

УДК 620.186.82: 620.186.84

## МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКОЙ ОРИЕНТАЦИИ ЗЕРЕН АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА АД1 В ПОЛЯРИЗОВАННОМ СВЕТЕ

**Воронин С.В. \*, Чаплыгин К.К. \*\***

*Самарский национальный исследовательский университет им. академика С.П. Королева,  
Московское шоссе, 34, Самара, 443086, Россия*

*\* e-mail: voronin@ssau.ru*

*\*\* e-mail: chapkostya96@mail.ru*

---

Описана разработанная методика определения кристаллографической ориентации отдельных зерен алюминиевых сплавов в поляризованном свете. Апробация данной методики произведена на алюминиевом сплаве АД1. Методом сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) на приборе «НаноСкан-3D» подтверждена зависимость между модулем упругости и кристаллографической ориентацией. Получена интерференционная картина структуры сплава АД1 в поляризованном свете после электролитического травления. Выявлена зависимость между цветом зерна на полученной интерференционной картине и его модулем упругости, определенным методом СЗМ, что позволило установить зависимость между цветом зерна и его кристаллографической ориентацией.

*Ключевые слова:* алюминий, кристаллографическая ориентация, поляризованный свет, СЗМ, электролитическое травление.

---

### Введение

Алюминиевые сплавы широко применяются как в авиастроении, так и в ракетостроении [1]. Достаточное количество элементов конструкции ракетно-космической техники изготавливается методами обработки металлов давлением.

Анизотропия механических свойств является важным фактором, который необходимо учитывать при обработке материалов, так как это влияет на параметры технологических процессов, а также на возникновение различных дефектов [2, 3]. Учитывать анизотропию необходимо не только для процессов обработки алюминиевых сплавов, но и для многих других [4–8]. Анизотропия зависит от пре-

обладающей кристаллографической ориентации зерен материала, т.е. от его степени текстурированности, в отличие от квазиизотропной структуры литых металлов и сплавов [9–11].

Для выявления текстуры материала, а также дальнейшего определения её влияния на технологические процессы используют различные методы. Среди наиболее часто применяемых выделяют: фотографические рентгеновские методы, определение ориентации зерен с помощью фигур травления, метод дифракции отраженных электронов, ионизационные методы, магнитный текстурный анализ [12]. В данной работе для определения кристаллографи-

ческой ориентации отдельных зерен предлагаются методы сканирующей зондовой микроскопии.

В металлографии для выявления структуры некоторых материалов применяются методы исследования поверхности в поляризованном свете [13, 14]. При освещении поверхности материала поляризованным светом наблюдается интерференционная картина, получаемая двумя лучами, один из которых отражается от оксидной пленки на поверхности металла, а второй, проходя сквозь оксидную пленку, — непосредственно от самой поверхности металла. В результате этого образуется разность хода данных лучей, и в поле зрения микроскопа наблюдается изменение цвета поверхности [15—18]. Толщина пленки, образующейся на поверхности материала, зависит от способа и режимов травления, а также от ориентации кристаллической решетки зерна.

В работах П.Г. Микляева и Я.Б. Фридмана [19], а позднее — И.Х. Бадамшина [20] определены значения модулей упругости монокристаллов различных металлов в зависимости от их кристаллографического направления.

В результате вышесказанного появилась возможность, используя зависимость между модулем упругости и кристаллографической ориентацией зерна, а также, связав эту зависимость с цветом зерна в поляризованном свете, определять ориентацию зерна только с помощью поляризационного микроскопа. Поэтому цель данной работы — разработка и апробация методики определения кристаллографической ориентации зерен алюминиевого сплава АД1 в поляризованном свете.

### Получение интерференционной картины поверхности образца алюминиевого сплава АД1

Объектом исследования были образцы алюминиевого сплава АД1. Этот технический алюминиевый сплав был выбран для исключения возможности измерения модуля упругости вторичных фаз. Образец вырезался из отожженной прессованной трубы, далее шлифовался на грубой наждачной бумаге, после чего проводилась полировка на фетровом круге до получения зеркальной поверхности. После механической полировки образец подвергался электролитическому травлению в растворе электролита до получения ярко выраженной интерференционной картины.

