

## ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.715:539.531

### ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НОВОГО ДЕФОРМИРУЕМОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ Al–Cu–Er

© 2019 г. А. В. Поздняков<sup>а</sup>, \*, Р. Ю. Барков<sup>а</sup>, Ж. Сарсенбаев<sup>а</sup>,  
Е. Кхамеес<sup>а</sup>, А. С. Просвиряков<sup>а</sup>

<sup>а</sup>НИТУ “МИСИС”, Ленинский пр., 4, Москва, 119049 Россия

\*e-mail: pozdniakov@misis.ru

Поступила в редакцию 27.11.2018 г.

После доработки 18.12.2018 г.

Принята к публикации 29.12.2018 г.

Исследована эволюция микроструктуры и механических свойства в процессе гомогенизации и отжига деформированных листов нового деформируемого сплава системы Al–4Cu–2.7Er. В структуре литого сплава присутствуют: дисперсная эвтектика ((Al) + Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er), включения фазы Al<sub>3</sub>Er, расположенные по границам дендритных ячеек, и неравновесная фаза AlCu. Интерметаллдные фазы отличаются высокой термической стабильностью в процессе отжига перед закалкой при 605°C – размер частиц фаз Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er и Al<sub>3</sub>Er не превышает 1–4 мкм. Отжиг деформированных листов при температурах ниже 300°C приводит к небольшому снижению твердости, в структуре выявляются вытянутые вдоль направления прокатки зерна. С увеличением температуры отжига с 350 до 550°C размер рекристаллизованного зерна увеличивается с  $8 \pm 1$  до  $14.5 \pm 1.5$  мкм. По результатам испытаний на одноосное растяжение исследованный сплав показал достаточно высокий уровень характеристик прочности в отожженном состоянии: условный предел текучести составляет 260–280 МПа, условный предел прочности 291–312 МПа при относительном удлинении 5.5–6.1%.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, редкоземельные металлы, эрбий, микроструктура, термическая обработка, твердость

DOI: 10.1134/S0015323019060093

#### ВВЕДЕНИЕ

Сплавы системы Al–Cu отличаются достаточно высокой прочностью и жаропрочностью, но имеют самые низкие литейные свойства среди всех групп алюминиевых сплавов [1–5]. Повысить характеристики литейных свойств сплавов этой системы возможно за счет введения эвтектикообразующих добавок, таких как Si, Ni, Fe, Mn, однако при этом пластичность может существенно понизиться [5, 6]. С другой стороны, поиск новых систем легирования сплавов на алюминиево-медной основе представляет большой интерес. Так, например, авторы работ [7–9] показали, что сплавы, состав которых лежит на квазибинарных разрезах в системах Al–Cu–Ce [7, 8] и Al–Cu–Y [9], имеют очень низкую склонность к образованию кристаллизационных трещин за счет малого интервала кристаллизации. При этом образующиеся эвтектические фазы Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Ce [7, 8] и Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Y [9] отличаются высокой дисперсностью и термической стабильностью при температурах гомогенизации выше 590°C. Сплавы квазибинарного разреза Al–Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er в системе Al–Cu–Er так же имеют узкий интервал кристаллизации [10, 11] и могут представлять интерес для разработки на их основе новых материалов. При этом можно отме-

тить, что малые добавки эрбия в алюминий и сплавы системы Al–Mg способствуют измельчению зерна и упрочнению в процессе отжига, особенно в присутствии циркония [12–22].

Данная работа посвящена исследованию эволюции структуры и механических свойств квазибинарного сплава Al–4Cu–2.7Er в процессе гомогенизации и отжига деформированных листов.

#### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Сплав Al–4Cu–2.7Er был выплавлен в печи сопротивления из алюминия марки А99 [23] и лигатур Al–53.5% Cu, Al–9% Er. Температура плавки и литья составляла 750°C. Расплав разливали в медную водоохлаждаемую изложницу с размером внутренней полости 20 × 40 × 120 мм. Слиток после термической обработки был прокатан до толщины 10 мм при температуре 440°C и до 1 мм при комнатной температуре. Термическую обработку проводили в сушильных шкафах “Nabertherm” и “SNOL” с точностью поддержания температуры 1°C.

