

УДК 538.915

ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ СТАБИЛЬНОСТИ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОМПОЗИТНЫХ ПРОВОДОВ ИЗ МИКРОЛЕГИРОВАННЫХ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

© 2022 г. А. В. Нохрин^а, Я. С. Шадрин^а, *, В. Н. Чувильдеев^а, В. И. Копылов^{а, б}, А. А. Бобров^а, Н. Н. Берендеев^а, А. В. Пискунов^а, А. А. Мурашов^а

^аНижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород, 603950 Россия

^бФизико-технический институт Национальной академии наук Беларуси, Минск, 220141 Беларусь

*e-mail: janashadr@gmail.com

Поступила в редакцию 12.04.2021 г.

После доработки 22.05.2021 г.

Принята к публикации 27.05.2021 г.

Исследована термическая стабильность композитной проволоки из микролегированных алюминиевых сплавов Al–Zr–(Sc,Hf). Проволока была получена путем совместного волочения алюминиевого сплава с медной оболочкой. Изучено влияние отжига на механические свойства композитной проводниковой алюминиевой проволоки. Показано, что процесс распада твердого раствора при отжиге композитных проводов носит двухстадийный характер, обусловленный отдельным выделением частиц Al₃Zr при “низких” температурах и выделением частиц Al₃(Sc,Hf) при “высоких” температурах отжига. Механические испытания на растяжение показали, что отжиг при температуре 500°C в течение 30 мин приводит к снижению прочности и увеличению пластичности проволоки до 10%. После отжига в проволоке сформирована однородная мелкозернистая структура, наблюдается повышенная твердость и прочность образцов за счет выделения частиц Al₃(Sc,Hf).

Ключевые слова: алюминиевые сплавы, микролегирование, микротвердость, скандий, цирконий, гафний.

DOI: 10.31857/S1028096022010125

ВВЕДЕНИЕ

Одной из актуальных задач современной электротехники является замена медных проводов на алюминиевые при условии сохранения их термической стабильности, высокой электропроводности и прочности при повышенных температурах [1–3]. Это позволяет снизить вес бортовой сети современных транспортных средств, в первую очередь, самолетов [4] и, следовательно, повысить их дальность полета и грузоподъемность, снизить расход топлива. Особенно сложной является задача обеспечения физико-механических свойств малогабаритных композитных проводов с медной или серебряной оболочкой, поскольку длительная выдержка при повышенных температурах может приводить к интенсивной диффузии меди в поверхность алюминиевой жилы.

Целью работы является исследование термической стабильности малогабаритных композитных проводов, изготовленных из новых микролегированных алюминиевых сплавов.

Новые микролегированные алюминиевые сплавы должны в перспективе обеспечить замену промышленного высоколегированного алюминиевого сплава 01417, который в настоящее время используется отечественной промышленностью для изготовления малогабаритных композитных проводов [4], но не обеспечивает необходимого уровня термической стабильности механических свойств.

МЕТОДИКА

Объектами исследования являются микролегированные алюминиевые сплавы (табл. 1) и полученные из данных сплавов биметаллические алюминиевые провода диаметром 0.26 мм с покрытием из высококочистой меди (толщина покрытия ~0.03 мм). Образцы алюминиевых сплавов получали методом индукционного литья из высококочистого алюминия А99(997) с помощью литейной машины INDUTHERM VTC-200 (табл. 2). Химический анализ сплавов проводился с ис-

Таблица 1. Состав исследуемых сплавов и механические свойства проводов

Обозначение	Химический состав, мас. %				Механические свойства проволоки			
					исх. состояние		отжиг 450°C	
	Al	Zr	Sc	Hf	H_v , МПа	σ_B , МПа	H_v , МПа	σ_B , МПа
Сплав № 1	100%	–	–	–	220	230	230	135–140
Сплав № 2	Ост.	0.25	0.10	–	490	345	470	220–235
Сплав № 3	Ост.	0.20	0.10	0.10	485	350	485	190–210
Сплав № 4	Ост.	0.25	0.05	0.05	460	370	465	195
Сплав № 5	Ост.	0.25	–	0.10	425	370	430	180
Сплав № 6	Ост.	0.25	–	–	365	320	285	150
01417	–	–	–	–	710*	≥ 160 [4]	613 (500°C, 4 ч)*	–

* – результаты исследований авторов статьи.

