

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.715:539.389.3

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ЛИСТОВ СПЛАВОВ Al–Zn–Mg–Cu–Zr–Y(Er), ЛЕГИРОВАННЫХ МАРГАНЦЕМ

© 2023 г. М. В. Главатских^а, *, Р. Ю. Барков^а, М. Г. Хомутов^а, А. В. Поздняков^а

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

*e-mail: glavatskikh@edu.misis.ru

Поступила в редакцию 20.09.2022 г.

После доработки 24.03.2023 г.

Принята к публикации 03.04.2023 г.

Исследована структура и свойства прокатанных сплавов Al–Zn–Mg–Cu–Zr–Y(Er), легированных марганцем и модифицированных титаном. По результатам испытаний на растяжение в деформированном и отожженном при 120–150°C в течение одного часа состоянии сплавы AlZnMgCuMnTi и AlZnMgCuMnTiEr имеют высокий предел текучести 417–456 МПа при небольшом относительном удлинении 2–5.2%. Наличие дополнительных дисперсоидообразующих элементов иттрия и эрбия повышает плотность выделения частиц в процессе гомогенизационного отжига, повышая температуру начала рекристаллизации и твердость прокатанных сплавов. После одночасового отжига при 350°C структура сплава AlZnMgCuMnTi полностью рекристаллизована, в то время как в сплавах с иттрием и эрбием рекристаллизация только начинается. После закалки с 465°C и старения при 120°C исследуемые сплавы имеют предел текучести более 410 МПа, предел прочности более 520 МПа и относительное удлинение более 10%. Полученные свойства выше чем свойства плакированных листов высокопрочного термоупрочняемого сплава Al–Zn–Mg–Cu (B95A) и прутков сплавов AlZn_{4.5}Mg_{1.5}Mn и AlZnMg_{1.5}Mn и находятся на уровне свойств прутков сплава Al–Zn–Mg–Cu (B95).

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, эрбий, иттрий, микроструктура, фазовый состав, старение, растяжение

DOI: 10.31857/S0015323022601283, EDN: WRBZSU

ВВЕДЕНИЕ

Сплавы системы Al–Zn–Mg–Cu (Zn/Mg > 1), имея высокую прочность при комнатной температуре, уступают в литейных характеристиках, коррозионной стойкости и жаропрочности другим алюминиевым сплавам [1–4]. Уменьшение содержания цинка, выравнивание соотношения Zn/Mg при суммарном их количестве около 6% и удаление меди из состава сплава понижает прочность деформируемых полуфабрикатов (σ_b менее 400 МПа), улучшает свариваемость сплавов, повышает их коррозионную стойкость и термическую стабильность [1, 2, 4–8]. Одним из путей повышения технологичности при литье и сварке плавлением и жаропрочности является легирование эвтектикообразующими [5, 9–11] и редкоземельными металлами. В частности, цирконий — один из первых дисперсоидообразующих элементов, приводящий к повышению прочности, а в дополнение, являясь эффективным модификатором зерна, повышает литейные свойства сплавов [12–18]. В результате в сплавах после термомеханической обработки формируется структура, со-

стоящая из легированной матрицы, упрочненной дисперсоидами и продуктами старения, и компактных эвтектических жаропрочных частиц [19–24]. Такая же структура формируется в квазибинарных сплавах Al–Cu–Y и Al–Cu–Er при дополнительном легировании [25–34].

В работе [35] показано, что при легировании иттрием или эрбием сплавов Al–Zn–Mg–Cu–Zr с повышенным содержанием меди и соотношением Zn/Mg близким к одному, улучшаются литейные свойства и стойкость к разупрочнению при перестаривании. Сплавы имеют высокий предел текучести на сжатие при температурах 150–250°C. Дополнительное легирование марганцем приводит к связыванию части меди в нерастворимые фазы кристаллизационного происхождения и небольшому снижению упрочняющего эффекта от старения, а модифицирование титаном частично компенсирует данный эффект [36].

Цель настоящей работы — исследование эволюции свойств в процессе отжига листов сплавов Al–Zn–Mg–Cu–Zr–Y(Er) легированных марганцем и модифицированных титаном.