Электролитическое травление производилось в 40%-ной плавиковой кислоте, борной кислоте и дистиллированной воде при силе тока 1,7—1,9 А, напряжении 100—110 В. Травление производилось с интервалом в 30 с. Изображения поверхности об-

разца на каждом временном интервале травления фиксировали с помощью поляризационного микроскопа и цифровой цветной камеры (рис. 1).

В результате проведенного эксперимента было установлено, что режимы электролитического травления и состав электролита непосредственно влияют на получаемую интерференционную картину.

Анализ изображений поверхности образцов показал, что наиболее ярко выраженная интерференционная картина наблюдается при времени травления, равном 2 мин (рис. 1, д). При дальнейшем травлении границы зерен размываются и становятся нечеткими, а на зернах появляются блики переходящих цветов. При времени травления менее 2 мин границы зерен в виде «темных ниток» не проявляются и не формируется четкая интерференционная картина (рис. 1, б-з).

При наблюдении поверхности образца в поляризованном свете можно выделить три цвета: синий, желтый и бледно-оранжевый.

Изображение поверхности образца фиксировалось спустя месяц после травления (рис. 2). За это время цвета потеряли контрастность, синие зерна стали бирюзовыми.

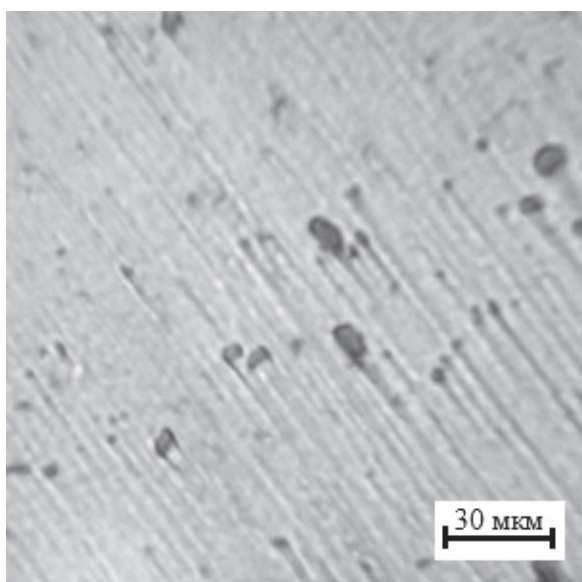
### Определение модуля упругости отдельных зерен методом СЗМ

После выявления границ зерен и получения четкой интерференционной картины с помощью электролитического травления необходимо было измерить модуль упругости отдельных зерен. Измерение модуля упругости осуществлялось сканирующим зондовым наноиндентором «НаноСкан-3D».

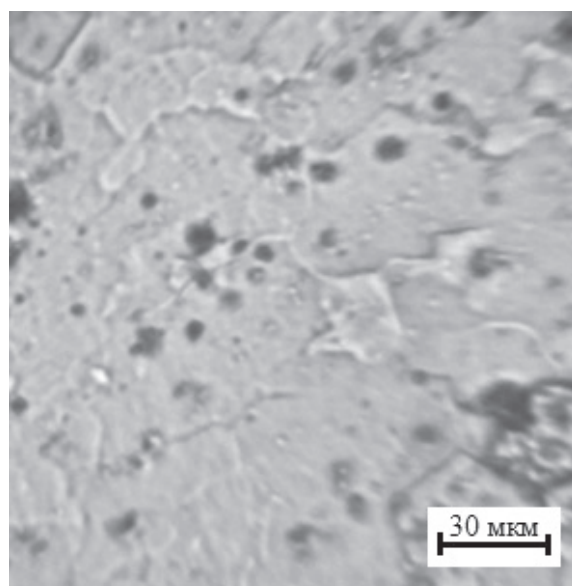
Образец помещался на предметный столик данного прибора. С помощью оптического блока прибора выбирался исследуемый участок. Координаты положения столика фиксировались.

