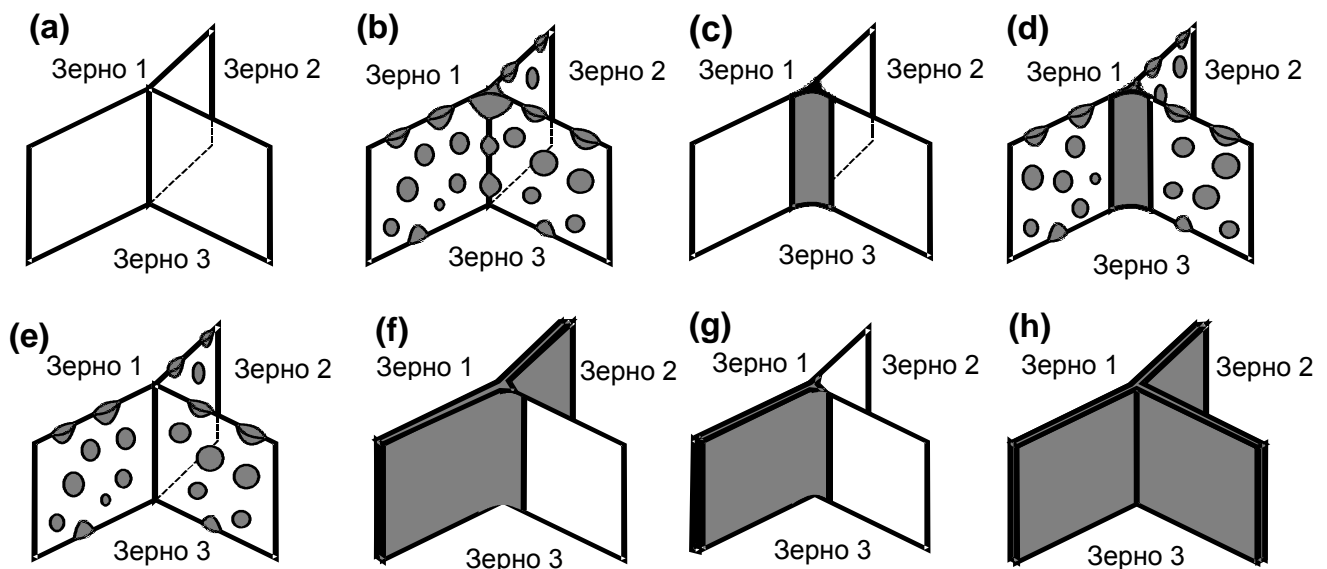


Рис. 10. Схематичное изображение полностью смоченных, частично смоченных и сухих границ зерен и тройных стыков.

По полученным данным построены температурные зависимости доли смоченных ГЗ и ТС для изучаемых сплавов в сравнении (показана сумма всех классов смоченных ГЗ и ТС, соответственно) (рис. 11 и 12).

Видно, что доля смоченных ТС всегда больше, чем ГЗ. Разница температур T_{wGB} и T_{wTJ} для сплава Al–10 вес.% Zn–4 вес. % Mg составила ($T_{wGB} - T_{wTJ}$) = 15°C, а для сплава Al–30 вес. % Zn составляет ($T_{wGB} - T_{wTJ}$) = 10°C.

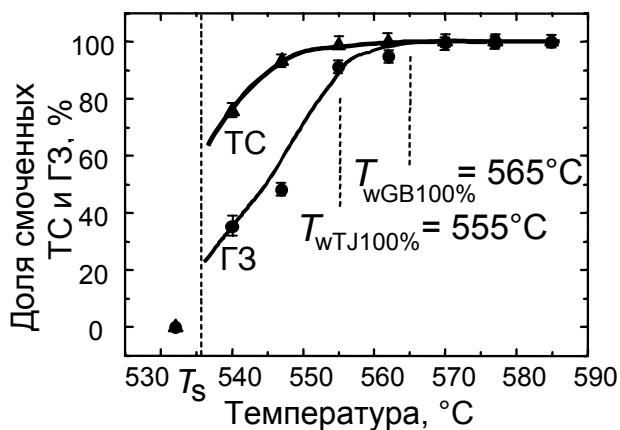


Рис. 11. Температурные зависимости доли смоченных ГЗ и ТС в системе Al–Zn.