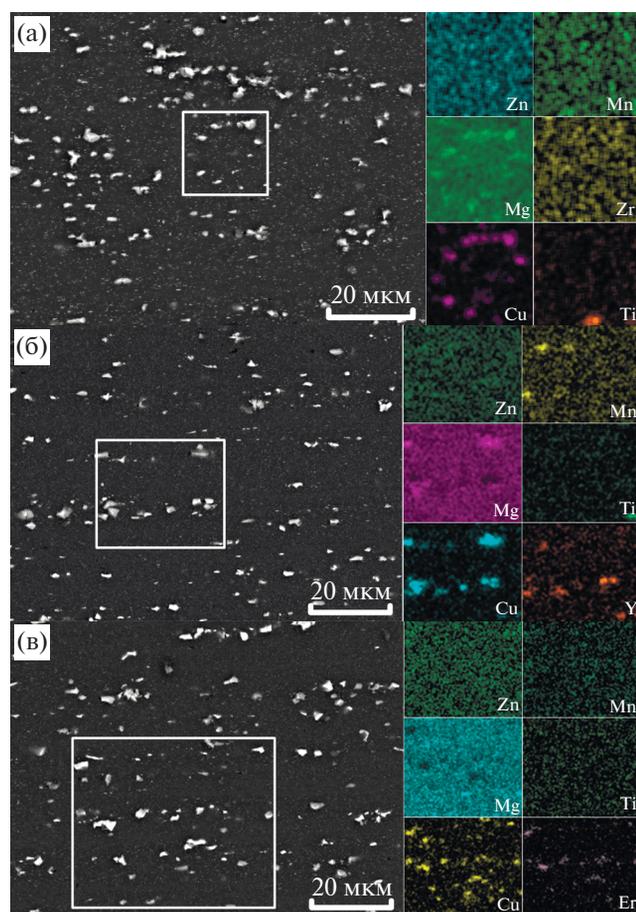


Рис. 1. Микроструктура прокатанных сплавов AlZnMgCuMnTi (а), AlZnMgCuMnTiY (б) и AlZnMgCuMnTiEr (в) и распределение легирующих элементов между фазами в выделенной области (СЭМ).

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Слитки сплавов размером $20 \times 40 \times 120$ мм получены литьем в медную водоохлаждаемую изложницу. Сплавы содержат в мас. %: 4.5–4.7Zn; 3.4–3.5Mg; 2.5Cu; 0.7–0.8Mn, 0.2Zr, 0.1Ti (сплав AlZnMgCuMnTi) и 0.4Y (сплав AlZnMgCuMnTiY) или 1Er (сплав AlZnMgCuMnTiEr). Прокатку гомогенизированных при 465°C в течение 3 ч слитков проводили при температуре 440°C с 20 до 2 мм и при комнатной температуре с 2 до 1 мм. Термическую обработку проводили в печах Nabertherm и Snol с вентилятором и точностью поддержания температуры 1°C . Листы сплавов отжигали при 120, 150, 180, 210 и 250°C в течение разного времени и при 150 – 450°C в течение 1 ч. Также проводили отжиг листов при 465°C в течение 15 мин, закалку и старение при 120 и 150°C . Подготовку шлифов для микроструктурных исследований осуществляли на шлифовально-полировальной установке Struers Labopol-5. Микро-