Далее образец перемещался под индентор. Сканирование участка размером 128 × 128 мкм осуществлялось со скоростью 30 мкм/с. В процессе сканирования с датчика перемещения индентора регистрировался и обрабатывался сигнал, в результате чего была получена карта профиля поверхности ( $Z_{opt}$ ), представленная на рис. 3, где показаны области отдельных зерен. Для дальнейшего обнаружения данного участка с помощью поляризационного микроскопа на исследуемом участке методом склерометрии наносилась царапина.

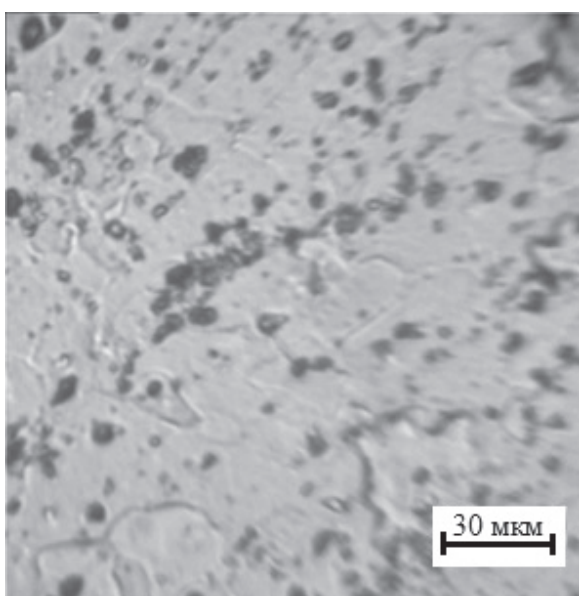
Методом снятия кривых подвода к поверхности образца для каждого зерна на исследуемом участке определялся модуль упругости. В зависимости от размеров зерна осуществлялось от шести до девяти подводов. Далее из серии подводов для каж-



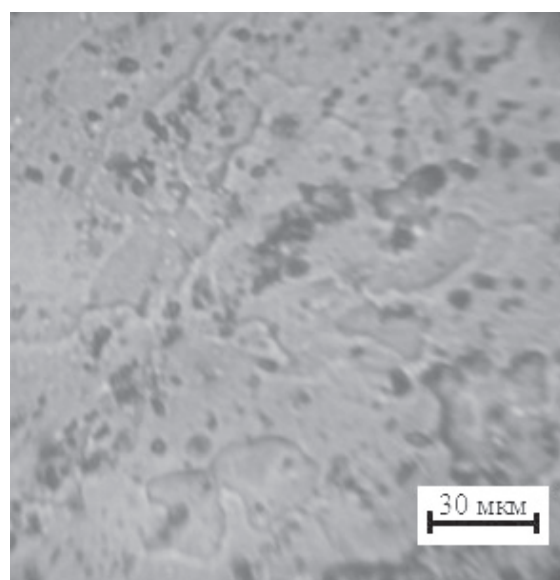
а)



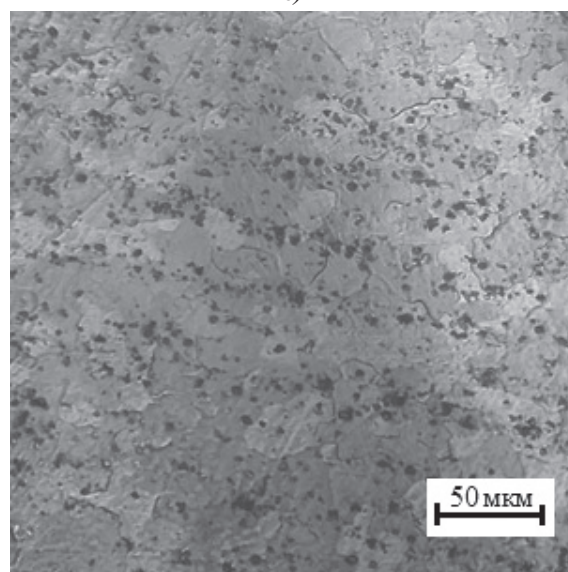
б)



в)



г)



д)

