ФИЗИКА МЕТАЛЛОВ И МЕТАЛЛОВЕДЕНИЕ, 2020, том 121, № 5, с. 550–554

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.715:539.4

ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСЕЙ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СВОЙСТВА ДЕФОРМИРУЕМОГО СПЛАВА AI-6% Cu-4.05% Er

© 2020 г. С. М. Амер^{*a*}, Р. Ю. Барков^{*a*}, А. В. Поздняков^{*a*}, *

^аНИТУ "МИСиС", Ленинский пр., 4, Москва, 119049 Россия *e-mail: pozdniakov@misis.ru Поступила в редакцию 10.10.2019 г. После доработки 03.11.2019 г.

Принята к публикации 11.12.2019 г.

Исследовано влияние примесей на фазовый состав и свойства деформируемого сплава системы Al– Cu–Er. Согласно результатам сканирующей электронной микроскопии и рентгенофазового анализа в структуре сплава присутствуют частицы фаз кристаллизационного происхождения Al₈Cu₄Er, Al₃Er и Al₃Er₂Si₂. При этом после отжига при 605°C фазы Al₈Cu₄Er и Al₃Er имеют компактную близкую к сферической морфологию и максимальный размер до 3 мкм, а фаза Al₃Er₂Si₂ – игольчатую форму длиной до 15 мкм. После прокатки в структуре не выявлено игольчатых фаз, что говорит о дроблении фазы Al₃Er₂Si₂. Примеси железа и кремния не оказывают существенного влияния на рекристаллизацию сплава, но несколько повышают его твердость после отжига при низких температурах до 250°C. После отжига при 100 и 150°C исследуемый сплав демонстрирует достаточно высокий уровень механических свойств по результатам испытаний на одноосное растяжение: условный предел текучести составляет 277–310 МПа, условный предел прочности 308–350 МПа, что на 10–30 МПа больше, чем в сплаве без примесей.

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

DOI: 10.31857/S0015323020050034

введение

Достаточно прочные как при комнатной, так и при повышенных температурах сплавы системы Al-Cu отличаются самой низкой технологичностью при литье среди алюминиевых сплавов [1-4]. Повышение характеристик литейных свойств, в частности показателя горячеломкости, до уровня близкого к медистым силуминам возможно за счет легирования эвтектикообразующими элементами, к примеру, кремнием, никелем, железом, марганцем [5, 6]. Альтернативный вариант это поиск новых перспективных базовых систем легирования. К таким можно отнести системы Al–Cu–Y и Al–Cu–Er, сплавы которых, лежащие на квазибинарных разрезах Al-Al₈Cu₄Y [7, 8] и Al-Al₈Cu₄Er [9, 10], имеют низкий интервал кристаллизации (менее 40°С) и хороший уровень механических свойств [11–13]. При этом эвтектические фазы Al₈Cu₄Y и Al₈Cu₄Er сохраняют высокую дисперсность в процессе высокотемпературной гомогенизации [11-14]. Дополнительное легирование, к примеру, цирконием позволяет повысить уровень механических свойств деформированных сплавов за счет наличия в структуре дисперсоидов, образовавшихся в процессе гомогенизационного отжига [14]. Проведенные ранее исследования не учитывали влияния неизбежных при производстве алюминиевых сплавов примесей - железа и кремния. Даже небольшое содержание примесей кремния и железа может оказать весомое влияние на фазовый состав и свойства алюминиевых сплавов, в частности, легированных эрбием [15-18]. Так, например, авторы [15, 16] показали что наличие примеси кремния в низколегированном алюминиевом сплаве с добавками циркония, скандия и эрбия приводит к повышению эффекта упрочнения в процессе отжига слитков за счет повышения плотности выделения дисперсоидов. В [17] показано образование интерметаллидных фаз иттрия в сплавах с иттрием и примесями железа и кремния, что, в свою очередь, позволяет скандию полностью перейти в твердый раствор при кристаллизации. В сплаве Al-Y-Er-Zr-Sc примеси приводят к образованию сложных кристаллизационных фаз с легирующими компонентами, что снижает пересыщенность твердого раствора и, соответственно, упрочняющий эффект от последующей термической обработки [18]. В данной работе с использованием сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), рентгенофазового анализа, построения кинетических кривых твердости и определения механических свойств при испытаниях на растяжение рассмотрено влияние примесей железа и кремния на фазовый состав и свойства деформируемого сплава Al-6% Cu-4.05% Er.