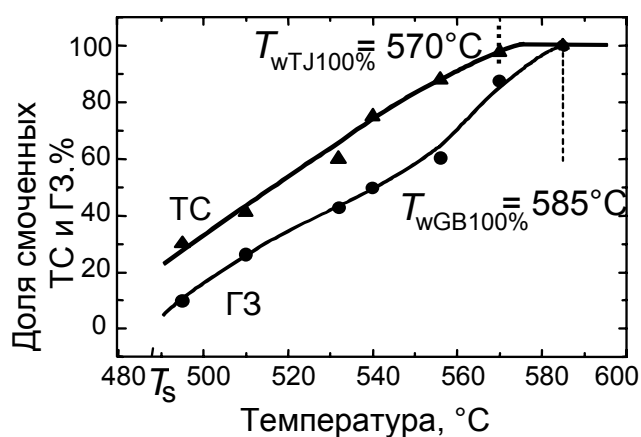


Рис. 12. Температурные зависимости доли смоченных ГЗ и ТС в системе Al–Zn–Mg.

Пятая глава посвящена построению линии зернограничного солидуса в системе Al–Zn.

Коноды зернограничного фазового перехода смачивания не могут заканчиваться в точке пересечения с линией объемного солидуса. Они имеют продолжение в однофазной области в виде линии зернограничного солидуса, и заканчиваются в точке плавления сплава. В этом случае на ГЗ между линией объемного и зернограничного солидуса ожидается появление жидкоподобной прослойки.

Появление такой жидкоподобной фазы подтверждается данными дифференциальной сканирующей калориметрии (рис. 13). Исследования проводились на образцах с различным размером зерен. Точки минимумов на кривых определяют температуру ликвидуса данного сплава. Температура солидуса определяется пересечением термической кривой с базовой линией. В нашем случае наблюдается явное наложение двух термических пиков.

Основной минимум отвечает плавлению в объеме. Его начало можно определить, проведя касательную из точки минимума до пересечения с базовой линией. Определенные таким образом температуры солидуса и ликвидуса хорошо согласуются с литературными данными. Дополнительный минимум отвечает плавлению по границам. Его начало соответствует линии зернограничного солидуса. Этот минимум выражен сильнее для мелкокристаллических образцов, т.к. по сравнению с крупнокристаллическим материалом в мелкокристаллических образцах объемная доля ГЗ и ТС существенно возрастает.