Таблица 2. Режимы получения сплавов

Параметры литья	Номер сплава					
	1	2	3	4	5	6
Изложница, мм	22 × 22 × 160, графит					
Тигель 150 см ³	SiO ₂ + ZrO ₂					
Продувка аргоном перед плавкой, циклы	3					
Продувка аргоном во время нагрева, циклы	3					
Перемешивание расплава	Индукционное					
Мощность нагрева, кВт	4.5					
Время до расплавления компонентов, с	520	515	480	515	510	450
Температура выдерживания расплава, °C	780	820	820	820	820	810
Выдержка перед разливкой, мин	3	20	20	20	20	9
Температура разливки, °C	760	760	760	760	760	750
Время охлаждения, с	50	250	250	250	250	40
в т. ч. время вибрации, с	50	50	50	50	50	–

пользованием анализатора с индуктивно-связанной плазмой iCAP 6300-ICP-OES Radial View Spectrometer (Thermo Scientific, Waltham, USA). Образцы композитных проводов получали путем совместного волочения при комнатной температуре в стане цепном CGD-CE 1200 Rodent ($\varnothing 8 \rightarrow 4 \rightarrow 1.25 \rightarrow 0.26$ мм).

Исследования микротвердости H_v проводились в центре поперечного сечения провода с использованием твердомера HVS-1000. Для испытаний на разрыв проволоки была использована универсальная разрывная машина Lloyd Instruments LR5KPlus (скорость перемещения траверсы составляла 10 мм/мин). В процессе испытаний фиксировалась диаграмма “напряжение σ –деформация ϵ ”, по которой определяли значения предела прочности σ_B и относительного удлинения до разрушения δ . Фрактографическое исследование изломов образцов проводов после испы-

таний на растяжение проводилось при помощи растрового электронного микроскопа TESCAN VEGA II, оснащенного энергодисперсионным микроанализатором Oxford Instruments INCA 350. Металлографические исследования макроструктуры проводились с использованием микроскопа Leica IM DRM. Образцы перед исследованием подвергались механической полировке до уровня шероховатости менее 1 мкм с последующей электрохимической полировкой и травлением в спиртовом растворе 10.4% HF + 6.3% HNO₃ + 83.3% C₃H₈O₃. Для получения статистически достоверных результатов проводили испытания не менее чем для трех образцов в каждой серии.

Для исследований термической стабильности образцы проводов подвергали отжигам в воздушной печи типа СНОЛ.