Рис. 1. Поверхность образца алюминиевого сплава АД1: до травления (а), 30 сек травления (б), 60 сек травления (в), 90 сек травления (г), 120 сек травления (д)

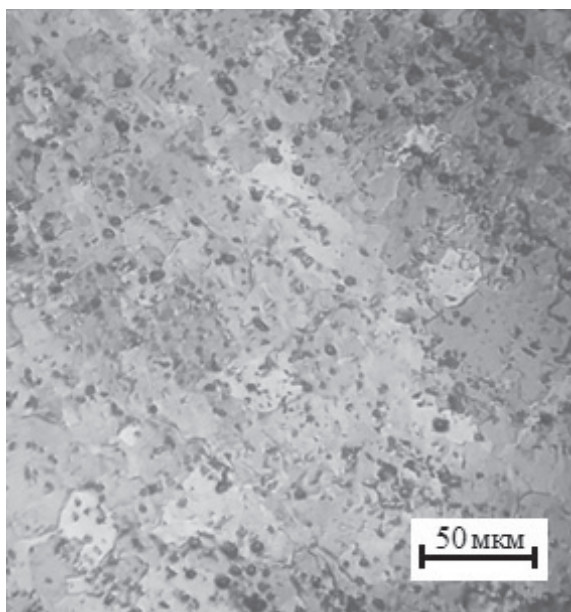


Рис. 2. Интерференционная картина поверхности образца спустя месяц после электролитического травления

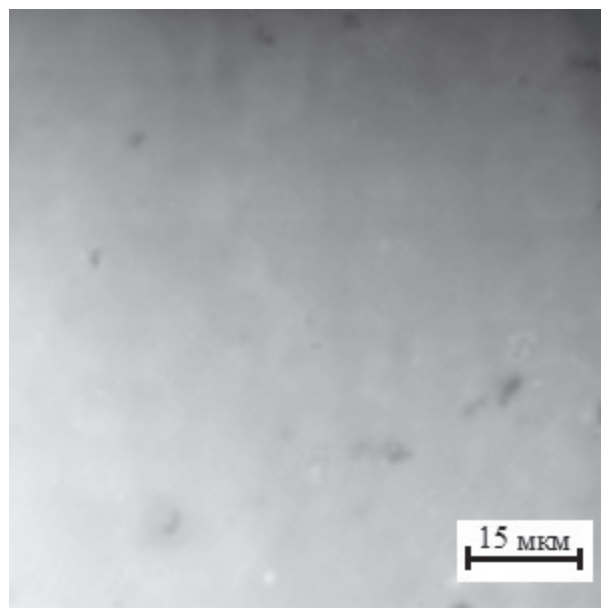


Рис. 3. Карта профиля поверхности  $Z_{opt}$  при силовом сканировании поверхности сплава АД1

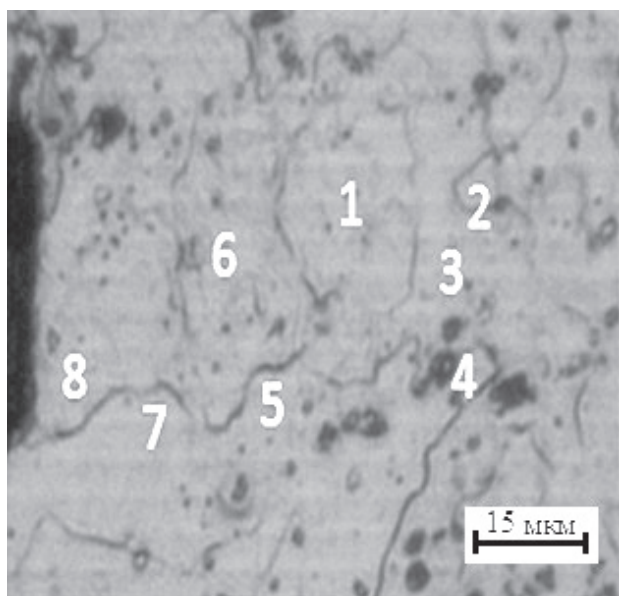
дого зерна рассчитывалось среднее арифметическое значение модуля упругости.