Подготовку шлифов для микроструктурных исследований производили на шлифовально – полировальной установке Struers Laborpol-5. Микроструктурные исследования и идентифика-

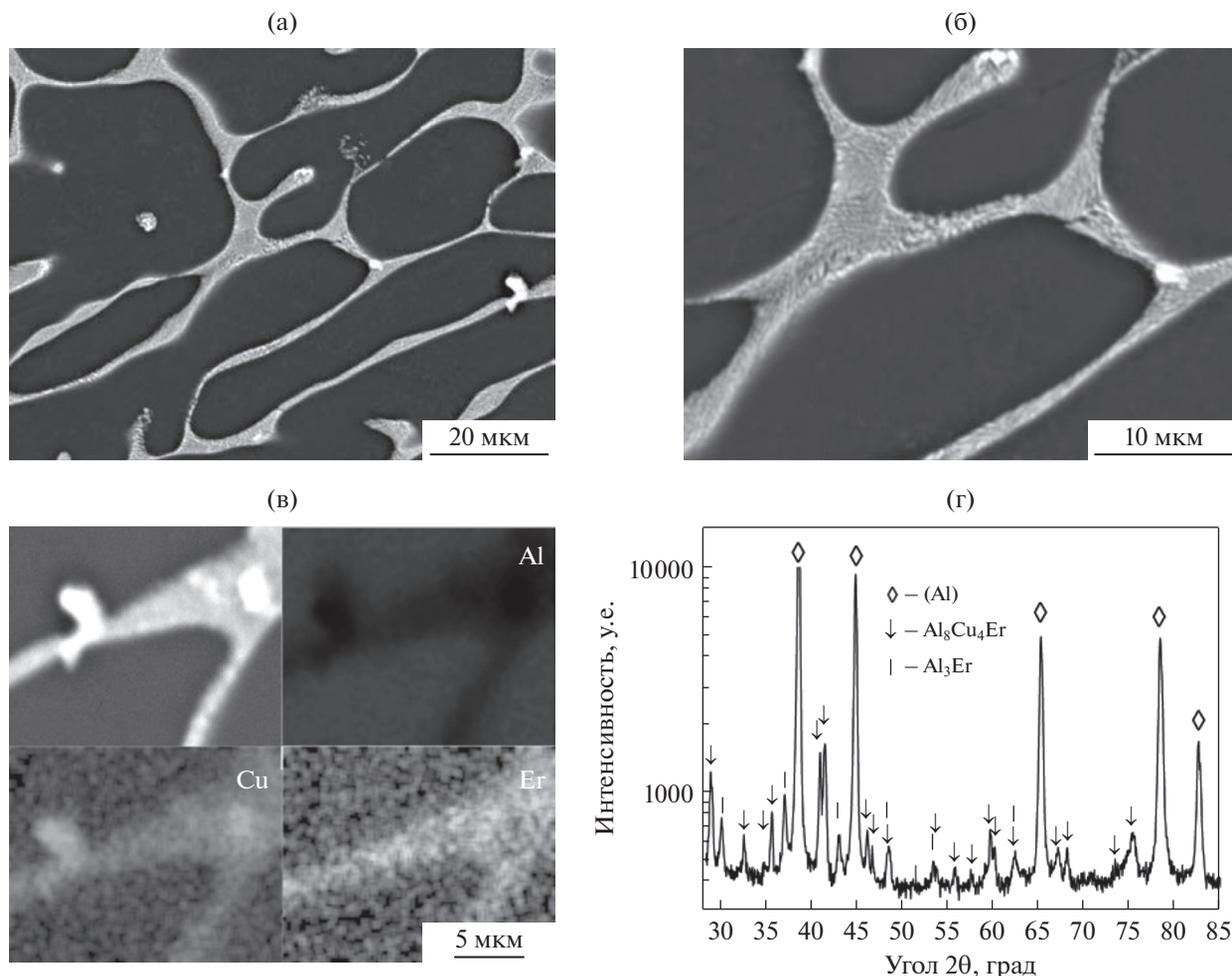


Рис. 1. Микроструктура (а, б) (СЭМ), распределение легирующих элементов между фазами (v) и рентгенограмма (г) литого сплава Al–4Cu–2.7Er.

