

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.715:539.4

ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСЕЙ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СВОЙСТВА СПЛАВА Al–Cu–Gd

© 2022 г. М. В. Барков^а, О. И. Мамзурина^а, М. В. Главатских^а,
Р. Ю. Барков^{а, *}, А. В. Поздняков^а

^аНИТУ “МИСисС”, Ленинский просп., 4, Москва, 119049 Россия

*e-mail: barkov@misis.ru

Поступила в редакцию 13.12.2021 г.

После доработки 25.01.2022 г.

Принята к публикации 04.02.2022 г.

Проведено исследование влияния примесей железа и кремния на фазовый состав и свойства нового квазибинарного сплава системы Al–Cu–Gd. Микроструктура литого сплава представлена алюминиевым твердым раствором, дисперсной эвтектикой с фазой Al_8Cu_4Gd , в которой растворяется около 1% примеси железа, и фазой (AlGdCuSi), примерного состава $Al_{80}Gd_5Cu_8Si_5$. Высокотемпературная гомогенизация при 600°C приводит к фрагментации и сфероидизации фаз кристаллизационного происхождения, в том числе и фазы образованной примесью кремния. При отжиге деформированных листов при температурах до 250°C разупрочнение, связанное с прохождением процессов возврата и полигонизации, в сплавах с примесями и без протекает примерно одинаково. Полностью структура рекристаллизуется после часового отжига при 300°, при этом средний размер зерна составляет 7.5 мкм и незначительно больше после отжига при 550°C – 11 мкм. После отжига прокатанных сплавов при 100–150°C предел текучести составляет 227–276 МПа при удлинении более 5%. Примеси железа и кремния не оказывают негативного влияния на микроструктуру и механические свойства нового сплава.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, гадолиний, примеси, микроструктура, фазовый состав, твердость

DOI: 10.31857/S0015323022060031

ВВЕДЕНИЕ

Наличие неизбежных для алюминия примесей железа и кремния может существенно влиять на фазовый состав и, соответственно, структуру алюминиевых сплавов. Морфология фаз с примесями меняется от пластинчато-игольчатой до разветвленной компактной, что может существенно сказаться на пластичности [1, 2]. При разработке новых сплавов необходимо обязательно учитывать влияние примесей. Исследования последних лет показали перспективность систем Al–Ce–Cu [3, 4], Al–Cu–Y [5–10], Al–Cu–Er [6, 9–14], Al–Cu–Yb [15] и Al–Cu–Gd [15] для разработки на их основе новых высокотехнологичных и жаропрочных литейных и деформируемых сплавов. Тройные квазибинарные сплавы этих систем имеют узкий интервал кристаллизации, а эвтектические фазы высокую термическую стабильность [5, 6, 11, 15]. Дополнительное легирование позволяет существенно повысить их прочностные характеристики [7–10, 12–14]. Авторы работ [16, 17], изучая влияние примесей на фазовый состав и свой-

ства тройных сплавов Al–Cu–Y и Al–Cu–Er, выявили образование в процессе кристаллизации достаточно компактных фаз $Al_{11}Cu_2Y_2Si_2$ и $Al_3Er_2Si_2$. Железо при этом растворялось в другой фазе кристаллизационного происхождения, не образуя грубых пластинчатых частиц. В дополнение кремний в сплавах алюминия с редкоземельными металлами [18–20] приводит к ускорению процессов упрочнения при отжиге. В работе [21] установлено, что добавка иттрия в сплав со скандием и цирконием приводит к образованию фазы (Al, Y, Fe, Si)/ $Al_{10}Fe_2Y$, при этом скандий полностью растворяется в матрице. 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 иттрием и эрбием [22]. Малые добавки гадолиния в алюминиевых сплавах, легированных так же цирконием и/или скандием, позволяют повысить эффект от дисперсионного упрочнения [23–26].