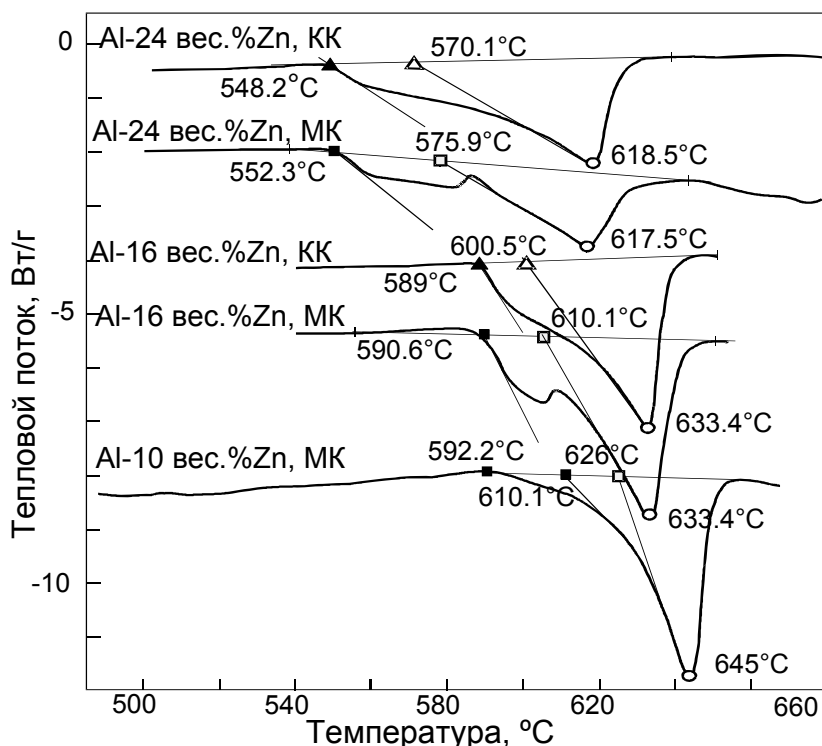


Рис. 13. Температурная зависимость теплового потока (кривые ДСК) для сплавов Al с различной весовой концентрацией Zn. О – температура ликвидуса, Δ – объемный солидус для недеформированных сплавов, \square – объемный солидус для деформированных сплавов, \blacktriangle – зернограничный солидус для недеформированных сплавов, \blacksquare – зернограничный солидус для деформированных сплавов. КК – крупнокристаллические образцы с размером зерен 20 – 50 мкм. МК – мелкокристаллические образцы с размером зерен 0.5 – 0.6 мкм.

Согласно полученным данным по калориметрии, была построена линия зернограничного солидуса для системы Al–Zn. Светлые точки хорошо согласуются с литературными данными, а черные получены впервые для зернограничного солидуса (рис. 14).

Для того чтобы понять, что происходит на ГЗ в области зернограничного солидуса, был проведен следующий эксперимент. Образцы сплава Al–10 вес.% Zn. отжигались в температурном интервале выше и ниже линии объемного солидуса.

В образцах, отожженных выше объемного солидуса (620°C) и закаленных при комнатной температуре, на ГЗ и в ТС содержатся продолговатые выделения второй фазы (рис. 15). На основе данных электронной дифракции было показано, что это выделения практически чистого Zn.

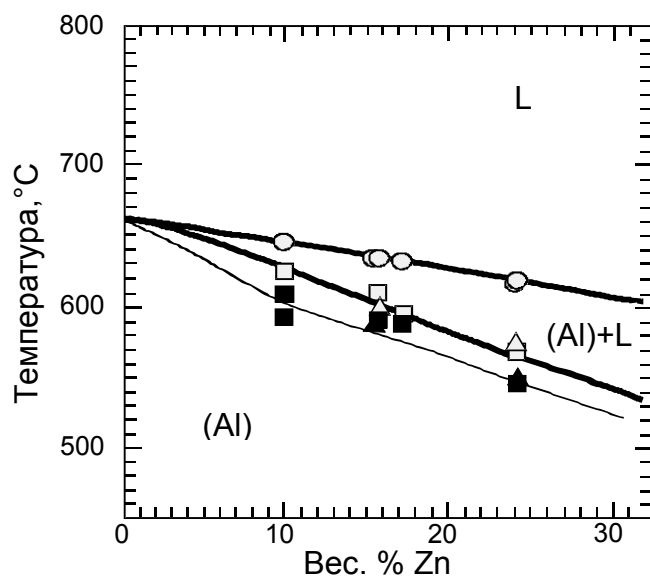


Рис. 14. Часть фазовой диаграммы Al–Zn. ○ – температура ликвидуса, △ – объемный солидус для недеформированных сплавов, □ – объемный солидус для деформированных сплавов, ▲ – зернограничный солидус для недеформированных сплавов, ■ – зернограничный солидус для деформированных сплавов.

В образцах, отожженных ниже линии объемного солидуса при $T = 605^\circ\text{C}$, в ТС после закалки наблюдалась метастабильная β_m -фаза (рис. 16). По данными электронной дифракции было определено, что она имеет структуру гексагональной плотной упаковки со следующими параметрами решетки: $a = 0.274$ нм, $c = 0.443$ нм, $c/a = 1.62$. Наблюдение β_m -фазы в структуре образцов, отожженных при $T = 605^\circ\text{C}$ с последующей закалкой, подтверждает данные, полученные методом ДСК о существовании жидкоподобной прослойки на ГЗ и в ТС в области под линией объемного солидуса фазовой диаграммы.

Ниже 600°C на ГЗ и в ТС не наблюдалось никаких выделений.

Таким образом, согласно данным калориметрии и результатам структурных исследований ГЗ, линия зернограничного солидуса на фазовой диаграмме проходит на $10\text{--}15^\circ\text{C}$ ниже линии объемного солидуса.

Фазовый переход смачивания интересен не только, как самостоятельное явление. Смачивание ГЗ может использоваться для изучения других явлений, происходящих на ГЗ, таких как ограничение ГЗ.