После индентирования образец переносился под поляризационный микроскоп. Путем нахождения маркера в виде царапины, сделанной ранее с помощью индентора, был обнаружен сканированный участок. Из исследуемой интерференционной картины определялся цвет индентированных зерен. Сравнение интерференционной картины и изображения с оптической приставки нанотвердомера представлено на рис. 4. Цифрами на рисунке обозначены номера зерен, к которым производился

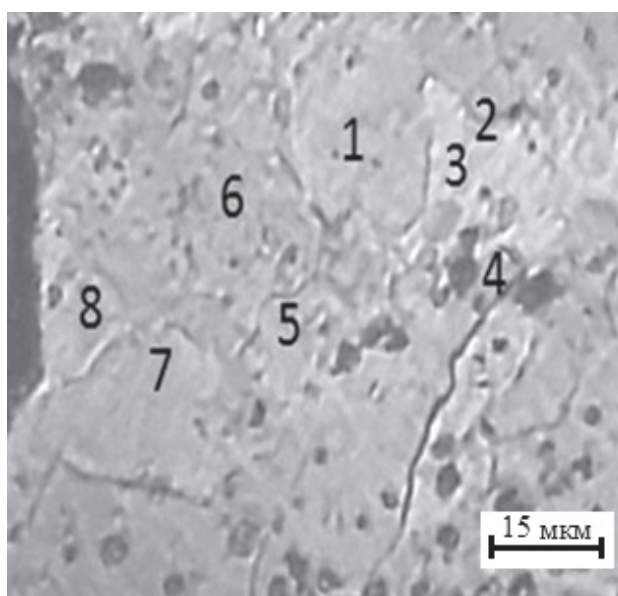
подвод индентора, для измерения модуля упругости. Подвод под цифрой 2 выполнялся в пространство между зернами, поэтому полученный модуль упругости имеет максимальное значение.

### Результаты

В ходе сопоставления интерференционной картины с распределением значений модулей упругости было установлено, что минимальные значения модуля упругости от 46 до 55 ГПа имеют зерна синего цвета. Максимальные значения модуля упругости имеют желтые зерна, диапазон для них



а)



б)

Рис. 4. Изображения поверхности образца сплава АД1, полученные с помощью оптической части нанотвердомера (а) и поляризационного микроскопа (б)

равен от 69 до 78 ГПа. Также установлено, что бледно-оранжевые зерна имеют модуль упругости от 55 до 64 ГПа. Полученные значения сравнивались со значениями модулей упругости монокристаллов из литературных источников [8, 9] и представлены в таблице.

#### Значения модулей упругости в зависимости от кристаллографического направления зерна в сплаве АД1

Цвет зерна	Модуль упругости, ГПа		Кристаллографическое направление	Модуль упругости, ГПа, [8] (1986 г.)	Модуль упругости, ГПа, [9] (2016 г.)	
	min	max			Эксп.	Расч.
Синий	46,2	55,5	[100]	62,8		
Бледно-оранжевый	55,8	64,9	[110]	-	71,4	71,5
Желтый	69,2	78,4	[111]	75,5	75,1	97,3

В результате можно сделать предположение, что синие зерна имеют кристаллографическое направление [100], так как в массиве полученных значений они имеют минимальный модуль упругости. Желтые зерна имеют кристаллографическую ориентацию [111] и обладают максимальным модулем упругости из полученных значений. Бледно-оранжевые зерна по значению модуля упругости заняли промежуточное положение, поэтому можно предположить, что их кристаллографическое направление соответствует [110]. Расхождение абсолютных значений модулей упругости в таблице связано с тем, что в [8, 9] модули упругости определялись на монокристаллах, а в представленной работе — в поликристаллическом теле.

#### Выводы

1. Определена оптимальная продолжительность травления для алюминиевого сплава АД1, равная 2 мин, для получения четкой интерференционной картины при использовании электролита из плавиковой и борной кислоты.

2. Методом сканирующей зондовой микроскопии измерены модули упругости отдельных зерен алюминиевого сплава АД1 — зерна синего цвета от 46 до 55 ГПа, зерна желтого цвета от 69 до 78 ГПа, зерна бледно-оранжевого цвета от 55 до 64 ГПа.