Рис. 1. Микроструктура (а, в, г) (СЭМ) и рентгенограмма (б) сплава AlCuErFeSi: а – литое состояние, б – отжиг при 605°С в течение 1 ч, в – отжиг при 605°С в течение 3 ч. На рис. 1б черная нижняя линия соответствует сплаву AlCuErFeSi, а серая верхняя линия – сплаву AlCuEr без примесей. На вставках на рис. 1в, 1г приведены карты распределения легирующих элементов в выделенных фрагментах.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Сплав Al–6Cu–4.05Er–0.15Fe–0.15Si (AlCuErFeSi) выплавлен в печи сопротивления из алюминия марки A99 [19] и лигатур Al–51.7% Cu, Al–10% Er, Al–10% Si, Al–10% Fe. Расплав с температуры 750°С разливали в медную водоохлаждаемую изложницу с размером внутренней полости $20 \times 40 \times$ × 120 мм. Слиток после термической обработки (гомогенизации при 605°С в течение 1 ч) был прокатан до толщины 10 мм при температуре 440°С и до 1 мм при комнатной температуре. Отжиг после прокатки проводили при температурах 100–550°С в течение различного времени. Термическую обработку проводили в печах "Nabertherm" и "SNOL" с точностью поддержания температуры 1°С.

Подготовку шлифов для микроструктурных исследований производили на шлифовально — полировальной установке Struers Labopol-5. Микроструктурные исследования и идентификацию фаз осуществляли на световом микроскопе (СМ) Neophot 30, на СЭМ TESCAN VEGA 3LMH с энергодисперсионным детектором X-Max 80 и рентгеновском дифрактометре Bruker D8 Advance.

Твердость измеряли стандартным методом Виккерса, ошибка в определении не превышала 3 HV. Испытания на растяжение проводили на универсальной испытательной машине Zwick/Roll Z250 серии Allround в комплексе с автоматическим датчиком продольной деформации.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1а представлена литая микроструктура сплава AlCuErFeSi. Помимо алюминиевой матрицы в структуре выявлена дисперсная эвтектика. Согласно результатам предыдущих исследований [12, 13] интерметаллидная фаза в эвтектике соответствует соединению Al₈Cu₄Er. По результатам рентгенофазового анализа (рис. 16) выявлено наличие пиков соответствующих алюминию, фа-



Рис. 2. Микроструктура сплава после прокатки и распределение легирующих элементов между фазами в выделенном участке (a), б – увеличенное изображение центральной части рис. 2a.

зам Al_8Cu_4Er , Al_3Er и несколько не идентифицированных пиков, которые, вероятно, соответствуют тройной фазе (Al, Er, Si). Это предположение вытекает из анализа микроструктуры сплава после гомогенизации при температуре 605°С (рис. 1в, 1г). В процессе гомогенизации происходит фрагментация и сфероидизация фаз Al₈Cu₄Er и Al₃Er, и в структуре выявляются вытянутые иглообразные включения длиной до 15 мкм. обогашенные эрбием и кремнием (см. карты распределения элементов в выделенных областях на рис. 1в, 1г). Данные выделения выявить в литой структуре на фоне сплошной эвтектики не удалось. Согласно литературным данным, в тройной системе Al-Er-Si в алюминиевом углу диаграммы возможно образование двух тройных соединений Al₃Er₂Si₂ и Al_{2.8}ErSi_{0.2} [20, 21]. Согласно точечному анализу иглообразных выделений, атомное соотношение эрбия и кремния в них близко к 1, что говорит о возможности соответствия этих фаз соединению Al₃Er₂Si₂. Железо-содержащих фаз в структуре не выявлено. Железо растворяется в фазах Al₈Cu₄Er и Al₃Er в количестве до 1%, не изменяя их морфологии. В структуре также отмечено присутствие фазы Al₂Cu (рис. 1в), растворение неравновесного избытка которой наряду с фазой AlCu [12, 13] приводит к увеличению концентрации меди в алюминиевом твердом растворе с 1.8% в литом состоянии до 2.2% после 1 и 3 ч гомогенизации. При этом размер фаз кристаллизационного происхождения увеличивается до 3 мкм после 1 ч отжига и практически не изменяется с увеличением времени до 3 ч (рис. 1в, 1г). В соответствии с этим, был выбран 1-часовой режим гомогенизации при температуре 605°С перед прокаткой слитка.

На рис. 2 представлена структура исследуемого сплава после прокатки. Фазы Al_8Cu_4Er и Al_3Er , имея компактную, близкую к сферической морфологию, однородно распределяются в матрице. А иглообразные частицы фазы $Al_3Er_2Si_2$ дробятся в процессе деформационной обработки (рис. 2). В деформированном состоянии не выявлено присутствия игольчатых фаз.

На рис. 3 представлено изменение твердости в результате 1-часовых отжигов в температурном интервале 100-550°С и в зависимости от времени отжига (0.5-6 ч) при температурах 150, 180 и 250°С. При низких температурах отжига (до 300°C) исследованный 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 температуры до 550°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 после отжига при низких температурах (150-250°С) выше. Стоит отметить, что разупрочнение при температурах 150-250°С происходит в первый час отжига, и с увеличением времени до 6 ч твердость практически не изменяется (рис. 3б).