структурные исследования и идентификацию фаз выполняли на световом микроскопе (СМ) Neophot и на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) TESCAN VEGA 3LMH с использованием энерго-дисперсионного детектора X-Max 80. Зернистую структуру исследовали на СМ и СЭМ с детектором анализа дифракции отраженных электронов (electron backscatter diffraction – EBSD) HKL NordlysMax от компании Oxford Instruments. Твердость измеряли стандартным методом Виккерса на твердомере Wilson/Wolpert 930N при нагрузке в 5 кг. Испытания на одноосное растяжение при комнатной температуре проводили на установке Zwick/Roell Z250 при скорости деформации $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 представлена микроструктура исследуемых сплавов после прокатки. Марганец приводит к образованию фаз $(\text{Al,Zn})_{25}\text{Cu}_4\text{Mn}_2\text{Y}$ и $(\text{Al,Zn})_{25}\text{Cu}_4\text{Mn}_2\text{Er}$, титан-первичных кристаллов фаз $\text{Al}_3(\text{Ti,Y})$ и $\text{Al}_3(\text{Ti,Er})$. В сплаве AlZnMgCuMnTiY цинк частично растворяется в фазе $(\text{Al,Cu})_{11}\text{Y}_3$, замещая атомы алюминия, а в сплаве AlZnMgCuMnTiEr присутствуют интерметаллиды $\text{Al}_8\text{Cu}_4\text{Er}$ и Al_3Er . На фоне частиц фаз кристаллизационного происхождения размером 1–2 мкм в алюминиевой матрице равномерно распределены частицы дисперсоидов, образованных в процессе гомогенизации перед закалкой, т.е. гетерогенизации.

После прокатки листы сплавов отжигали при температурах 120 – 250°C . На рис. 2 представлены зависимости твердости от времени отжига при данных температурах. В ходе низкотемпературного отжига при 120 – 150°C могут одновременно протекать два конкурирующих процесса: первый – разупрочнение связанное с возвратом и полигонизацией, второй – старение, после горячей и холодной прокатки. В результате для сплавов AlZnMgCuMnTi и AlZnMgCuMnTiY можно отметить незначительный рост твердости. Для сплава же AlZnMgCuMnTiEr разупрочнение перекрывает эффект от старения и твердость снижается на 5–10 HV. Увеличение температуры отжига до 180 – 250°C приводит к полному превалированию полигонизации над старением. В результате, после отжига при 180°C твердость снижается на 12–20 до 130–140 HV. При увеличении температуры до 250°C через час отжига твердость снижается до 110–120 HV и остается стабильной при увеличении времени до 7 ч.

Твердость сплавов достаточно хорошо коррелирует с пределом текучести при испытании на растяжение (табл. 1). По результатам испытаний на растяжение в деформированном и отожжен-

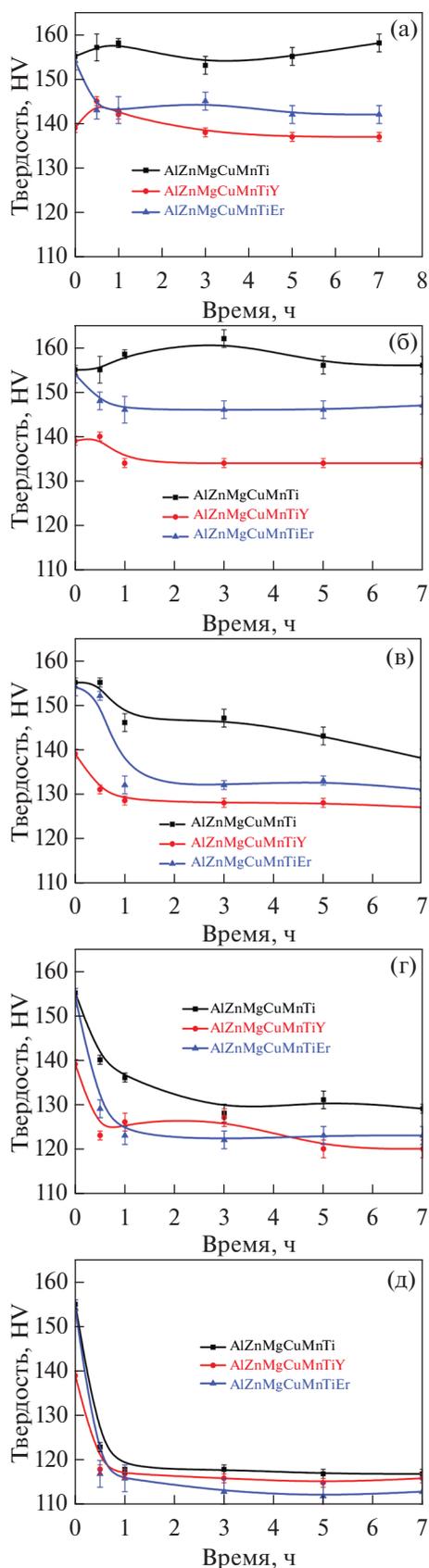


Рис. 2. Зависимости твердости HV от времени отжига листов при разных температурах: а – 120; б – 150; в – 180; г – 210 и д – 250°C.

