## СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.017

# ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСЕЙ ЖЕЛЕЗА И КРЕМНИЯ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА AI-6.3Cu-3.2Y

© 2020 г. С. М. Амер<sup>*a*</sup>, Р. Ю. Барков<sup>*a*</sup>, А. В. Поздняков<sup>*a*</sup>, \*

<sup>а</sup>НИТУ "МИСиС", Ленинский просп., 4, Москва, 119049 Россия \*e-mail: pozdniakov@misis.ru Поступила в редакцию 02.04.2020 г. После доработки 24.04.2020 г. Принята к публикации 25.04.2020 г.

Исследовано влияние примесей железа и кремния на фазовый состав и механические свойства деформируемого алюминиевого сплава Al-6.3Cu-3.2Y. По результатам рентгенофазового анализа в литом сплаве выявлено наличие фаз  $Al_8Cu_4Y$ ,  $(Al,Cu)_{11}Y$ ,  $Al_2Cu$  и AlCu, и отмечено наличие пиков, которые, вероятно, соответствуют фазе  $Al_{11}Cu_2Y_2Si_2$ . На фоне фрагментированной компактной эвтектики выделяются вытянутые иглообразные включения фазы Al<sub>11</sub>Cu<sub>2</sub>Y<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>, не изменяющей свою морфологию в процессе гомогенизации. При температурах отжига деформированных листов до 300°C структура сплава представлена вытянутыми вдоль направления прокатки зернами и имеет несколько более высокую твердость, чем тот же сплав без примесей, что обусловлено наличием большего количества достаточно дисперсных интерметаллидных частиц в структуре. С увеличением температуры отжига снижается различие в твердости между рассматриваемыми сплавами. Начиная с 350°С, происходит рекристаллизация, твердость сплавов выравнивается. После отжига при 100 и 150°С исследуемый сплав демонстрирует хороший уровень прочностных характеристик: условный предел текучести составляет 284-325 МПа, условный предел прочности 304-369 МПа, что на 20-30 МПа больше, чем в сплаве без примесей. В целом наличие постоянных примесей железа и кремния для алюминия не оказывает негативного влияния на характеристики механических свойств исследованного сплава.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, иттрий, микроструктура, термическая обработка, рекристаллизация, механические свойства

DOI: 10.31857/S0015323020090028

#### введение

Единственным недостатком прочных как при комнатной, так и при повышенных температурах сплавов на основе системы Al-Cu является самая низкая среди всех алюминиевых сплавов технологичность при литье [1-6]. Улучшения технологичности на примере снижения склонности к образованию трещин кристаллизационного происхождения до уровня близкого к медистым силуминам, возможно добиться за счет легирования эвтектикообразующими элементами [5, 6]. С другой стороны, поиск новых перспективных систем легирования является также актуальной задачей. Исследования последних лет показали, что сплавы квазибинарных разрезов Al-Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Y [7, 8] и Al- $Al_8Cu_4Er$  [9, 10] в тройных системах Al-Cu-Y и Al-Cu-Er отличаются узким интервалом кристаллизации (менее 40°С) и хорошим уровнем характеристик механических свойств [11-13]. При этом эвтектические фазы Al8Cu4Y и Al8Cu4Er сохраняют высокую дисперсность в процессе высокотемпературной гомогенизации [11-15]. Помимо того, добавки иттрия и эрбия совместно с цирконием и/или скандием и отдельно склонны к образованию дисперсоидов из пересыщенного твердого раствора в процессе отжига слитков, что способствует дополнительному упрочнению как в чистом алюминии [16-22], так и в сплавах на его основе [14, 15, 23-28]. Авторами работ [29-31] показано, что легирование малыми добавками кремния алюминия с редкоземельными металлами способствует ускорению кинетики упрочнения в процессе отжига. В работе [32] установлено, что совместное наличие примесей Fe и Si в сплаве Al-Zr-Sc приводит к частичному связыванию скандия в фазы кристаллизационного происхождения и соответствующему обеднению им алюминиевой матрицы. А добавка иттрия приводит к образованию фазы (Al,Y,Fe,Si)/Al<sub>10</sub>Fe<sub>2</sub>Y, при этом скандий полностью растворяется в матрице [32]. Наличие примесей в сплаве Al-Y-Er-Zr-Sc несколько снижает эффект упрочнения из-за частичного связывания циркония, эрбия и иттрия в фазы кристаллизационного происхождения с ит-