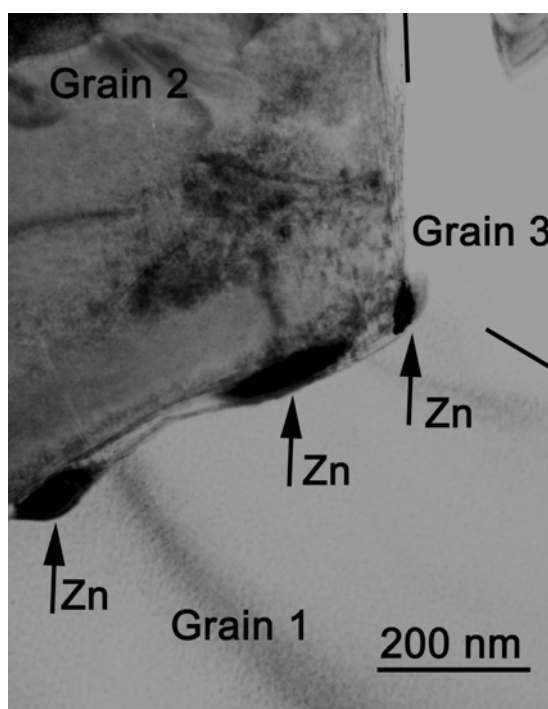


Рис. 15. Микроструктура Γ_3 в сплаве Al–10 вес.% Zn.

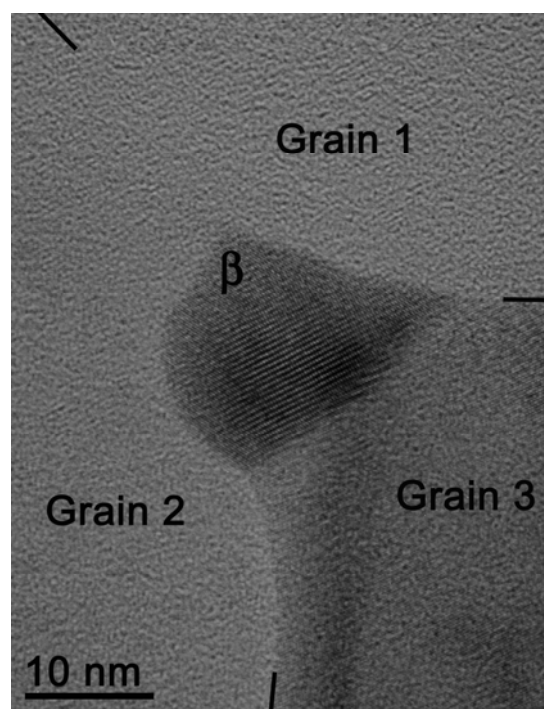


Рис. 16. Микрофотография высокого разрешения ТС (Al) в Al–10 вес.% Zn.

Шестая глава содержит результаты исследования огранки двойниковых границ зерен и измерения относительной энергии различных фасетированных участков Γ_3 по измеренной величине контактного угла границы с расплавом. Для исследования были выращены бикристаллы алюминия: с двойниковой границей Σ_3 и границей с отклонением 3° от разориентации Σ_3 (рис. 17). Если огранка внешних поверхностей определяется плотноупакованными плоскостями решетки кристалла, то огранка Γ_3 определяется решеткой совпадающих узлов (PCY). Схема проекции PCY на плоскость (110) приведена на рис. 18).

По полученным микрофотографиям Γ_3 , с помощью схемы проекции PCY, была определена геометрия фасеток. На Γ_3 Σ_3 наблюдалось три типа фасеток: (а) симметричные фасетки двойниковых границ Σ_3 $(100)\Sigma_3\text{CSL}$, (б) фасетка с углом ориентации 82° по отношению к симметричной двойниковой границе (так называемая фасетка 9R), (в) фасетки $(110)\Sigma_3\text{CSL}$. Чтобы определить относительную энергию фасетки, на бикристалл, содержащий определенную фасетку, наносился слой олова. Затем, образцы отжигались при различных температурах. После этого по контактному углу с расплавом рассчитывалась относительная энергия σ_{GB}/σ_{SL} фасетки. Далее, по полученным энергиям,