цию фаз проводили на световом микроскопе Neophot-30 и на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) TESCAN VEGA 3LMN с использованием энерго-дисперсионного детектора X-Max 80 и рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Advance с экспозицией 20 с на точку с шагом  $0.05^\circ$ . Калориметр Labsys Setaram был использован для проведения дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Твердость измеряли стандартным методом Виккерса при нагрузке  $F = 49 \text{ Н}$  (5 кгс), ошибка в определении не превышала 3 HV. Испытания проводили на универсальной испытательной машине Zwick/Roll Z250 серии Allround в комплексе с автоматическим датчиком продольной деформации.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1а, 1б представлены микроструктуры литого исследованного сплава и результаты исследования фазового состава: распределение эле-

ментов между фазами (рис. 1v) и рентгенофазовый анализ (рис. 1г). Структура представлена дисперсной эвтектикой с толщиной второй фазы менее 200 нм. На границах дендритных ячеек выделяется более яркая дисперсная фаза того же размера. Также отмечено наличие более крупных светлых включений размером около 1 мкм. Эти включения, как показывает распределение легирующих элементов между фазами, обогащены медью (рис. 1v). Точечный анализ фазы в СЭМ показывает соответствие фазе AlCu. Однако по результатам рентгенофазового анализа выявлено наличие пиков соответствующих алюминию и фазам  $\text{Al}_3\text{Er}$  и  $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Er}$  (рис. 1г).

По всей видимости, фаза AlCu является неравновесной, а поскольку ее количество мало, то идентифицировать ее на рентгенограмме не удалось. В результате можно сказать, что структура представлена дисперсной эвтектикой ((Al) +  $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Er}$ ), включениями фазы  $\text{Al}_3\text{Er}$ , расположенной по границам дендритных ячеек, и неравновесной фазой AlCu. На рис. 2 представлены результаты калори-

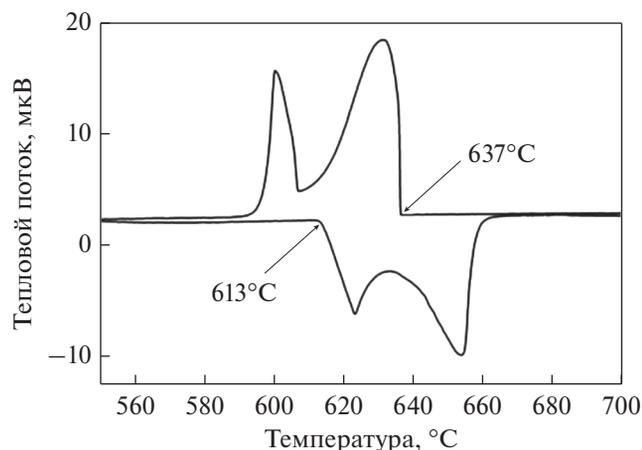


Рис. 2. ДСК кривая сплава Al-4Cu-2.7Er. Нижняя кривая – кривая нагрева, верхняя – охлаждения.

метрического анализа. На кривой нагрева (нижняя кривая) не выявлено пиков неравновесной фазы AlCu, возможно из-за ее малого количества – фаза растворилась в процессе нагрева. Температура солидуса составила 613°C. При нагреве при температуре плавления начинается растворение

эвтектики ((Al) + Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er) – нижняя кривая первый пик. Второй пик соответствует плавлению первичных кристаллов алюминия. Пик растворения фазы Al<sub>3</sub>Er перекрывается двумя большими эффектами от плавления эвтектики и первичных кристаллов. Температура ликвидуса сплава составила 637°C (верхняя кривая на рис. 2).

В соответствии с определенной температурой солидуса, для проведения гомогенизации сплав отжигали при температуре 605°C в течение 1, 3, 6 и 24 ч. На рис. 3 представлены соответствующие микроstructures отожженных образцов. Концентрация меди в алюминиевом твердом растворе в слитке составляет 1.8 мас. %. После одного часа отжига она возрастает до 2.2 мас. % и не меняется с дальнейшим увеличением времени. Увеличение концентрации меди в алюминиевом твердом растворе по всей видимости связано с растворением неравновесной фазы AlCu. В процессе отжига происходит фрагментация и сфероидизация фаз Al<sub>3</sub>Er и Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er. При этом интерметаллидные фазы отличаются высокой термической стабильностью. После одного часа отжига они имеют размер 1–4 мкм (рис. 3а), который практически не изменяется с увеличением времени отжига до 24 ч