Название сплава	Концентрация легирующих элементов (расч./эксп.), мас. %				
	Al	Cu	Y	Fe	Si
AlCuY	ост.	6.5/6.4	2.7/2.9	0.05/-	0.05/-
AlCuYFeSi	ост.	6.5/6.3	2.7/3.2	0.15/0.15	0.15/0.2

Таблица 1. Составы исследуемых сплавов

трием и эрбием [33]. Примесь кремния в сплаве Al-Cu-Er приводит к образованию кристаллизационной фазы  $Al_3Er_2Si_2$ , имеющей игольчатую форму, а железо при этом растворяется в других интерметаллидах [34].

Цель настоящей работы — определение влияния примесей железа и кремния на фазовый состав и механические свойства сплава Al—6.3Cu—3.2Y.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

С использованием лигатур Al—53.5% Cu, Al— 8% Y и алюминия марок A85 и A99 выплавлены сплавы (табл. 1) в электрической печи сопротивления "Nabertherm". Плавку и разливку проводили при температуре 750°С. Заливку сплавов осуществляли в медную водоохлаждаемую изложницу ( $20 \times 40 \times 100$  мм). Скорость охлаждения при кристаллизации составляет примерно 15 К/мин. Гомогенизацию проводили при температуре 605°С в течение 1 и 3 ч. Слиток после гомогенизации в течение 1 ч был прокатан до толщины 10 мм при температуре 440°С и до 1 мм при комнатной температуре.

Подготовку шлифов для микроструктурных исследований производили на шлифовально-полировальной установке Struers Labopol-5. Микроструктурные исследования и идентификацию фаз проводили на световом микроскопе (СМ) Neophot 30 и сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) TESCAN VEGA 3LMH с использованием энергодисперсионного детектора X-Max 80. Термическую обработку проводили в сушильных шкафах "Nabertherm" и "SNOL" с точностью поддержания температуры ±1°С. Твердость измеряли стандартным методом Виккерса. Испытания на растяжение проводились с использованием испытательной машины Zwick/Roell Z250 Allround.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура сплава AlCuYFeSi представлена алюминиевой матрицей, дисперсной эвтектикой и отдельными светлыми включениями (рис. 1a). По результатам рентгенофазового анализа (серая линия для сплава AlCuY, черная линия для сплава AlCuYFeSi на рис. 16) выявлено наличие фаз Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Y, (Al,Cu)<sub>11</sub>Y<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>Cu и AlCu, что хорошо со-

ответствует ранее проведенным исследованиям на сплавах близкого состава без примесей [11, 14]. Так же отмечено наличие пиков, которые, вероятно, соответствуют фазе, образованной примесями. В процессе гомогенизации происхолит фрагментация и сфероидизация иттрий-содержащих фаз и частичное растворение неравновесного избытка медьсодержащих фаз, при этом концентрация меди в твердом растворе увеличивается с 1.7 до 2.1%. На фоне фрагментированной компактной эвтектики выделяются вытянутые иглообразные включения фаз, содержащих иттрий, медь и кремнием (карты распределения элементов в выделенной области на рис. 1в, 1г). Согласно точечному анализу в СЭМ иглообразные включения содержат в мас. %: 29Y, 18Cu и 8Si, что в пересчете на атомные доли представляет фазу с соотношением Cu/Y/Si близким к 1. Примерная эмпирическая формула соединения может быть записана как Al<sub>11</sub>Cu<sub>2</sub>Y<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>. Размер частиц находится в интервале 0.2–1 мкм в толшину и 1–4 мкм в длину при объемной доле не более 0.6%. Примесь железа растворяется в фазах  $Al_8Cu_4Y$  и  $(Al,Cu)_{11}Y_3$  при концентрации около 1%, не изменяя их морфологии. Размер фаз кристаллизационного происхождения в процессе гомогенизации увеличивается до 2-2.5 мкм после 1 ч отжига и практически не изменяется с увеличением времени до 3 ч (рис. 1в, 1г). При этом доля частиц кристаллизационного происхождения размером менее 1 мкм составляет более 80%.

Слиток после гомогенизации при 605°С в течение 1 ч прокатан. На рис. 2 представлена микроструктура 1 мм листа. В процессе прокатки происходит частичное дробление иглообразных выделений, и в целом они не отличаются большой длиной.