Настоящее исследование посвящено изучению влияния примесей железа и кремния на фазовый состав и механические свойства деформируемого сплава Al–4.5Cu–2.5Gd.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Сплав состава Al–4.5Cu–2.5Gd–0.15Fe–0.15Si (AlCuGdFeSi) выплавлен в печи сопротивления из Al (99.7%), меди (99.9%) и лигатуры Al–10Gd (все составы указаны в мас. %). Расплав заливали в медную водоохлаждаемую изложницу с внутренней полостью 20 × 40 × 100 мм при скорости охлаждения около 15 К/с. Термическую обработку проводили в печах “Nabertherm” и “Snol” с вентилятором и точностью поддержания температуры 1°C. Подготовку шлифов для микроструктурных исследований производили на шлифовально – полировальной установке Struers Laborpol-5. Микроструктурные исследования и идентификацию фаз проводили на световом микроскопе (СМ) Zeiss и сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) TESCAN VEGA 3LMH с использованием энергодисперсионного детектора X-Max 80. Калориметрический анализ проводили на дифференциальном сканирующем калориметре (ДСК) Labsys Setaram. Рентгенофазовый анализ проведен с использованием дифрактометра Bruker D8 Advanced. Слиток после термической обработки (гомогенизации при 600°C в течение 3 ч с последующей закалкой в воде) был прокатан до толщины 10 мм при температуре 440°C и до 1 мм при комнатной температуре. Отжиг после прокатки проводили при температурах 100–550°C в течение различного времени. Твердость измеряли стандартным методом Виккерса при нагрузке 49 Н и выдержке 15 с. Испытания на растяжение проводили на машине Zwick/Roell Z250 серии Allround с автоматическим датчиком продольной деформации.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ОБСУЖДЕНИЕ

Рисунок 1 иллюстрирует микроструктуру и фазовый состав исследуемого сплава AlCuGdFeSi в литом состоянии. Микроструктура представлена алюминиевым твердым раствором (Al), дисперсной эвтектикой и отдельными более светлыми включениями фазы кристаллизационного происхождения (рис. 1а). Средняя концентрация меди в (Al) составляет 1.4%, гадолиния – 0.2% и кремния – 0.1%. Дисперсная эвтектика состоит из (Al) и фазы, обогащенной медью и гадолинием, в которой также определено около 1% Fe. Основной эвтектической фазой является фаза Al₈Cu₄Gd, как и в сплаве без примесей [15]. На рентгенограмме определены пики этой фазы в интервале углов

40°–41° (серая кривая для сплава AlCuGdFeSi). Для сравнения на рис. 1б (черная кривая) также приведена рентгенограмма сплава того же состава без примесей. Более светлые включения в микроструктуре обогащены медью, гадолинием и кремнием. На рентгенограмме сплава с примесями выявлены пики, которых не было в сплаве AlCuGd на углах 31°, 33.5° и 36.8°. Данные пики соответствуют фазе образованной примесью кремния (AlGdCuSi). Согласно точечному анализу в СЭМ эта фаза содержит около 60.5Al, 23Gd, 13Cu и 3.5Si (в массовых %), что в атомных процентах составит 82.5Al, 5.4Gd, 7.5Cu и 4.6Si. С учетом, что фаза достаточно дисперсная, содержание в ней легирующих элементов занижено на фоне алюминиевой матрицы. Однако соотношение элементов в фазе в разных частицах примерно постоянно. И в первом приближении фазу можно записать как Al₈₀Gd₅Cu₈Si₅.

Температура солидуса сплава AlCuGdFeSi составляет 612°C, а ликвидуса – 633°C (рис. 2).

В соответствие с этим, гомогенизацию слитка проводили при температуре 600°C. В процессе гомогенизации перед закалкой происходит растворение неравновесного избытка фаз кристаллизационного происхождения, фрагментация и сфероидизация равновесных интерметаллидов. После 1 ч гомогенизации (рис. 3а) размер частиц избыточных фаз составляет около 1 мкм, увеличение времени до 3 ч приводит к их незначительному росту до 1.5 мкм. При этом частицы фазы (AlGdCuSi) также приобретают компактную сферическую форму (рис. 3б). Шестичасовая гомогенизация при 600°C приводит к еще большему росту частиц, но при этом состав алюминиевого твердого раствора уже не изменяется. После 1 ч содержание меди составляет 1.5%, а после 3 ч выдержки достигает максимума в 1.7%.