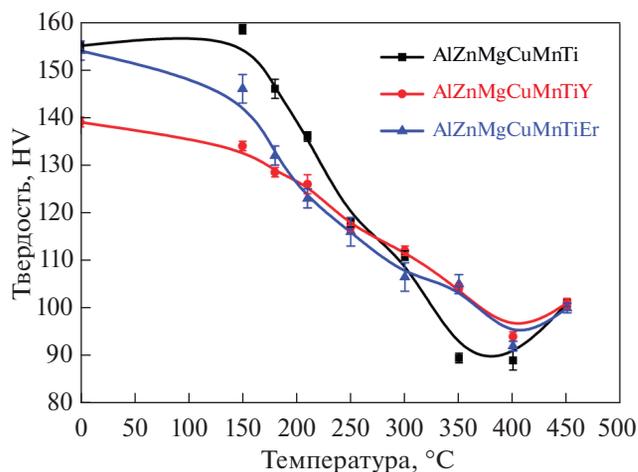


Рис. 3. Зависимости твердости HV от температуры одночасового отжига листов.

ном при 120–150°C в течение одного часа состояний сплавы AlZnMgCuMnTi и AlZnMgCuMnTiEr имеют высокий предел текучести 417–456 МПа при низком относительном удлинении 2–5.2%.

При повышении температуры до 300°C разупрочнение в исследуемых сплавах протекает одинаково (рис. 3), при этом в листах сохраняется нерекристаллизованная структура. В сплаве AlZnMgCuMnTi после одночасового отжига при 350°C (рис. 4а) структура полностью рекристаллизована со средним размером зерна 10 мкм. В то же время в сплавах с иттрием и эрбием формируется частично рекристаллизованная структура со средним размером зерна 5 мкм (рис. 4б, 4в). Результаты измерения твердости прокатанных сплавов (рис. 3) после отжига при 350°C показывают резкое падение твердости в сплаве AlZnMgCuMnTi в сравнении с дополнительно легированными сплавами, что подтверждают структурные исследования.

Наличие дополнительных диспесоидообразующих элементов иттрия и эрбия повышает плотность выделения частиц в процессе гомогенизационного отжига, повышая температуру начала рекристаллизации. Дальнейшее повышение температуры отжига листов до 400°C практически приводит к выравниванию твердости сплавов. При этом в легированных иттрием и эрбием сплавах наблюдается частично рекристаллизованная структура (рис. 4д, 4е), а твердость этих сплавов несколько выше чем твердость прокатанного сплава AlZnMgCuMnTi (см. рис. 3), в котором структура полностью рекристаллизована (рис. 4г). Часовой отжиг при 450°C существенно не сказывается на зеренной структуре (рис. 4ж–4и). Отжиг в течение 15 мин при температуре гомогенизации 465°C формирует в сплавах однородную рекристаллизованную структуру (рис. 4к–4м).

Таблица 1. Механические свойства на растяжение после прокатки и отжига

Состояние	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
	AlZnMgCuMnTi			AlZnMgCuMnTiY			AlZnMgCuMnTiEr		
Деформированное	497 ± 5	517 ± 1	2 ± 1	423 ± 1	445 ± 2	2.9 ± 0.1	488 ± 3	512 ± 4	1.3 ± 0.1
Отжиг 120°C, 1 ч	456 ± 4	503 ± 3	5.2 ± 0.1	393 ± 2	445 ± 1	3.1 ± 0.3	435 ± 7	475 ± 15	2.7 ± 0.9
Отжиг 150°C, 1 ч	426 ± 1	475 ± 5	2 ± 1	382 ± 1	437 ± 1	3.0 ± 1.0	416 ± 1	471 ± 3	3.1 ± 0.3