На рис. 3 представлена эволюция твердости в процессе 1-часового отжига в температурном интервале  $100-550^{\circ}$ С и в зависимости от времени (0.5-6 ч) при температурах 150, 180 и 250°С. При низких температурах отжига (до 300°С) сплав сохраняет нерекристаллизованную структуру и имеет несколько более высокую твердость чем тот же сплав без примесей железа и кремния (рис. 3), что обусловлено наличием большего количества достаточно дисперсных интерметаллидных частиц в структуре. При этом с увеличением температуры отжига снижается разница в твердости между рассматриваемыми композициями, а при увеличении



**Рис. 1.** Микроструктура (а, в, г) (СЭМ) и рентгенограмма (б) сплава AlCuYFeSi: а – литое состояние, б – отжиг при 605°С в течение 1 ч, в – отжиг при 605°С в течение 3 ч.



Рис. 2. Микроструктура и распределение легирующих элементов между фазами в прокатанном состоянии.

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ том 121 № 10 2020



**Рис. 3.** Зависимость твердости от температуры отжига в течение 1 ч (а) (серая линия для сплава AlCuY, черная линия для сплава AlCuYFeSi) и времени после отжига при 100, 180 и 250°С (б).

температуры до  $550^{\circ}$ С происходит рекристаллизация и твердость сплавов выравнивается. В соответствии с этим примеси железа и кремния не оказывают влияния на процессы рекристаллизации в сплаве Al—6% Cu—4.05% Ег, но при этом твердость сплава с примесями выше в состояниях после отжига при низких температурах (150—250°С). Стоит отметить, что разупрочнение при температурах 150—250°С происходит в первый час отжига и с увеличение времени до 6 ч твердость практически не изменяется (рис. 36).

В табл. 2 сопоставлены результаты испытаний на одноосное растяжение исследуемого сплава в сравнение со сплавом близкого состава без примесей. После отжига при 100 и 150°С исследуемый сплав демонстрирует хороший уровень прочностных характеристик: условный предел текучести составляет 284—325 МПа, условный предел прочности 304—369 МПа, что на 20—30 МПа больше, чем в сплаве без примесей. Однако сплавы имеют весьма низкую пластичность из-за нерекристаллизованной структуры и наличия большой объемной доли интерметаллидов в структуре. Повышения пластичности до уровня более 10% удается достигнуть после отжига при 250°С, однако при этом достаточно сильно снижается предел текучести. В целом наличие постоянных примесей железа и кремния для алюминия не оказывает негативного влияния на характеристики механических свойств исследованного сплава.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено исследование влияния примесей железа и кремния на фазовый состав и механические свойства деформируемого алюминиевого сплава Al–6.3Cu–3.2Y. В литой структуре выявлено наличие фаз Al<sub>8</sub>Cu<sub>4</sub>Y, (Al,Cu)<sub>11</sub>Y<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>Cu и AlCu, и отмечено наличие пиков, которые, вероятно, соответствуют фазе Al<sub>11</sub>Cu<sub>2</sub>Y<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>. На фоне фрагментированной компактной эвтектики выделяются вытянутые иглообразные включения фазы

σ <sub>0.2</sub> , МПа	σ <sub>в</sub> , МПа	δ, %			
$354 \pm 3/294 \pm 1$	$391 \pm 1/333 \pm 2$	$2.6 \pm 0.5/3.6 \pm 0.2$			
$325 \pm 1/277 \pm 1$	$369 \pm 2/319 \pm 1$	$3.2 \pm 0.2/1.6 \pm 0.1$			
$313 \pm 3/277 \pm 3$	$359 \pm 1/313 \pm 1$	$4.0 \pm 0.1/3.0 \pm 0.8$			
$290 \pm 2/257 \pm 2$	$318 \pm 3/284 \pm 1$	$3.5 \pm 0.3/2.8 \pm 0.9$			
$284 \pm 3/254 \pm 1$	$304 \pm 2/273 \pm 1$	$3.1 \pm 0.6/2.2 \pm 0.4$			
$227 \pm 3/198 \pm 3$	$230 \pm 2/203 \pm 1$	$10.3 \pm 0.7/13.0 \pm 0.9$			
	σ0.2, MΠa 354 ± 3/294 ± 1 325 ± 1/277 ± 1 313 ± 3/277 ± 3 290 ± 2/257 ± 2 284 ± 3/254 ± 1 227 ± 3/198 ± 3	$\sigma_{0.2}, M\Pi a$ $\sigma_{B}, M\Pi a$ $354 \pm 3/294 \pm 1$ $391 \pm 1/333 \pm 2$ $325 \pm 1/277 \pm 1$ $369 \pm 2/319 \pm 1$ $313 \pm 3/277 \pm 3$ $359 \pm 1/313 \pm 1$ $290 \pm 2/257 \pm 2$ $318 \pm 3/284 \pm 1$ $284 \pm 3/254 \pm 1$ $304 \pm 2/273 \pm 1$ $227 \pm 3/198 \pm 3$ $230 \pm 2/203 \pm 1$			