Зависимости твердости холоднодеформированного сплава от времени отжига при 100, 180 и 210°C и от температуры отжига в течение 1 ч представлены на рис. 4. Для сравнения результаты сопоставлены с характеристиками сплава AlCuGd близкого состава без примесей [15]. После прокатки твердость листа сплава AlCuGd составляет 103 HV, а сплава с примесями примерно та же – 101 HV. Разупрочнение при низких температурах до 250°C в обоих сплавах протекает примерно одинаково. Твердость резко снижается после 0.5 ч с постепенным замедлением после 2 ч и практически не изменяется до 6 ч отжига (рис. 4а). Разупрочнение при температурах до 250°C связано с прохождением процессов возврата и полигонизации. Зеренная структура после часа отжига при 250°C представлена вытянутыми в направлении прокатки волокнами (вставка микроструктуры на

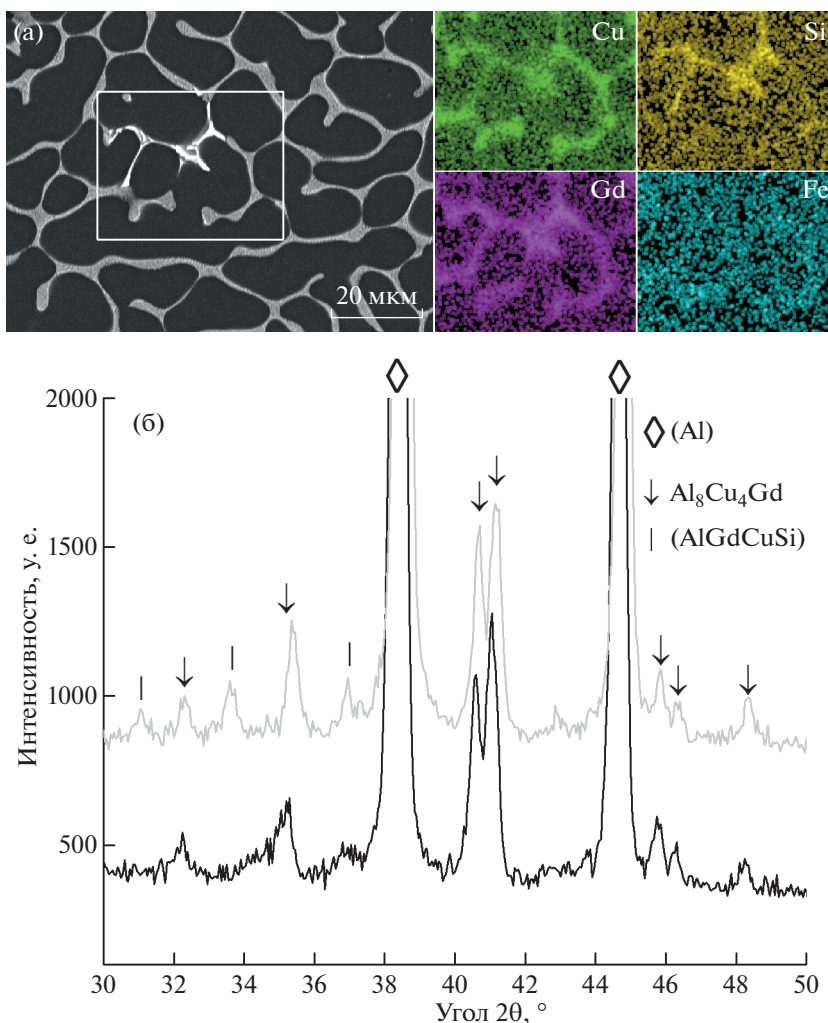


Рис. 1. Литая микроструктура и распределение легирующих элементов между фазами (а) (СЭМ) и рентгенограмма (б) сплава AlCuGdFeSi (черная линия – сплав AlCuGd, серая – исследуемый сплав AlCuGdFeSi).

рис. 46). Полностью рекристаллизованная структура со средним размером зерна 7.5 мкм выявлена после отжига при 300°C (вставка микроструктуры на рис. 46). При увеличении температуры отжига до 550°C размер зерна несущественно увеличивается до 11 мкм. При этом сплав с примесями имеет несколько более высокую твердость в сравнение со сплавом близкого состава без примесей. Похожие результаты получены при исследовании влияния примесей на свойства сплавов AlCuY [16] и AlCuEr [17].