3. Определена зависимость между цветом зерна и его модулем упругости. Установлено, что чем теплее цвет зерна в поляризованном свете, тем выше значения модуля упругости. Исключение составляют области между зернами.

4. Разработана методика определения кристаллографической ориентации отдельных зерен сплава АД1 в поляризованном свете, с помощью кото-

рой сделано предположение, что синие зерна имеют кристаллографическое направление [100], желтые зерна имеют направление [111], бледно-оранжевые — направление [110].

*Исследование выполнено при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (соглашение №14.578.21.0228, уникальный идентификатор работ (проекта) RFMEFI57817X0228)».*

#### Библиографический список

1. Фридляндер И.Н. Российские алюминиевые сплавы для авиакосмической техники и транспорта // Авиационные материалы и технологии. 2002. №2. С. 3-11.
2. Ерисов Я.А. Компьютерное моделирование влияния кристаллографии структуры на гофрообразование при вытяжке // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2016. Т. 18. № 4-6. С. 1035-1038.
3. Ерисов Я.А., Сурудин С.В., Тибабшвили А.Т., Гречников Ф.В. Компьютерное моделирование влияния идеальных кристаллографических ориентировок на фестонообразование при вытяжке // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). 2016. № 3 (72). С. 6-14. DOI: 10.17212/1994-6309-2016-3-6-14
4. Орыщенко А.С., Леонов В.П., Мусиенко А.Ю., Козлова И.Р. Моделирование процесса деформирования титановых сплавов с учетом влияния кристаллографической ориентации структурных элементов // Титан. 2016. № 1 (51). С. 4-11.
5. Гецов Л.Б. Влияние кристаллографической ориентации на механические свойства жаропрочных сплавов // Металловедение и термическая обработка металлов. 1997. № 3. С. 13-15.
6. Niederhofer P., Pohl F., Geenen K., Huth S., Theisen W. Influence of crystallographic orientation on cavitation erosion resistance of high interstitial CrMnCN austenitic stainless steels // Tribology International. 2016. Vol. 95, pp. 66-75. DOI: 10.1016/j.triboint.2015.11.002

7. *Shahryaria Arash, Szpunarb Jerzy A., Omanovica Sasha.* The influence of crystallographic orientation distribution on 316LVM stainless steel pitting behavior // *Corrosion Science*. 2009. Vol. 51. Issue 3, pp. 677-682. DOI: 10.1016/j.corsci.2008.12.019
8. *Hansson Per.* Influence of the Crystallographic Orientation of Thin Copper Coatings During Nano Indentation // *Procedia Materials Science*. 2014. Vol. 3, pp. 1093-1098. DOI: 10.1016/j.mspro.2014.06.178
9. *Гончаренко Е.С., Корнышева И.С.* Перспективы применения отливок из алюминиевых сплавов // *Литейное производство*. 2012. №1. С. 21-23.
10. *Гончаренко Е.С., Корнышева И.С.* Отливки из алюминиевых сплавов. Исследования, материалы, технологии // *Литейное производство*. 2013. №2. С. 2-4.
11. *Тихонов А.А., Попов А.В., Никитин С.Л., Гаврилюк В.В., Карпов В.Н.* Высокопрочные и специальные литейные алюминиевые сплавы // *Литейщик России*. 2006. №9. С. 43-45.
12. *Батаев В.А., Батаев А.А., Алхимов А.П.* Методы структурного анализа материалов и контроля качества деталей: Учебное пособие. — 2-е изд. — М.: Флинта, 2007. — 224 с.
13. *Анисович А.Г., Румянцева И.Н.* Применение метода дифференциального интерференционного контраста в металловедении // *Современные методы и технологии создания и обработки материалов: Сб. материалов 3-й Международной научно-технической конференции «Современные методы и технологии создания и обработки материалов»*. Минск, 15-17 октября 2008. — ФТИ НАН Беларуси — Минск, 2008. Т. 1. С. 130-135.
14. *Киселева С.А., Файвилевич Г.А.* Цветная металлография. — М.: Металлургия, 1960. — 109 с.
15. *Дидык П.И., Голиков Е.А., Жуков А.А.* Структура пленок сплава алюминий-кремний, полученных методом физического магнетронного распыления // *Вестник Московского авиационного института*. 2016. Т. 23. № 3. С. 182-185.
16. *Антоненко С.В.* Технология тонких пленок: Учебное пособие. — М.: МИФИ, 2008. — 104 с.
17. *Дубровский В.Г., Цырлин Г.Э.* Кинетика роста тонких пленок при зародышевом механизме формирования слоев // *Физика и техника полупроводников*. 2005. Т. 39. № 11. С. 1312-1319.
18. *Майссел Л., Глэнг Р.* Технология тонких пленок: Справочник: В 2 т. / Перевод с англ. под ред М.И. Елинсона. — М.: Советское радио, 1977.
19. *Микляев П.Г., Фридман Я.Б.* Анизотропия механических свойств металлов. 2-е изд., перераб и доп. — М.: Металлургия, 1986. — 224 с.
20. *Бадамшин И.Х.* От четырех к одному. Силы внутриатомного взаимодействия и прочность материалов: монография. — 2-е изд., перераб. и доп. — М.: Издательский дом Академии естествознания, 2016. — 134 с.