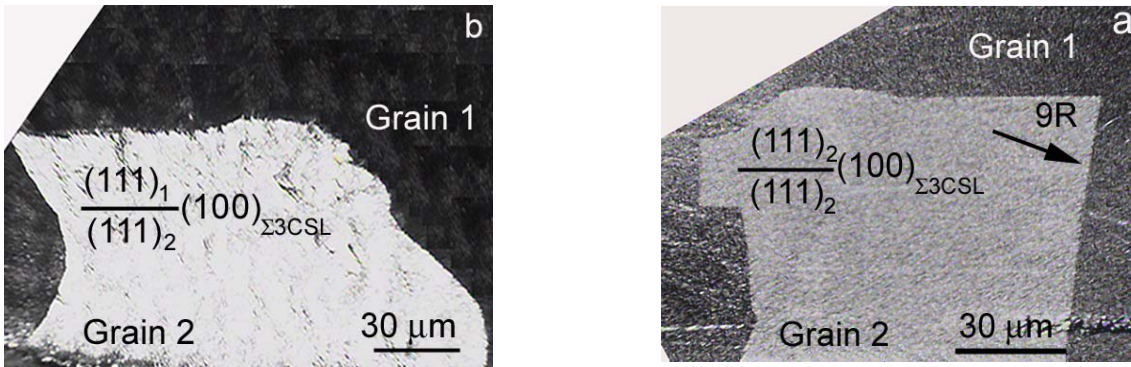


Рис. 17. Поперечное сечение бикристаллов Al, содержащих а) границу совпадения $\Sigma 3$ и б) границу с отклонением 3° от разориентации $\Sigma 3$.

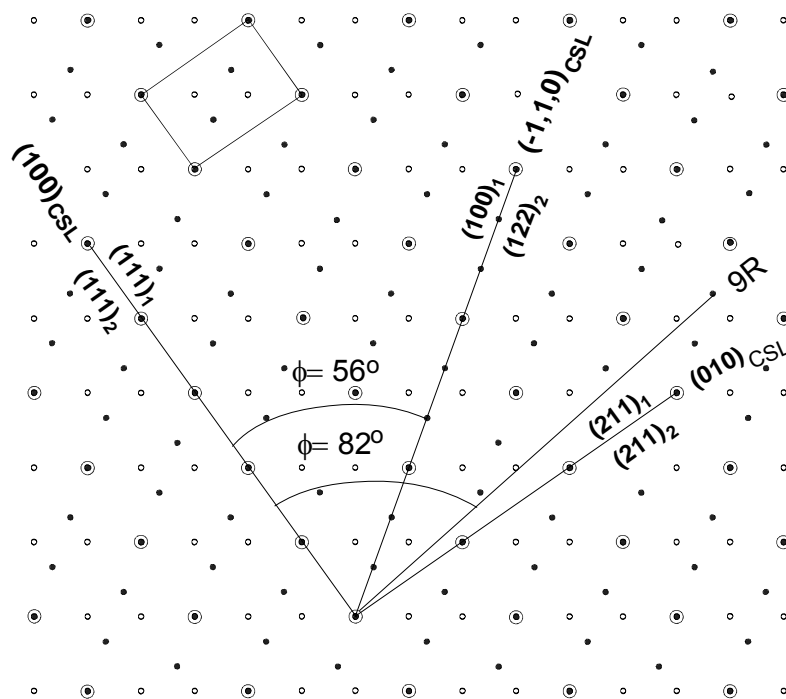


Рис. 18. Схема проекции PCU на плоскость (110).

были построены диаграммы Вульфа для обоих типов ГЗ $\Sigma 3$ при разных температурах. На рис. 19 приведены диаграммы Вульфа для ГЗ $\Sigma 3$.

Полученный многоугольник соответствует равновесной форме ГЗ для каждой температуры. В рассматриваемой ГЗ длина фасетки (110) $\Sigma 3$ CSL уменьшается с ростом температуры. Фасетка 9R наблюдается только при высоких температурах. Фасетка (100) $\Sigma 3$ CSL имеет самую низкую энергию по сравнению с другими фасетками. Аналогичная ситуация наблюдалась в меди [4].