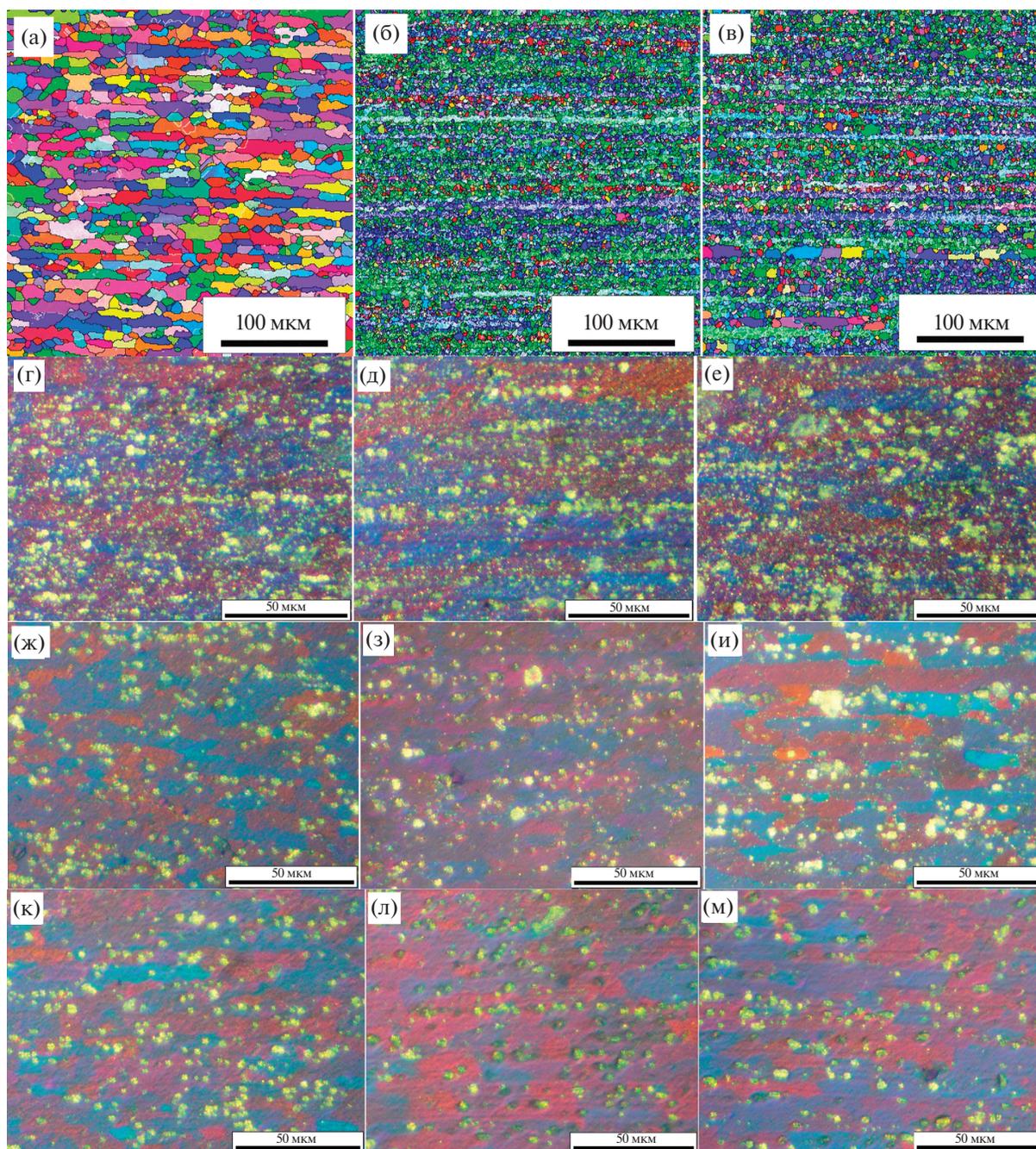


Рис. 4. Зеренная структура прокатанных сплавов после одночасового (а–и) и 15 минутного (к–м) отжига при: а–в – 350°C; г–е – 400°C; ж–и – 450°C; к–м – 465 °C; (а, г, ж, к) – AlZnMgCuMnTi, (б, д, з, л) – AlZnMgCuMnTiY и (в, е, и, м) – AlZnMgCuMnTiEr; (а–в – СЭМ–EBSD, г–м – СМ).