В табл. 1 представлены результаты испытаний на одноосное растяжение исследуемого сплава в сравнении с тем же сплавом без примесей. По изменению условного предела текучести ($\sigma_{0,2}$) в зависимости от температуры отжига можно выявить ту же закономерность, что и для твердости – с повышением температуры прочностные свойства сплавов выравниваются, и после отжига при 250°С они практически одинаковы (табл. 1). При этом после отжига при 100 и 150°С исследуемый сплав



Рис. 3. Зависимость твердости от температуры отжига в течение 1 ч (а) и времени отжига при 100, 180 и 250°С (б) (○ – для сплава AlCuErFeSi, □ – для сплава AlCuEr). Для сплава AlCuErFeSi на рис. За на вставках приведены микроструктуры (CM).

демонстрирует хороший уровень прочностных характеристик: условный предел текучести составляет 277—310 МПа, условный предел прочности 308—350 МПа, что на 10—30 МПа больше, чем в сплаве без примесей.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовано влияние примесей железа (0.15%) и кремния (0.15%) на фазовый состав и свойства деформируемого сплава Al—6Cu—4.05Er. Методами сканирующей электронной микроскопии и рентгенофазового анализа в структуре сплава идентифицированы частицы избыточных фаз кристаллизационного происхождения Al₈Cu₄Er, Al₃Er и Al₃Er₂Si₂. Железо растворяется в фазах Al₈Cu₄Er и Al₃Er в количестве до 1%, не изменяя их морфологии. При этом после отжига при 605°С фазы Al₈Cu₄Er и Al₃Er имеют компактную близкую к сферической форму и размер до 3 мкм, а фаза Al₃Er₂Si₂ – игольчатую форму длиной до 15 мкм. В процессе прокатки частицы фазы Al₃Er₂Si₂ дробятся, и в структуре не выявляется игольчатых фаз. 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 после отжига при низких температурах (150-250°С) выше. При этом после отжига при 100 и 150°С исследуемый сплав демонстрирует хороший уровень прочностных характеристик: условный предел текучести составляет 277-310 МПа, условный предел прочности 308–350 МПа, что на 10-30 МПа больше, чем в сплаве без примесей.

Состояние	σ _{0.2} , МПа	σ _в , МПа	δ, %
Деформированное	335 ± 2 / 298 ± 2	368 ± 4 / 335 ± 4	$2.3 \pm 0.3 / 3.5 \pm 0.3$
Отжиг 100°С, 1 ч	$310 \pm 1 / 282 \pm 1$	$350 \pm 2 \ / \ 318 \pm 2$	$4.3 \pm 0.8 \ / \ 3.1 \pm 0.7$
Отжиг 100°С, 3 ч	306 ± 3 / 278 ± 3	343 ± 1 / 312 ± 1	3.4 ± 0.4 / 2.8 ± 0.4
Отжиг 150°С, 1 ч	$284 \pm 2 \ / \ 273 \pm 2$	$316 \pm 2 \ / \ 302 \pm 2$	2.4 ± 0.3 / 2.8 ± 0.9
Отжиг 150°С, 3 ч	$277 \pm 2 \ / \ 267 \pm 2$	308 ± 3 / 289 ± 3	$3.3 \pm 0.7 / 2.8 \pm 0.7$
Отжиг 250°С, 0.5 ч	229 ± 4 / 225 ± 1	244 ± 4 / 234 ± 2	6.3 ± 0.2 / 3.1 ± 1.2

Таблица 1. Характеристики механических свойств по результатам испытаний на одноосное растяжение сплавов AlCuErFeSi/AlCuEr [13] в деформированном и отожженном состояниях

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. 299 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. *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. 3470 p.
- 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.
- 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. Met. Metall. 2012. V. 113. № 11. P. 1052–1060.
- Krachan T., Stel'makhovych B., Kuz'ma Yu. The Y– Cu–Al system // J. All. Comp. 2003. V. 349. P. 134–139.
- 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. and 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.

- 11. *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.
- 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.
- 13. 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. № 3. In press.
- 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 // Mater. Sci. Eng. A. 2019. V. 758. P. 28–35.
- 15. 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.
- Vo N.Q., Dunand D.C., Seidman D.N. Improving aging and creep resistance in a dilute Al–Sc alloy by microalloying with Si, Zr and Er // Acta Mater. 2014. V. 63. P. 73–85.
- 17. 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.
- ГОСТ 11069–2001. Алюминий первичный. Марки. М., 2001.
- 20. *Raghavan V.* Al–Er–Si (Aluminum-Erbium-Silicon) // J. Phase Equilib. Diffus. 2010. V. 31. № 1. P. 44–45.
- Pukas S., Łasocha W., Gladyshevskii R. Phase equilibria in the Er–Al–Si system at 873 K // Calphad. 2009. V. 33. № 1. P. 23–26.