Результаты испытаний на одноосное растяжение сплава AlCuGdFeSi в холоднотемпературном состоянии и после последующего отжига представлены в таблице в сравнение со сплавом AlCuGd без примесей. Исследуемый сплав демонстрирует достаточно высокий уровень характеристик механических свойств. Результаты по пределу текучести достаточно хорошо коррелиру-

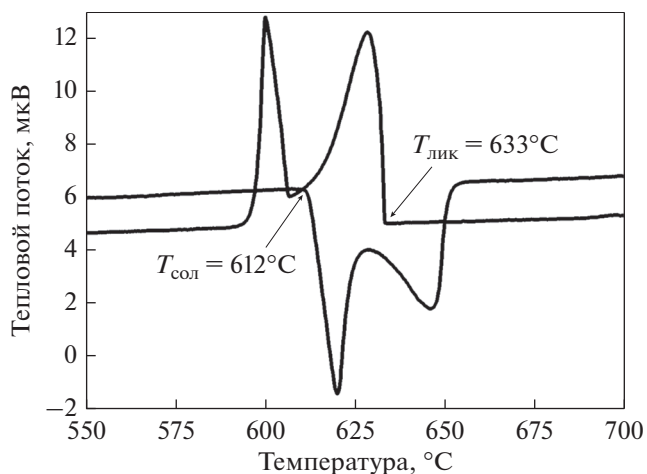


Рис. 2. ДСК-кривые нагрева и охлаждения сплава AlCuGdFeSi.

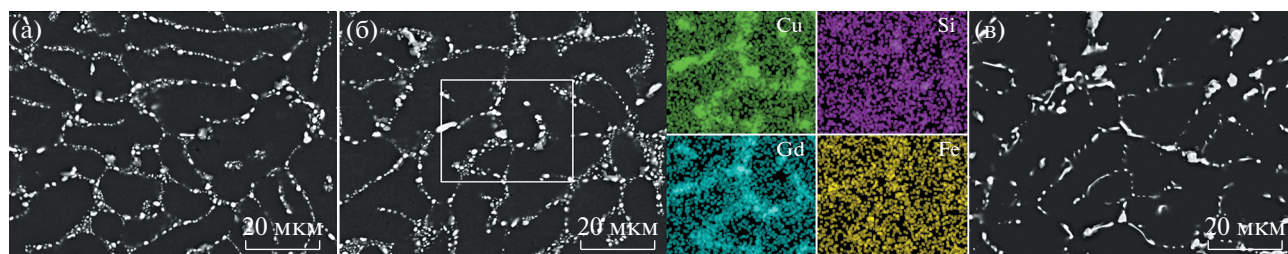


Рис. 3. Микроструктуры сплава AlCuGdFeSi после закалки с 600°C с выдержками 1 (а), 3 (б) и 6 (в) часов; для (б) представлено распределение легирующих элементов между фазами в выделенном прямоугольнике.