Таблица 2. Механические свойства на растяжение после прокатки, закалки (465°C, 15 мин) и старения

Состояние	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
	AlZnMgCuMnTi			AlZnMgCuMnTiY			AlZnMgCuMnTiEr		
120°C, 16 ч	447 ± 7	538 ± 1	11 ± 1.5	414 ± 8	526 ± 2	10.5 ± 1.5	419 ± 4	522 ± 1	10.5 ± 1.5
150°C, 5 ч	367 ± 7	496 ± 1	11.8 ± 0.7	350 ± 2	475 ± 15	12 ± 1	349 ± 1	492 ± 5	13.8 ± 0.5
150°C, 3 ч	330 ± 10	480 ± 7	12.1 ± 0.1	322 ± 3	480 ± 2	11.5 ± 1.5	325 ± 9	477 ± 7	8 ± 1

После закалки с 465°C листы сплавов старели при температурах 120 и 150°C. При этом после закалки и старения при 120°C исследуемые сплавы имеют предел текучести более 410 МПа, предел прочности более 520 МПа и относительное удлинение более 10%. Полученные свойства выше чем свойства плакированных листов сплава В95А [8]

и прутков сплавов 1915 и 1925 [37] и находятся на уровне свойств прутков из сплава В95 [37].

ВЫВОДЫ

1. В процессе низкотемпературного отжига листов при 120–150°C после прокатки за счет конкуренции процессов разупрочнения (возврат и полигонизация) и старения для сплавов AlZnMgCuMnTi и AlZnMgCuMnTiY отмечено незначительное повышение твердости. Увеличение температуры отжига до 180–250°C приводит к полному превалированию полигонизации над старением. В результате чего после отжига при 180°C твердость снижается на 12–20 до 130–140 HV. По результатам испытаний на растяжение в деформированном и отожженном при 120–150°C в течение одного часа состоянии сплавы AlZnMgCuMnTi и AlZnMgCuMnTiEr имеют высокий предел текучести 417–456 МПа при небольшом относительном удлинении 2–5.2%.

2. В сплаве AlZnMgCuMnTi после одночасового отжига при 350°C структура полностью рекристаллизована, в то время как в сплавах с иттрием и эрбием рекристаллизация только начинается. Наличие дополнительных диспесоидообразующих элементов иттрия и эрбия повышает плотность выделения частиц в процессе гомогенизационного отжига, повышая температуру начала рекристаллизации и твердость прокатанных сплавов.

3. После закалки с 465°C и старения при 120°C исследуемые сплавы имеют предел текучести более 410 МПа, предел прочности более 520 МПа и относительное удлинение более 10%. Полученные свойства выше, чем свойства плакированных листов сплава В95А и прутков сплавов 1915 и 1925 и находятся на уровне свойств прутков из сплава В95.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-79-10142, <https://rscf.ru/project/22-79-10142>.