Таблица 2. Характеристики механических свойств после испытаний на одноосное растяжение в деформированном и отожженном состояниях в сплавах AlCuYFeSi/AlCuY [13]

Al<sub>11</sub>Cu<sub>2</sub>Y<sub>2</sub>Si<sub>2</sub> толщиной 0.2–1 мкм и длиной 1–4 мкм в количестве не более 0.6%, не изменяющей свою морфологию в процессе гомогенизации. Примесь железа растворяется в фазах  $Al_8Cu_4Y$  и  $(Al_1Cu)_{11}Y_3$ в количестве около 1%, не изменяя их морфологии. При температурах отжига деформированных листов до 300°С структура сплава представлена вытянутыми вдоль направления прокатки зернами и имеет несколько более высокую твердость, чем тот же сплав без примесей. что обусловлено наличием большего количества достаточно дисперсных интерметаллидных частиц кристаллизационного происхождения в структуре. С увеличением температуры отжига снижается различие в твердости между рассматриваемыми сплавами. Начиная с 350°С происходит рекристаллизация и твердость сплавов выравнивается. Исследуемый сплав демонстрирует хороший уровень прочностных характеристик после отжига при 100 и 150°С: условный предел текучести составляет 284-325 МПа, условный предел прочности 304-369 МПа, что на 20–30 МПа больше, чем в сплаве без примесей. В целом наличие постоянных для алюминия примесей железа и кремния не оказывает негативного влияния на характеристики механических свойств исследованного сплава, ввиду образования малого количества достаточно компактной фазы Al<sub>11</sub>Cu<sub>2</sub>Y<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Научного Фонда (проект № 19-79-10242).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Новиков И.И*. Горячеломкость цветных металлов и сплавов. М.: Наука, 1966.
- Eskin D.G, Suyitno, Katgerman L. Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys // Prog. in Mat. Sci. 2004. V. 49. P. 629–711.
- 3. *Zolotorevsky 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.
- Zolotorevskiy 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. Zolotorevskiy 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 // Phys. of Met. and Metall. 2012. V. 113. № 11. P. 1052–1060.
- 7. *Krachan T., Stel'makhovych B., Kuz'ma Yu*. The Y–Cu– Al system // J. All. Comp. 2003. V. 349. P. 134–139.
- 8. Zhang L., Masset P.J., Tao X., Huanga G., Luo H., Liu L., Jin Z. Thermodynamic description of the Al–Cu–Y

ternary system, CALPHAD: Comp. // Coup. Ph. Diag. Thermochem. 2011. V. 35. P. 574–579.