## A TECHNIQUE FOR DETERMINING ALUMINUM ALLOY GRAINS CRYSTALLOGRAPHIC ORIENTATION IN POLARIZED LIGHT

**Voronin S.V.\* , Chaplygin K.K.\*\***

*Samara National Research University,  
34, Moskovskoye shosse, Samara, 443086, Russia*

\* e-mail: voronin@ssau.ru

\*\* e-mail: chapkostya96@mail.ru

### Abstract

The assumption on the possibility of employing interference pattern of aluminum alloys surface in polarized light for determining crystallographic orientation of separate grains was put forward. This assumption was tested on the example of aluminum alloy AD1. Optimum modes of electrolytic etching of AD1 alloy, under which the grains' boundaries were sharply defined, and necessary interference pattern of the grained structure was attained, were defined. Electrolytic etching was being performed in a 40% solution of hydrofluoric acid, boric acid and distilled water at 1.7-1.9 A, 100-110 V, and etching time duration of two minutes. It was established that the interference pattern

of the sample surface changes with prolonged exposure in the open air. This was due to the oxide film's growth process. Employing literature data on elasticity modulus of aluminum mono crystals depending on crystallographic direction, the article defines the relationship between the grain elasticity modulus and its crystallographic orientation over three directions by the scanning probe microscopy method using NanoScan-3D device. Scanning of the studied section with a size of  $128 \times 128 \mu\text{m}$  was carried out at a speed of  $30 \mu\text{m/sec}$ . During the scanning process, the signal from the indentation sensor was recorded and processed, resulting in a surface profile map ( $Z_{\text{opt}}$ ). Modulus of elasticity of

separate grains was determined by the method of removing the curves of the indenter's supply to the surface of the sample for each grain in the section under study.

While comparing the interference pattern with the distribution of modulus values, it was found that the grains of blue color corresponded to minimum values of modulus of elasticity from 46 to 55 GPa. Maximum values of modulus of elasticity were in the range from 69 to 78 GPa, and corresponded to yellow grains. It was established also that pale orange grains correspond to modulus of elasticity from 55 to 64 GPa. As a result, the assumption was made that the blue grains have a crystallographic direction [100], since they have minimum modulus of elasticity in the array of obtained values. Yellow grains have a crystallographic orientation [111] and maximum modulus of elasticity from the values obtained. Pale orange grains occupied an intermediate position by value of modulus of elasticity, so it was assumed that their crystallographic direction corresponds to [110].

The developed technique is characterized by simplicity, low energy intensity, and less time consuming, in contrast to the methods traditionally used for this purpose. This technique can also be employed to determine the crystallographic orientation of individual grains of other aluminum alloys.