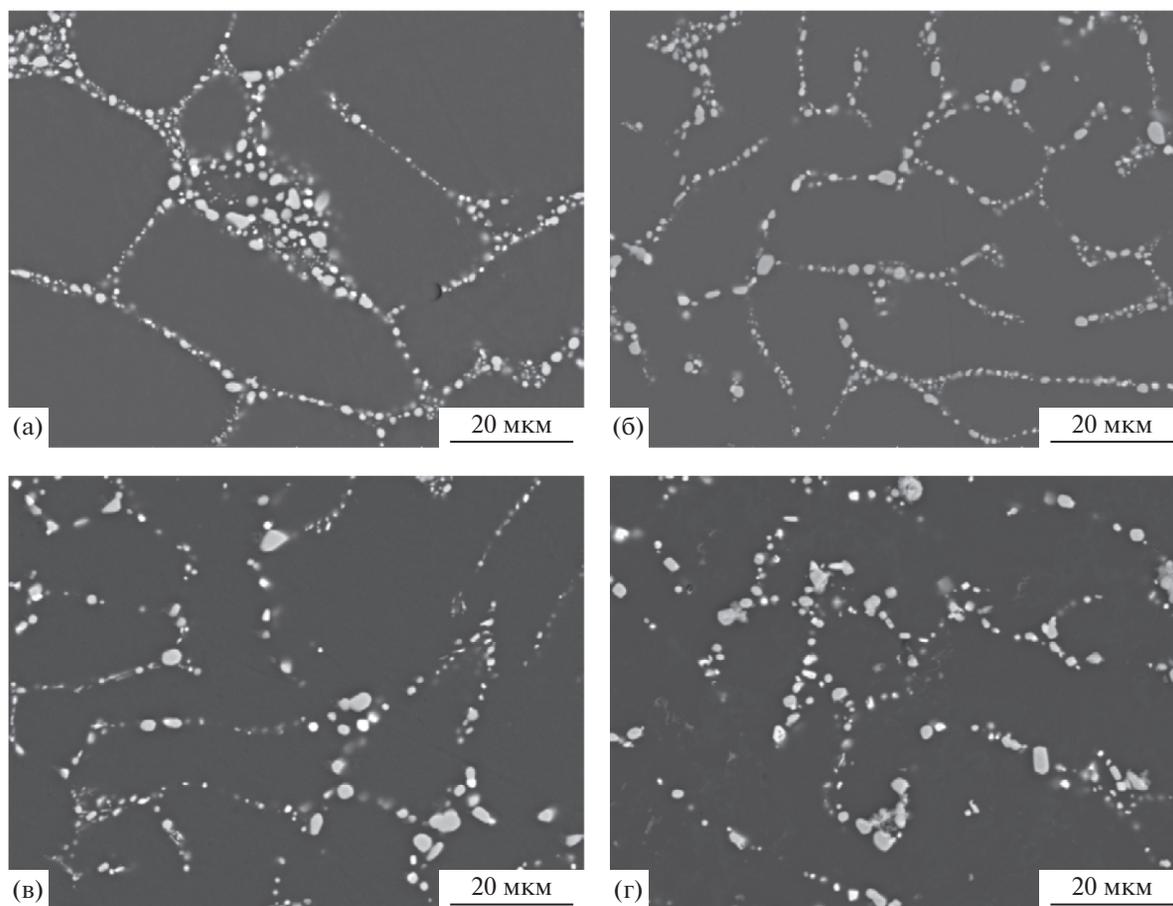


Рис. 3. Эволюция микроstructures сплава в процессе отжига при 605°C в течение 1 (а), 3 (б), 6 (в) и 24 (г) часа.