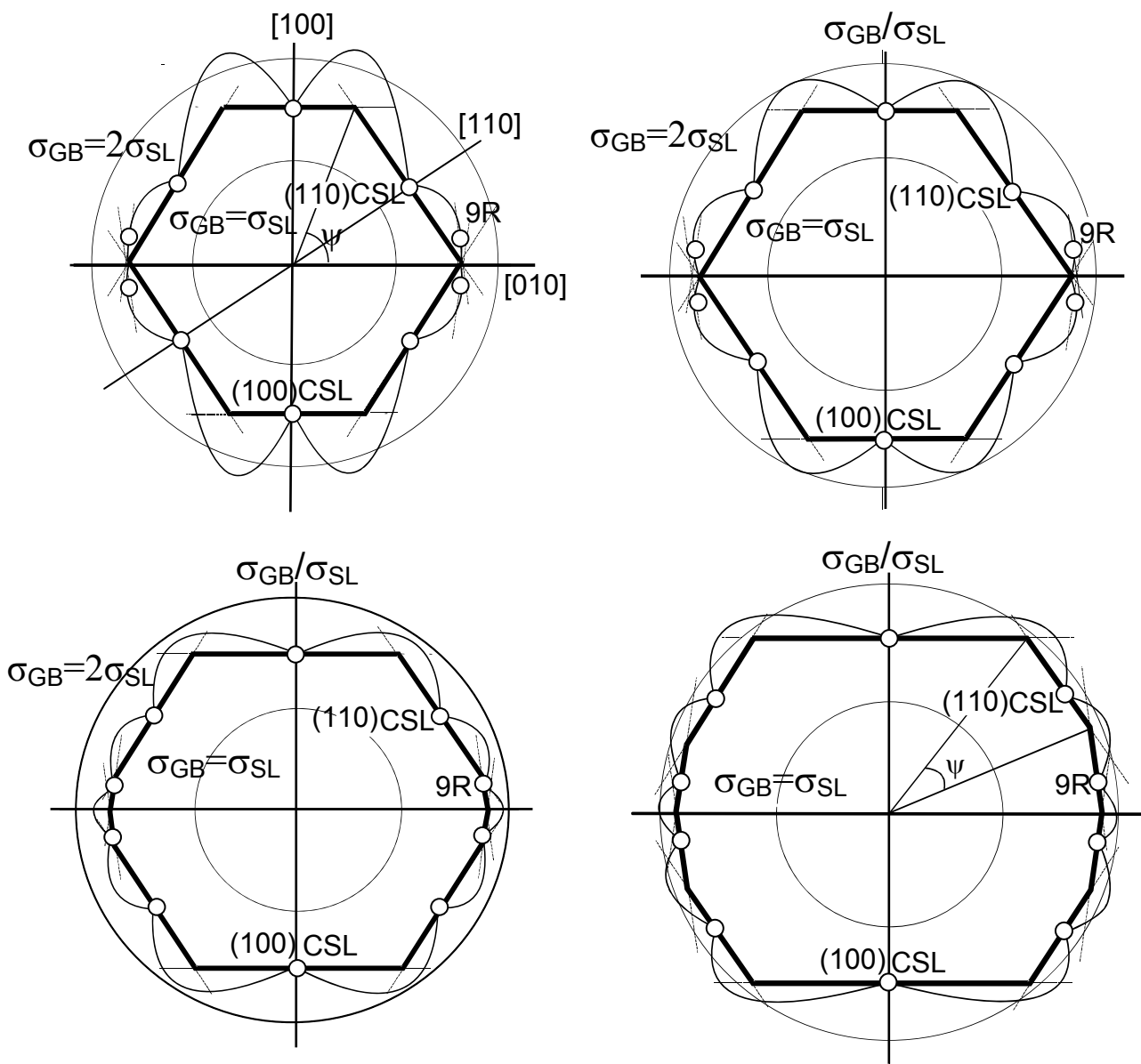


Рис. 19. Диаграммы Вульфа для точной ГЗ $\Sigma 3$ при разных температурах, (указаны абсолютная и гомологическая температуры, T_m – температура плавления): а) 723 К = 0.75 T_m ; б) 773 К = 0.83 T_m ; в) 823 К = 0.88 T_m ; г) 873 К = 0.94 T_m . Толстые сплошные линии соответствуют равновесной форме границы зерен.