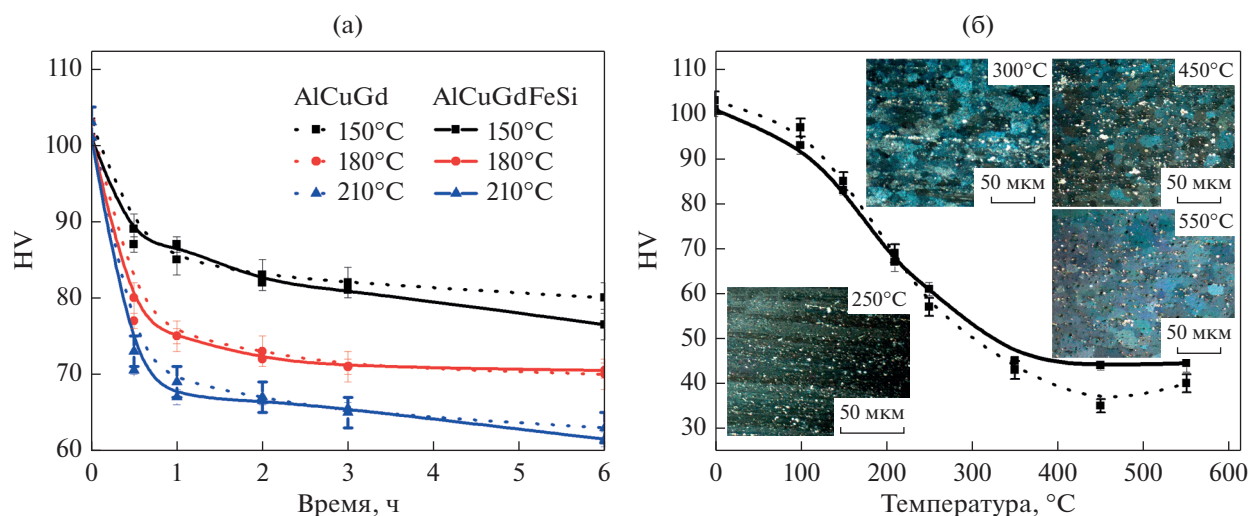


Рис. 4. Зависимости твердости холоднодеформированных сплавов от времени отжига при 100, 180 и 250°C (а) и от температуры отжига в течение 1 ч (б) (пунктирные линии для сплава AlCuGd, сплошные линии для сплава AlCuGdFeSi).

ют с результатами измерения твердости. После низких температур отжига 100–150°C сплавы с примесями и без имеют примерно одинаковый предел текучести 227–276 МПа при удлинении более 5% для сплава AlCuGdFeSi. После отжига при 250°C различие в величине предела текучести бо-

лее заметно – 198 МПа для сплава с примесями против 175 МПа в сплаве без примесей.

Примеси железа и кремния не оказывают негативного влияния на механические свойства нового сплава после прокатки и последующего отжига.

Таблица 1. Характеристики механических свойств после испытаний на одноосное растяжение в деформированном и отожженном состояниях в сплавах AlCuGdFeSi/AlCuGd [15]

Состояние	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Деформированное	287 ± 5/290 ± 1	315 ± 5/315 ± 2	4.8 ± 0.1/2.1 ± 0.1
Отжиг 100°C, 1 час	276 ± 1/266 ± 2	302 ± 2/285 ± 3	5.2 ± 0.2/3 ± 1
Отжиг 100°C, 3 часа	261 ± 3/254 ± 3	294 ± 1/278 ± 4	5.8 ± 0.4/4.2 ± 0.6
Отжиг 150°C, 1 час	236 ± 2/237 ± 2	261 ± 2/253 ± 1	5.4 ± 0.2/5.5 ± 0.5
Отжиг 150°C, 3 часа	233 ± 2/227 ± 1	253 ± 2/244 ± 2	5.4 ± 0.2/4 ± 1
Отжиг 250°C, 0,5 часа	198 ± 1/175 ± 4	200 ± 1/182 ± 3	13.0 ± 0.5/16.0 ± 1.2

ВЫВОДЫ

Исследовано влияние примесей на фазовый состав и свойства квазибинарного сплава системы Al–Cu–Gd. Примеси железа и кремния не оказывают негативного влияния на микроструктуру и механические свойства нового сплава.

1. В литой структуре выявлено наличие алюминиевого твердого раствора, дисперсной эвтектики с фазой Al_8Cu_4Gd , в которой растворено около 1% примеси железа, и фазы (AlGdCuSi), примерного состава $Al_{80}Gd_5Cu_8Si_5$.

2. Гомогенизация при $600^\circ C$ приводит к фрагментации и сфероидизации фаз кристаллизационного происхождения, в том числе и фазы, образованной с примесью кремния.

3. Разупрочнение, связанное с прохождением процессов возврата и полигонизации, при температурах отжига до $250^\circ C$ после прокатки в сплавах с примесями и без протекает примерно одинаково. Твердость резко снижается после 0.5 ч с постепенным замедлением после 2 ч и практически не изменяется до 6 ч отжига.

4. Структура полностью рекристаллизуется после часового отжига при $300^\circ C$, при этом средний размер зерна составляет 7.5 мкм и незначительно больше после отжига при $550^\circ C$ – 11 мкм.