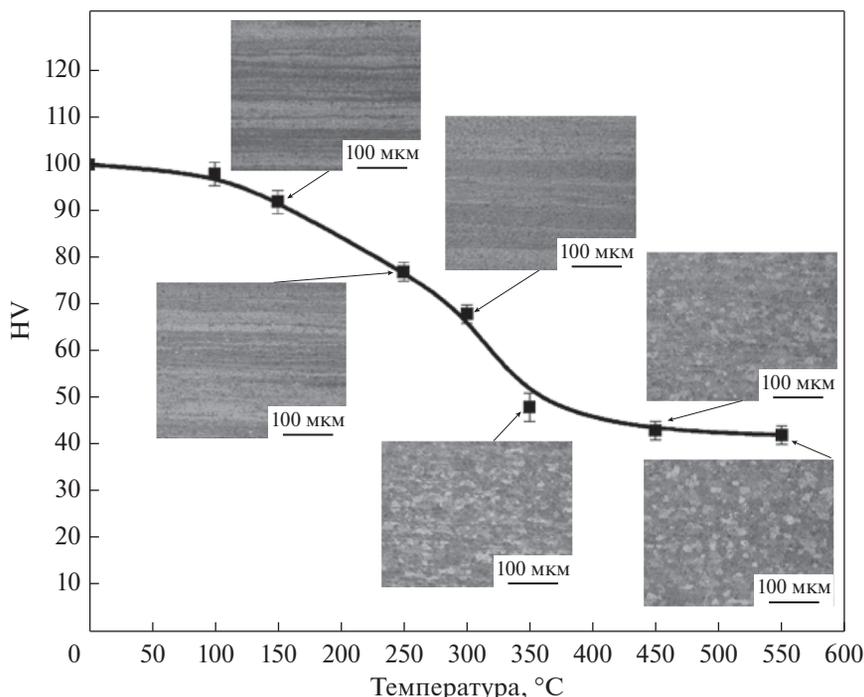


Рис. 4. Зависимость твердости от температуры отжига в течение 1 часа.

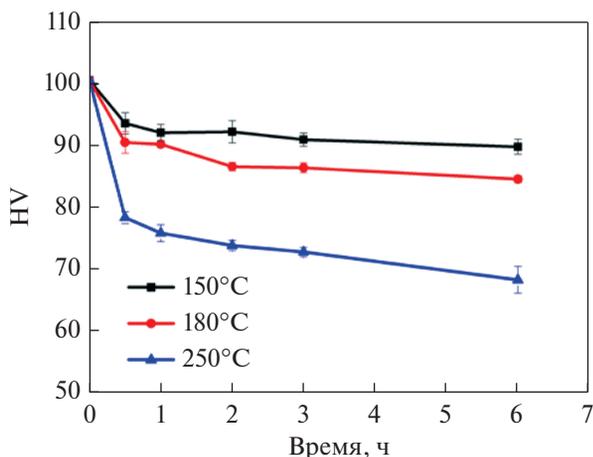


Рис. 5. Зависимость твердости от времени отжига при 150, 180 и 250°C.

(рис. 3б–3г). При этом доля частиц с размером до 2 мкм существенно больше.

Слиток сплава перед прокаткой был закален с 605°C после часовой выдержки. После прокатки лист отжигали в течение 1 ч при температурах в интервале 100–550°C. В процессе отжига при температурах до 300°C твердость снижается со 100 HV (деформированное состояние) до 70 HV, при этом структура остается нерекристаллизованной (рис. 4). Разупрочнение связано с прохождением процессов полигонизации. Часовой отжиг при температурах выше 350°C приводит к рекристаллизации. При этом с увеличением температуры отжига с

350 до 550°C размер рекристаллизованного зерна увеличивается с  $8 \pm 1$  до  $14.5 \pm 1.5$  мкм. Известно, что крупные частицы размером 1–2 мкм стимулируют зародышеобразование при рекристаллизации за счет появления при деформации искажений кристаллической решетки вблизи таких частиц [24–27]. С увеличением времени отжига до 6 ч при низких температурах 150 и 180°C твердость существенно не снижается и составляет 90 и 85 HV соответственно (рис. 5).

По результатам испытаний на одноосное растяжение исследованный сплав показал достаточно высокий уровень характеристик прочности в отожженном состоянии: условный предел текучести составляет 260–280 МПа, условный предел прочности 291–312 МПа при относительном удлинении 5.5–6.1% (табл. 1). Для сравнения сплав близкого состава системы Al–Cu–Y имеет  $\sigma_{0.2} = 248\text{--}276$  МПа,  $\sigma_b = 278\text{--}310$  МПа и  $\delta = 5.8\text{--}6.6\%$  [9].