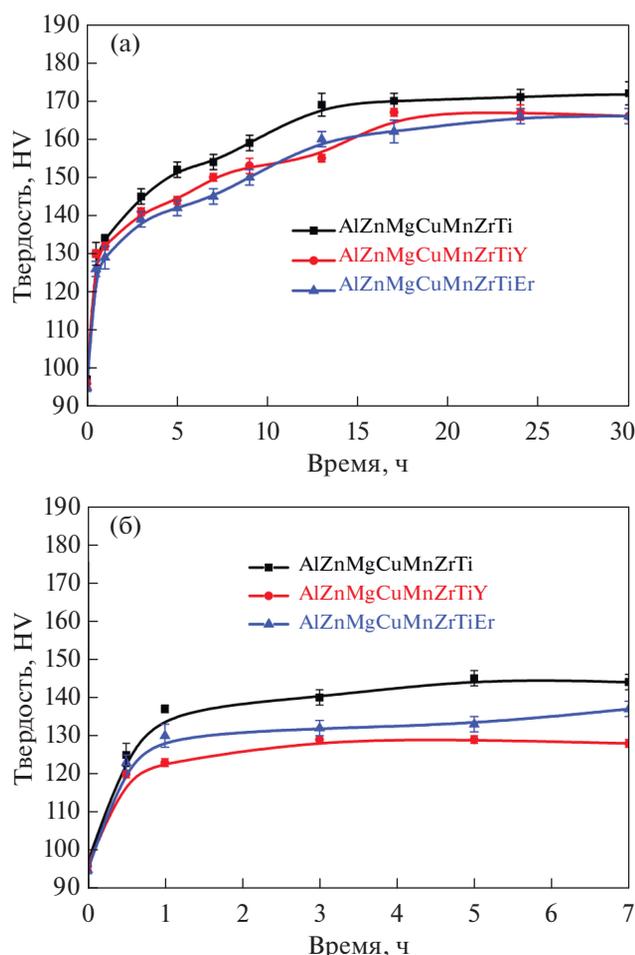


Рис. 5. Зависимости твердости HV от времени старения листов при разных температурах после закалки с 465°C с выдержкой 15 мин: а – 120; б – 150°C.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Gerchikova N.S., Fridlyander I.N., Zaitseva N.I., Kirkina N.N. Change in the structure and properties of Al–Zn–Mg alloys // *Met. Sci. & Heat Treat.* 1972. V. 14(3). P. 233–236.
2. Золоторевский В.С. Микростроение и механические свойства литых алюминиевых сплавов / Дисс. док. техн. наук. М.: МИСиС, 1978.
3. Zou Y., Wu X., Tang S., Zhu Q., Song H., Guo M., Cao L. Investigation on microstructure and mechanical properties of Al–Zn–Mg–Cu alloys with various Zn/Mg ratios // *J. Mater. Sci. & Tech.* 2021. V. 85. P. 106–117.
4. Новиков И.И. Горячеломкость цветных металлов и сплавов. М.: Наука, 1966.
5. Чеверикин В.В. Влияние эвтектикообразующих элементов на структуру и свойства высокопрочных сплавов системы Al–Zn–Mg / Дисс. канд. техн. наук, М.: МИСиС, 2007.
6. Pan Y., Zhang D., Liu H., Zhuang L., Zhang J. Precipitation hardening and intergranular corrosion behavior of novel Al–Mg–Zn(–Cu) alloys // *J. All. & Comp.* 2021. V. 853. P. 157199.
7. ГОСТ 4784–2019. Алюминий и сплавы алюминиевые деформируемые. Марки.
8. ГОСТ 21631–76. Листы из алюминия и алюминиевых сплавов. ТУ.
9. Zolotarevskiy V.S., Pozdniakov A.V., Churyumov A.Yu. Search for Promising Compositions for Developing New Multiphase Casting Alloys Based on Al–Zn–Mg Matrix Using Thermodynamic Calculations and Mathematical Modeling // *Phys. Met. Metall.* 2014. V. 115. № 3. P. 286–294.
10. Pozdniakov A.V., Zolotarevskiy V.S., Mamzurina O.I. Determining the hot cracking index of Al–Mg–Zn casting alloys calculated using the effective solidification range // *Int. J. Cast Met. Res.* 2015. V. 28. № 5. P. 318–321.
11. Shurkin P.K., Akopyan T.K., Galkin S.P., Aleshchenko A.S. Effect of Radial Shear Rolling on the Structure and Mechanical Properties of a New-Generation High-Strength Aluminum Alloy Based on the Al–Zn–Mg–Ni–Fe System // *Met. Sci. & Heat Treat.* V. 60. P. 764–769.
12. Ryum N. Precipitation and recrystallization in an Al–0.5 wt % Zr-alloy // *Acta Metall.* 1969. V. 17. P. 269–278.
13. Nes E., Billdal H. The mechanism of discontinuous precipitation of the metastable Al₃Zr phase from an Al–Zr solid solution // *Acta Metall.* 1977. V. 25. P. 1039–1046.
14. Knipling K.E., Dunand D.C., Seidman D.N. Nucleation and Precipitation Strengthening in Dilute Al–Ti and Al–Zr Alloys // *Metall. and Mater. Trans. A.* 2007. V. 38. P. 2552–2563.
15. Белов Н.А., Алабин А.Н., Прохоров А.Ю. Влияние добавки циркония на прочность и электросопротивление холоднокатаных алюминиевых листов // *Изв. вузов. Цвет. Металл.* 2009. № 4. С. 42–47.
16. Белов Н.А., Алабин А.Н., Прохоров А.Ю. Влияние отжига на электросопротивление и механические свойства холоднодеформированного сплава Al–0.6% (мас.) Zr // *Цвет. Мет.* 2009. № 10. С. 65–68.