Из диаграммы Вульфа для границы с отклонением видно, что граница частично фасетирована и частично скруглена (рис. 20). Здесь мы наблюдали только фасетки (100) $\Sigma 3$ CSL, которые образуют гладкие кромки с ГЗ. На основании этих данных была построена зависимость углового интервала от температуры (рис. 21). Здесь ψ – это угол, под которым фасетка видна из центра координат. Из схемы видно, что, например, фасетка 9R с понижением

температуры исчезает. На ГЗ $\Sigma 3$ в молибдене тоже наблюдается только фасетка $(100)\Sigma 3\text{CSL}$, а остальная часть ГЗ была скруглена. Это объясняется еще более высокой, чем у меди, энергией дефекта упаковки.

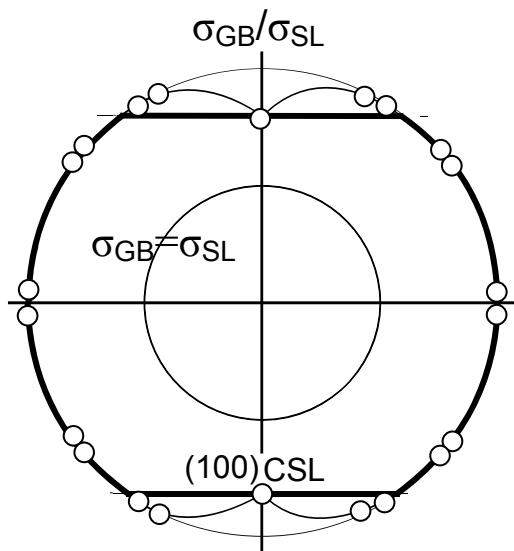


Рис. 20. Диаграмма Вульфа для границы зерен с отклонением $\Sigma 3$ при температуре 873 К.

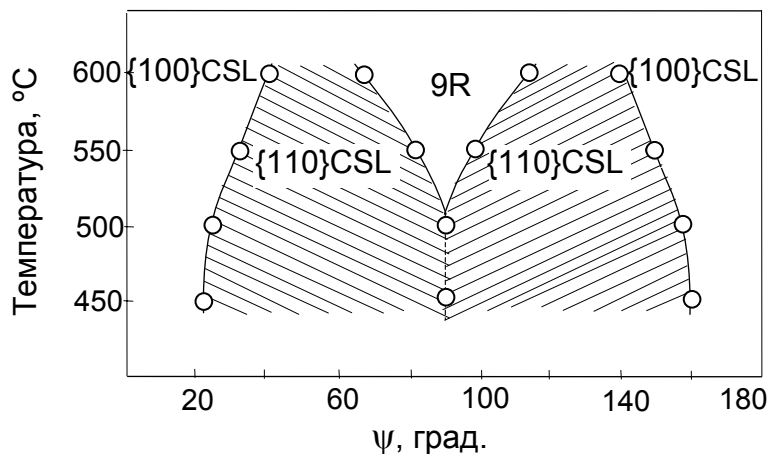


Рис. 21. Схематический вид углового интервала ψ .

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

- Определены максимальная и минимальная температуры смачивания ГЗ жидкой фазой в системах Al–Zn, Al–Mg и Al–Zn–Mg. Определены максимальная и минимальная температуры смачивания ГЗ твердой фазой в системах Al–Zn и Al–Mg.
- Впервые показано, что при смачивании границ твердой фазой переход от неполного смачивания к полному в системе Al–Zn может происходить при понижении температуры.
- Определено геометрическое условие полного смачивания для зернограницных ТС $\sigma_{GB} > \sqrt{3} \sigma_{SL}$ (для границ зерен $\sigma_{GB} > 2 \sigma_{SL}$). Это означает, что температура фазового перехода смачивания для ТС (T_{wTJ}) ниже, чем для ГЗ (T_{wGB}).
- Определена температура фазового перехода смачивания ТС в зависимости от состава сплава; разница $T_{wGB} - T_{wTJ} = 10^\circ\text{C}$ для сплава Al–30 вес.% Zn и 15°C для сплава Al–10 вес.% Zn–4 вес.% Mg.