Таблица 1. Механические свойства сплава Al–4Cu–2.7Er в деформированном и отожженном состояниях, определенные при испытаниях на растяжение

Состояние	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\delta$ , %
Деформированное	$285 \pm 3$	$318 \pm 1$	$4.5 \pm 0.2$
Отжиг 100°C, 1 ч	$280 \pm 2$	$312 \pm 2$	$5.7 \pm 0.5$
Отжиг 100°C, 3 ч	$276 \pm 2$	$312 \pm 1$	$6.1 \pm 0.1$
Отжиг 150°C, 1 ч	$262 \pm 1$	$296 \pm 2$	$5.5 \pm 0.3$
Отжиг 150°C, 3 ч	$260 \pm 1$	$291 \pm 2$	$5.8 \pm 0.4$
Отжиг 250°C, 0.5 ч	$220 \pm 2$	$240 \pm 1$	$6.0 \pm 0.2$

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованы структура и свойства нового деформируемого сплава системы Al–Cu–Er. В литой структуре методами сканирующей электронной микроскопии и рентгенофазового анализа выявлены: дисперсная эвтектика ((Al) + Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er), включения фазы Al<sub>3</sub>Er, расположенные по границам дендритных ячеек, и неравновесная фаза AlCu. При этом интерметаллидные фазы отличаются высокой термической стабильностью в процессе отжига перед закалкой при 605°C. Размер фаз Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Er и Al<sub>3</sub>Er не превышает 1–4 мкм после гомогенизации. Часовой отжиг деформированного сплава при температурах выше 350°C приводит к прохождению рекристаллизации. С увеличением температуры отжига с 350 до 550°C размер рекристаллизованного зерна увеличивается с  $8 \pm 1$  до  $14.5 \pm 1.5$  мкм. По результатам испытаний на одноосное растяжение исследованный сплав показал достаточно высокий уровень характеристик прочности в отожженном состоянии: условный предел текучести составляет 260–280 МПа, условный предел прочности 291–312 МПа при относительном удлинении 5.5–6.1%.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Научного Фонда (проект № 17-79-10256).