17. Souza P.H.L., de Oliveira C.A.S., do Vale Quaresma J.M. Precipitation hardening in dilute Al–Zr alloys // *J. Mater. Res. and Tech.* 2018. V. 7. P. 66–72.
18. Zakharov V.V., Fisenko I.A. Effect of Homogenization on the Structure and Properties of Alloy of the Al–Zn–Mg–Sc–Zr System // *Met. Sci. & Heat Treat.* 2018. V. 60. P. 354–359.
19. Mikhaylovskaya A.V., Kotov A.D., Pozdniakov A.V., Portnoy V.K. A high-strength aluminium-based alloy with advanced superplasticity // *J. All. Comp.* 2014. V. 599. P. 139–144.
20. Kotov A.D., Mikhaylovskaya A.V., Borisov A.A., Yakovtseva O.A., Portnoy V.K. High-strain-rate superplasticity of the Al–Zn–Mg–Cu alloys with Fe and Ni additions // *Phys. Met. Metall.* 2017. V. 118. P. 913–921.
21. Kotov A.D., Mikhaylovskaya A.V., Portnoy V.K. Effect of the solid-solution composition on the superplasticity characteristics of Al–Zn–Mg–Cu–Ni–Zr Alloys // *Phys. Met. Metall.* 2014. V. 115. P. 730–735.
22. Petrova A.N., Brodova I.G., Razorenov S.V., Shorokhov E.V., Akopyan T.K. Mechanical Properties of the Al–Zn–Mg–Fe–Ni Alloy of Eutectic Type at Different Strain Rates // *Phys. Met. Metall.* 2019. V. 120. P. 1221–1227.
23. Brodova I.G., Shirinkina I.G., Rasposienko D.Yu., Akopyan T.K. Structural Evolution in the Quenched Al–Zn–Mg–Fe–Ni Alloy during Severe Plastic Deformation and Annealing // *Phys. Met. Metall.* 2020. V. 121. P. 899–905.
24. Shirinkina I.G., Brodova I.G. Annealing-Induced Structural–Phase Transformations in an Al–Zn–Mg–Fe–Ni Alloy after High Pressure Torsion // *Phys. Met. Metall.* 2020. V. 121. P. 344–351.
25. 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.
26. Amer S.M., Barkov R.Y., Yakovtseva O.A., Pozdniakov A.V. Comparative Analysis of Structure and Properties of Quasibinary Al–6.5Cu–2.3Y and Al–6Cu–4.05Er Alloys // *Phys. Met. Metall.* 2020. V. 121. № 5. P. 476–482.
27. Pozdnyakov 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.
28. 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.
29. 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.
30. Amer S.M., Mikhaylovskaya A.V., Barkov R.Yu., Kotov A.D., Mochugovskiy A.G., Yakovtseva O.A., Glav-

- atskikh 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.
31. *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.
32. *Amer S., Yakovtseva O., Loginova I., Medvedeva S., Prosviryakov Al., 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.
33. *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.
34. *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.
35. *Glavatskikh M.V., Barkov R.Yu., Khomutov M.G., Pozdniakov A.V.* The Effects of Yttrium and Erbium on the Phase Composition and Aging of the Al–Zn–Mg–Cu–Zr Alloy with a High Copper Content // Phys. Met. Metall. 2022. V. 123. P. 617–623.
36. ГОСТ 21488–97. Прутки прессованные из алюминиевых сплавов. ТУ.