5. После отжига прокатанного сплава при 100 – $150^\circ C$ предел текучести составляет 227–276 МПа при удлинении более 5%.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского Научного Фонда (проект № 21-79-00193).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Zolotarevsky V.S., Belov N.A., Glazoff M.V.* Casting Aluminum Alloys, Alcoa Technical Center, Alcoa Center, PA, United States, 2007. 530 p.
2. *ASM HANDBOOK*. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials. V. 2. The Materials Information Company, 2010.
3. *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.
4. *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.
5. *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.
6. *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. of Met. and Metall.* 2020. V. 121. № 5. P. 528–534.
7. *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.
8. *Amer S.M., Barkov R.Yu., Pozdniakov A.V.* Effect of Mn on the Phase Composition and Properties of Al–Cu–Y–Zr Alloy // *Phys. Met. Metall.* 2020. V. 121. № 12. P. 1227–1232.
9. *Amer S.M., Barkov R.Y., Prosviryakov A.S., Pozdniakov A.V.* Structure and properties of new heat-resistant cast alloys based on the Al–Cu–Y and Al–Cu–Er systems // *Phys. Met. Metall.* 2021. V. 122. P. 908–914.
10. *Amer S.M., Barkov R.Y., Prosviryakov A.S., Pozdniakov A.V.* Structure and properties of new wrought Al–Cu–Y and Al–Cu–Er based alloys // *Phys. Met. Metall.* 2021. V. 122. P. 915–922.
11. *Pozdniakov A.V., Barkov R.Yu., Sarsenbaev Zh., Amer S.M. and 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.
12. *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.
13. *Amer S.M., Mikhaylovskaya A.V., Barkov R.Yu., Kotov A.D., Mochugovskiy A.G., Yakovtseva O.A., Glavatskikh M.V., Loginova I.S., Medvedeva S.V., Pozdniakov A.V.* Effect of Homogenization Treatment Regime on Microstructure, Recrystallization Behavior, Mechanical Properties, and Superplasticity of Al–Cu–Er–Zr Alloy // *JOM.* 2021. V. 73. № 10. P. 3092–3101.
14. *Amer S., Yakovtseva O., Loginova I., Medvedeva S., Prosviryakov A., Bazlov A., Barkov R., Pozdniakov A.* The Phase Composition and Mechanical Properties of the Novel Precipitation-Strengthening Al–Cu–Er–Mn–Zr Alloy // *Appl. Sci.* 2020. V. 10. P. 5345.
15. *Amer S., Barkov R., Pozdniakov A.* Microstructure and Mechanical Properties of Novel Quasibinary Al–Cu–Yb and Al–Cu–Gd Alloys // *Metals.* 2021. V. 11. P. 476.
16. *Amer S.M., Barkov R.Yu., Pozdniakov A.V.* Effect of Iron and Silicon Impurities on Phase Composition and Mechanical Properties of Al–6.3Cu–3.2Y Alloy // *Phys. Met. Metall.* 2020. V. 121. № 10. P. 1002–1007.
17. *Amer S.M., Barkov R.Yu., Pozdniakov A.V.* Effect of Impurities on the Phase Composition and Properties of a Wrought Al–6% Cu–4.05% Er Alloy // *Phys. Met. Metall.* 2020. V. 121. № 5. P. 495–499.
18. *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.
19. *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.
20. *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.

21. *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.
22. *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.
23. *Karnesky R.A., van Dalen M.E., Dunand D.C., Seidman D.N.* Effects of substituting rare-earth elements for scandium in a precipitation-strengthened Al–0.08 at. % Sc alloy // *Scripta Mater.* 2006. V. 55. № 5. P. 437–440.
24. *Van Dalen M.E., Dunand D.C., Seidman D.N.* Nanoscale precipitation and mechanical properties of Al–0.06 at. % Sc alloys microalloyed with Yb or Gd // *J. Mat. Sci.* 2006. V. 41. P. 7814–7823.
25. *Van Dalen M.E., Dunand D.C., Seidman D.N.* Microstructural evolution and creep properties of precipitation-strengthened Al–0.06Sc–0.02Gd and Al–0.06Sc–0.02Yb (at %) alloys // *Acta Mater.* 2011. V. 59. № 13. P. 5224–5237.
26. *Cacciamani G., De Negri S., Saccone A., Ferro R.* The Al–R–Mg (R = Gd, Dy, Ho) systems. Part I: experimental investigation // *Intermetallics.* 2003. V. 11. P. 1125–113.