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Новиков И.И. Горячеломкость цветных металлов и сплавов. М.: Наука, 1966. 298 с.
2. Eskin D.G., Suyitno Katgerman L. Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys // Prog. Mat. Sci. 2004. V. 49. P. 629–711
3. Zolotarevsky V.S., Belov N.A., Glazoff M.V. Casting Aluminum Alloys, Alcoa Technical Center, Alcoa Center, PA, United States. 2007, 530 p.
4. ASM HANDBOOK. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. V. 2. The Materials Information Company, 2010. 1328 p.
5. Zolotarevskiy V.S., Pozdniakov A.V. Determining the hot cracking index of Al–Si–Cu–Mg casting alloys calculated using the effective solidification range // Int. J. Cast Met. Res. 2014. V. 27. № 4. P. 193–198.
6. Zolotarevskiy V.S., Pozdniakov A.V., Churyumov A.Yu. Search for promising compositions for developing new multiphase casting alloys based on Al–Cu–Mg matrix using thermodynamic calculations and mathematic simulation // The Phys. of Met. Metall. 2012. V. 113. № 11. P. 1052–1060.
7. Belov N.A., Khvan A.V., Alabin A.N. Microstructure and phase composition of Al–Ce–Cu alloys in the Al-rich corner // Mater. Sci. Forum. 2006. V. 519–521 (PART 1). P. 395–400.
8. Belov N.A., Khvan A.V. The ternary Al–Ce–Cu phase diagram in the aluminum-rich corner // Acta Mater. 2007. V. 55. P. 5473–5482.
9. Pozdniakov A.V., Barkov R.Y. Microstructure and materials characterisation of the novel Al–Cu–Y alloy // Mater. Sci. Tech. 2018. V. 34. № 12. P. 1489–1496.
10. Zhang L., Masset P.J., Cao F., Meng F., Liu L., Jin Z. Phase relationships in the Al-rich region of the Al–Cu–Er system // J. All. Comp. 2011. V. 509. P. 3822–3831.
11. Zhang L.G., Liu L.B., Huang G.X., Qi H.Y., Jia B.R., Jin Z.P. Thermodynamic assessment of the Al–Cu–Er system // Comp. Coup. of Ph. Diag. and Thermochem. 2008. V. 32. P. 527–534.
12. Wen S.P., Gao K.Y., Li Y., Huang H., Nie Z.R. Synergetic effect of Er and Zr on the precipitation hardening of Al–Er–Zr alloy // Scripta Mater. 2011. V. 65. P. 592–595.
13. Wen S.P., Gao K.Y., Huang H., Wang W., Nie Z.R. Precipitation evolution in Al–Er–Zr alloys during aging at elevated temperature // J. Alloys Compd. 2013. V. 574. P. 92–97.
14. Zhang Y., Gao K., Wen S., Huang H., Nie Z., Zhou D. The study on the coarsening process and precipitation strengthening of Al<sub>3</sub>Er precipitate in Al–Er binary alloy // J. Alloys Compd. 2014. V. 610. P. 27–34.
15. Pozdniakov A.V., Osipenkova A.A., Popov D.A., Makhov S.V., Napalkov V.I. Effect of Low Additions of Y, Sm, Gd, Hf and Er on the Structure and Hardness of Alloy Al–0.2% Zr–0.1% Sc // Met. Sci. and Heat Treat. 2017. V. 58. № 9–10. P. 537–542.
16. Pozdniakov A.V., Barkov R.Y., Prosviryakov A.S., Churyumov A.Y., Golovin I.S., Zolotarevskiy V.S. Effect of Zr on the microstructure, recrystallization behavior, mechanical properties and electrical conductivity of the novel Al–Er–Y alloy // J. Alloys Compd. 2018. V. 765. P. 1–6.
17. He L.Z., Li X.H., Liu X.T., Wang X.J., Zhang H.T., Cui J.Z. Effects of homogenization on microstructures and properties of a new type Al–Mg–Mn–Zr–Ti–Er alloy // Mater. Sci. Eng. A. 2010. V. 527. P. 7510–7518.
18. Hao H.L., Ni D.R., Zhang Z., Wang D., Xiao B.L., Ma Z.Y. Microstructure and mechanical properties of Al–Mg–Er sheets jointed by friction stir welding // Mater. and Des. 2013. V. 52. P. 706–712.
19. Yang Dongxi, Li Xiaoyan, He Dingyong, Huang Hui. Effect of minor Er and Zr on microstructure and mechanical properties of Al–Mg–Mn alloy (5083) welded joints // Mater. Sci. Eng. A. 2013. V. 561. P. 226–231.
20. Song M., Du K., Huang Z.Y., Huang H., Nie Z.R., Ye H.Q. Deformation-induced dissolution and growth of precipitates in an Al–Mg–Er alloy during high-cycle fatigue // Acta Mater. 2014. V. 81. P. 409–419.
21. Wen S.P., Wang W., Zhao W.H., Wu X.L., Gao K.Y., Huang H., Nie Z.R. Precipitation hardening and recrystallization behavior of Al–Mg–Er–Zr alloys // J. All. Comp. 2016. V. 687. P. 143–151.
22. Pozdniakov A.V., Yarasu V., Barkov R.Yu., Yakovtseva O.A., Makhov S.V., Napalkov V.I. Microstructure and mechanical properties of novel Al–Mg–Mn–Zr–Sc–Er alloy // Mat. Let. 2017. V. 202. P. 116–119.
23. ГОСТ 11069–2001. Алюминий первичный. Марки. М.: 2001.
24. Humphreys F.J., Hatherly M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena // Pergamon Press, Oxford, 1995.
25. Nes E., Wert J.A. Modeling of recrystallization in alloys with a bimodal particle size distribution // Scripta Metall. 1984. V. 18. P. 1433–1438.
26. Ørsund R., Nes E. A model for the nucleation of recrystallization from particles: The texture aspect // Scripta Metall. 1988. V. 22. P. 671–676.
27. Mikhaylovskaya A.V., Ryazantseva M.A., Portnoy V.K. Effect of eutectic particles on the grain size control and the superplasticity of aluminium alloys // Mater. Sci. Eng. A 2011. V. 528. P. 7306–7309.