- В однофазной области (Al) на фазовой диаграмме Al–Zn впервые построена линия зернограничного солидуса. На ГЗ и в ТС в области между линиями объемного и зернограничного солидуса существует жидкоподобная прослойка.
- При достижении температуры фазового перехода фасетирования двойниковая граница $\Sigma 3 \langle 110 \rangle$ полностью распадается на фасетки. Фасетки $(100)\Sigma 3\text{CSL}$, $(110)\Sigma 3\text{CSL}$ и фасетка $82^\circ 9R$ (не принадлежащая РСУ) образуют острые кромки. При отклонении от разориентации совпадения происходит частичная потеря огранки.
- На диаграммах Вульфа показано, что для точной ГЗ $\Sigma 3$ фасетки $(100)\Sigma 3\text{CSL}$, $(110)\Sigma 3\text{CSL}$ и $9R$ устойчивы вплоть до температуры плавления. При отклонении от специальной разориентации фасетки $(110)\Sigma 3\text{CSL}$ и $9R$ не наблюдаются для данной кристаллографии. Устойчивой является фасетка $(100)\Sigma 3\text{CSL}$.

Список литературы:

- [1] Cahn J.W. // J. Chem. Phys. – 1977. - V. 66. - P. 3667-3679.
 [2] Андреев А.Ф. // ЖЭТФ. – 1981. - Т. 80. - № 5. - С. 2042-2052.
 [3] Hasson G. and Goux C. // Scripta Met. – 1971. - V. 5. - P. 889.
 [4] Straumal B., Polyakov S., Mittemeijer E. // Acta Mater. – 2006. - V. 54 - P. 167.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Straumal B., Semenov V., Kogtenkova O., Watanabe T. Pokrovsky-Talapov critical behavior and rough-to-rough ridges of the Sigma-3 coincidence tilt boundary in Mo. // Phys. Rev. Lett. – 2004 - V. 192. - P. 196101.
2. Straumal B., Baretzky B., Mazilkin A., Phillipp F., Kogtenkova O., Volkov M., Valiev R. Formation of nanograined structure and decomposition of supersaturated solid solution during high pressure torsion of Al–Zn and Al–Mg. // Acta. Mater. – 2004. - V. 52. - P. 4469-4478.
3. Kogtenkova O., Straumal B., Protasova S., Tsurekawa S., Watanabe T. The influence of misorientation deviation on the faceting of Sigma-3 grain boundaries in aluminium. Zt. Metallkd. – 2005. - V. 96. - P. 216-219.

4. Kogtenkova O., Straumal B., Protasova S., Zięba P.. The temperature influence on the faceting of Sigma-3 grain boundaries in aluminium. // *Def. Diff. Forum.* – 2005. - V. 237–240. - P. 603-608.
5. Когтенкова О.А., Протасова С.Г., Страумал Б.Б., Лопес Г. Влияние зернограницных фазовых переходов смачивания в системах Al–Mg и Al–Zn на высокоскоростную сверхпластичность. // *Известия РАН. Серия физическая.* – 2005. - V. 69. - P. 1324-1328.
6. Straumal B., Mazilkin A., Kogtenkova O., Protasova S., Baretzky B. Grain boundary phase observed in Al –5 at.% Zn alloy by using HREM. // *Phil. Mag. Lett.* – 2007. - V. 87. - P. 423-430.
7. Мазилкин А.А., Страумал Б.Б., Протасова С.Г., Когтенкова О.А., Валиев Р.З. Структурные изменения в алюминиевых сплавах при интенсивной пластической деформации. // *ФТТ.* – 2007. - V. 49. - P. 824-829.
8. Protasova S., Kogtenkova O., Straumal B. Faceting of individual $\Sigma 3$ grain boundaries in Al. // *Mater. Sci. Forum.* – 2007. - V. 558-559. - P. 949-954.
9. Straumal B., Kogtenkova O., Zieba P. Wetting transition of grain-boundary triple junctions. // *Acta. Mater.* – 2008. - V. 56. - P. 925-933.
10. Straumal B., Gornakova A., Kogtenkova O., Protasova S., Sursaeva V., Baretzky B. Continuous and Discontinuous Grain Boundary Wetting in the $Zn_xAl_{(1-x)}$. // *Phys. Rev. B* – 2008. - V. 78. - P. 054202.
11. Straumal B., Valiev R., Kogtenkova O., Zieba P., Czeppe T., Bielanska E, Faryna M. Thermal evolution and grain boundary phase transformations in severe deformed nanograined Al–Zn alloys. // *Acta. Mater.* – 2008. - V. 56. - P. 6123-6131.