**Keywords:** aluminum, crystallographic orientation, polarized light, electrolytic etching.

## References

1. Fridlyander I.N. *Aviatsionnye materialy i tekhnologii*, 2002, no. 2, pp. 3-11.
2. Erisov Ya.A. *Izvestiya Samarskogo nauchnogo tsentra Rossiiskoi Akademii Nauk*, 2016, vol. 18, no. 4-6, pp. 1035-1038.
3. Erisov Ya.A., Surudin S.V., Tiabashvili A.T., Grechnikov F.V. *Obrabotka metallov (tekhnologiya, oborudovanie, instrumenty)*, 2016, no. 3(72), pp. 6-14. DOI: 10.17212/1994-6309-2016-3-6-14
4. Oryshchenko A.S., Leonov V.P., Musienko A.Yu., Kozlova I.R. *Titan*, 2016, no. 1(51), pp. 4-11.
5. Getsov L.B. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 1997, no. 3, pp. 13-15.
6. *Niederhofer P., Pohl F., Geenen K., Huth S., Theisen W.* Influence of crystallographic orientation on cavitation erosion resistance of high interstitial CrMnCN austenitic stainless steels. *Tribology International*, 2016, vol. 95, pp. 66-75. DOI: 10.1016/j.triboint.2015.11.002
7. *Shahryaria Arash, Szpunarb Jerzy A., Omanovica Sasha.* The influence of crystallographic orientation distribution on 316LVM stainless steel pitting behavior. *Corrosion Science*, 2009, vol. 51, issue 3, pp. 677-682. DOI: 10.1016/j.corsci.2008.12.019
8. *Hansson Per.* Influence of the Crystallographic Orientation of Thin Copper Coatings During Nano Indentation. *Procedia Materials Science*, 2014, vol. 3, pp. 1093-1098. DOI: 10.1016/j.mspro.2014.06.178
9. Goncharenko E.S., Kornysheva I.S. *Liteinoe proizvodstvo*, 2012, no. 1, pp. 21-23.
10. Goncharenko E.S., Kornysheva I.S. *Liteinoe proizvodstvo*, 2013, no. 2, pp. 2-4.
11. Tikhonov A.A., Popov A.V., Nikitin S.L., Gavrilyuk V.V., Karpov V.N. *Liteishchik Rossii*, 2006, no. 9, pp. 43-45.
12. Bataev V.A., Bataev A.A., Alkhimov A.P. *Metody strukturnogo analiza materialov i kontrolya kachestva detalei* (Methods of structural analysis of materials and quality control of components), Moscow, Flinta, 2007, 224 p.
13. Anisovich A.G., Rumyantseva I.N. *Materialy III Mezhdunarodnoi nauchno-tekhnicheskoi konferentsii "Sovremennye metody i tekhnologii sozdaniya i obrabotki materialov"*, Minsk, 15-17 October 2008, vol. 1, pp. 130-135.
14. Kiseleva S.A., Faivilevich G.A. *Tsvetnaya metallografiya* (Fayvelovich Color metallography), Moscow, Metallurgiya, 1960, 109 p.
15. Didyk P.I., Golikov E.A., Zhukov A.A. *Vestnik Moskovskogo aviatsionnogo instituta*, 2016, vol. 23, no. 3, pp. 182-185.
16. Antonenko S.V. *Tekhnologiya tonkikh plenok* (Technology of thin films), Moscow, MIFI, 2008, 104 p.
17. Dubrovskii V.G., Tsyrlin G.E. *Fizika i tekhnika poluprovodnikov*, 2005, vol. 39, no. 11, pp. 1312-1319.
18. Maissel L.I., Glang R. *Handbook of Thin Film Technology*. New York, McGraw Hill, 1970, 800 p.
19. Miklyayev P.G., Fridman Ya.B. *Anizotropiya mekhanicheskikh svoistv metallov* (Anisotropy of the mechanical properties of metals), Moscow, Metallurgiya, 1986, 224 p.
20. Badamshin I.Kh. *Ot chetyrekh k odnomu. Sily vnutratomnogo vzaimodeistviya i prochnost' materialov* (From four to one. Forces of atomic interaction and the strength of materials), Moscow, Izdatel'skii dom Akademii Estestvoznaniya, 2016, 134 p.