- 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.
- 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. Ph. Diag. and Thermochem. 2008. V. 32. P. 527–534.
- Pozdniakov A.V., Barkov R.Y. Microstructure and materials characterisation of the novel Al–Cu–Y alloy // Mater. Sci. and Tech. 2018. V. 34(12). P. 1489–1496.
- Pozdnyakov A.V., Barkov R.Yu., Sarsenbaev Zh., Amer S.M., Prosviryakov A.S. Evolution of Microstructure and Mechanical Properties of a New Al–Cu–Er Wrought Alloy // Phys. Met. Metall. 2019. V. 120(6). P. 614–619.
- Amer S.M., Barkov R.Yu., Yakovtseva O.A., Pozdniakov A.V. Comparative analysis of structure and properties of quasi-binary Al–6.5Cu–2.3Y and Al–6Cu– 4.05Er alloys // Phys. Met. Metall. 2020. V. 121(5). P. 528–534.
- Pozdniakov A.V., Barkov R.Yu., Amer S.M., Levchenko V.S., Kotov A.D., Mikhaylovskaya A.V. Microstructure, mechanical properties and superplasticity of the Al–Cu– Y–Zr alloy // Mat. Sci. Eng. A 2019. V. 758. P. 28–35.
- Amer S.M., Barkov R. Yu., Yakovtseva O.A., Loginova I.S., Pozdniakov A.V. Effect of Zr on microstructure and mechanical properties of the Al–Cu–Er alloy // Mater. Sci. Tech. 2020. V. 36(4). P. 453–459.
- Zhang Y., Gao H., Kuai Y., Han Y., Wang J., Sun B., Gu S., You W. Effects of Y additions on the precipitation and recrystallization of Al–Zr alloys // Mater. Charact. 2013. V. 86. P. 1–8.
- 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.
- Zhang Y., Gu J., Tian Y., Gao H., Wang J., Sun B. Microstructural evolution and mechanical property of Al– Zr and Al–Zr–Y alloys // Mater. Sci. Eng. A 2014. V. 616. P. 132–140.
- Gao H., Feng W., Wang Y. Structural and compositional evolution of Al<sub>3</sub>(Zr,Y) precipitates in Al–Zr–Y alloy // Mater. Char. 2016. V. 121. P. 195–198.
- Gao H., Feng W., Gu J., Wang J., Sun B. Aging and recrystallization behavior of precipitation strengthened Al-0.25Zr-0.03Y alloy // J. All. and Comp. 2017. V. 696. P. 1039-1045.
- Pozdnyakov 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.
- Pozdniakov A.V., Barkov R.Y., Prosviryakov A.S., Churyumov A.Y., Golovin I.S., Zolotorevskiy V.S. Effect of Zr on the microstructure, recrystallization behavior, mechanical properties and electrical conductivity of the novel Al–Er–Y alloy // J. All. Comp. 2018. V. 765. P. 1–6.
- 23. *Hao H.L., Ni D.R., Zhang Z., Wang D., Xiao B.L., Ma Z.Y.* Microstructure and mechanical properties of Al–Mg–

ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ том 121 № 10 2020

Er sheets jointed by friction stir welding // Mater. Des. 2013. V. 52. P. 706–712.

- Dongxi Y., Xiaoyan L., Dingyong H., Hui H. 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.
- 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.
- 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.
- Cao F., Zhu X., Wang S., Shi Lu, Xu G., Wen J. Quasisuperplasticity of a banded-grained Al–Mg–Y alloy processed by continuous casting-extrusion // Mater. Sci. and Eng. A. 2017. V. 690. P. 433–445.
- Barkov R.Yu., Pozdniakov A.V., Tkachuk E., Zolotorevskiy V.S. Effect of Y on microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Mn-Zr-Sc alloy with low Sc content // Mat. Let. 2018. V. 217. P. 135–138.
- 29. Vo N.Q., Dunand D.C., Seidman D.N. Improving aging and creep resistance in a dilute Al–Sc alloy by microal-

loying with Si, Zr and Er // Acta Mater. 2014. V. 63. P. 73-85.

- De Luca A., Dunand D.C., Seidman D.N. Mechanical properties and optimization of the aging of a dilute Al– Sc–Er–Zr–Si alloy with a high Zr/Sc ratio // Acta Mater. 2016. V. 119. P. 35–42.
- 31. Booth-Morrison C., Seidman D.N., Dunand D.C. Effect of Er additions on ambient and high-temperature strength of precipitation-strengthened Al–Zr–Sc–Si alloys // Acta Mater. 2012. V. 60. P. 3643–3654.
- 32. Pozdniakov A.V., Aytmagambetov A.A., Makhov S.V., Napalkov V.I. Effect of impurities of Fe and Si on the structure and strengthening upon annealing of the Al– 0.2% Zr–0.1% Sc alloys with and without Y additive // Phys. Met. Metall. 2017. V. 118(5). P. 479–484.
- Pozdnyakov A.V., Barkov R.Yu. Effect of impurities on the phase composition and properties of a new alloy of the Al-Y-Er-Zr-Sc system // Metallurgist. 2019. V. 63(1-2). P. 79-86.
- Amer S.M., Barkov R.Yu., Pozdniakov A.V. Effect of Impurities On Phase Composition And Properties Of Al– 6% Cu–4.05% Er Wrought Alloy // Phys. Met. Metall. 2020. V. 121(5). P. 1–5.