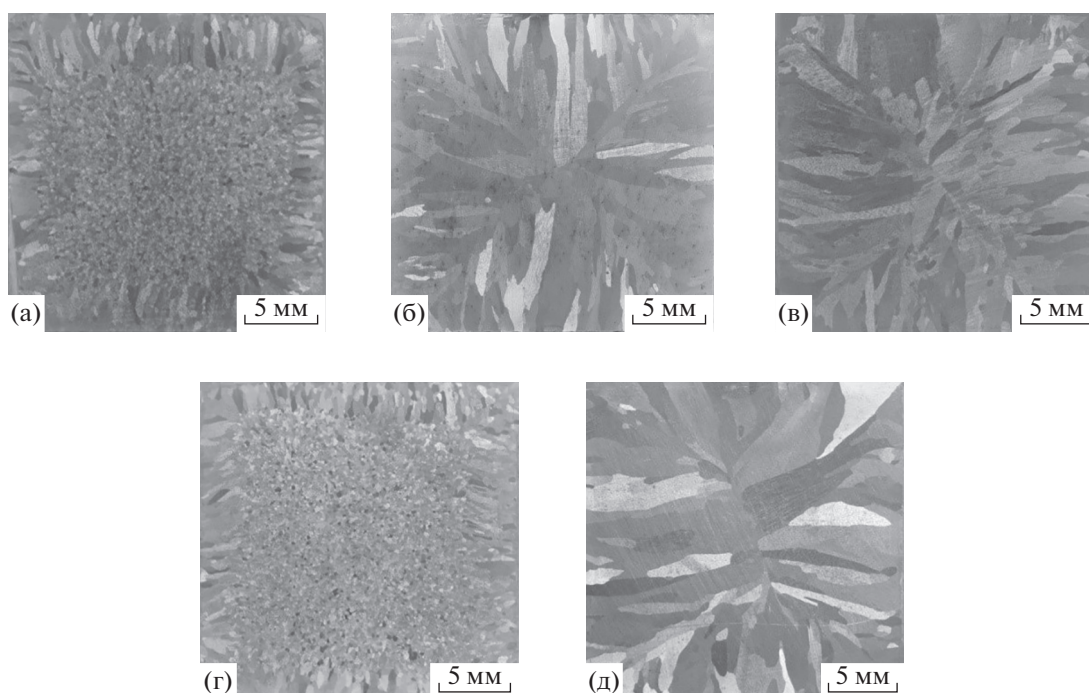


Рис. 1. Фотографии макроструктуры литых сплавов: а – Al–0.25Zr–0.10Sc; б – Al–0.20Zr–0.10Sc–0.10Hf; в – Al–0.25Zr–0.05Sc–0.05Hf; г – Al–0.25Zr–0.10Hf; д – Al–0.25Zr.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

В исходном состоянии литые сплавы в зависимости от химического состава имеют однородную крупнозернистую структуру в центральной части слитков, по краям образцов наблюдается структура столбчатых кристаллов (рис. 1). Соотношение площади занимаемой каждой из типов структур зависит, в первую очередь, от типа и концентрации легирующих элементов.

Обобщение результатов механических испытаний показывает, что в исходном состоянии биметаллические провода имеют высокую твердость и прочность. Максимальные значения предела прочности наблюдаются для сплавов № 2–4 системы Al–Zr–(Sc, Hf). Анализ диаграмм деформации показывает, что в исходном состоянии пластичность сплавов очень мала: стадия устойчивого пластического течения практически отсутствует, и сплавы хрупко разрушаются при достижении предела прочности (рис. 2).

Фрактографический анализ области разрушения (рис. 3) показывает, что разрушение происходит хрупко: путем среза, который реализуется в результате сдвига по плоскости скольжения. На изломе наблюдается отслоение медной оболочки от алюминиевой проволоки, что может свидетельствовать о недостаточно высоком уровне адгезионной прочности межфазной границы “алюминий–медь”. Медная оболочка при испытании

на растяжение разрушается вязко, при этом образуются микропоры.

На рис. 4 показаны зависимости микротвердости от температуры при 30-минутном отжиге. Исследования показали, что зависимости $H_v(T)$ для сплавов № 2–4 системы Al–Zr–(Sc, Hf) имеют два максимума: при температурах отжига 200 и 350°C. Зависимость микротвердости биметаллической проволоки изготовленной из сплава Al–0.25% Zr (серия № 6) имеет только один максимум, соответствующий температуре отжига 200°C.

Полученный результат позволяет предположить, что в процессе отжига происходит двухстадийный распад твердого раствора: при более “низких” температурах нагрева (~200°C) в сплавах Al–Zr–(Sc, Hf) происходит выделение наночастиц Al_3Zr , а при повышенных температурах (~350°C) – интенсивное выделение частиц Al_3Sc (в сплаве № 2) или интерметаллидов переменного состава $Al_3(Sc, Hf)$ (сплавах № 3, 4). В пользу данного предположения также свидетельствует близость температуры второго максимума к температуре, при которой наблюдаются максимальные значения твердости при отжиге микрокристаллических проводниковых сплавов Al–0.5Mg–Sc с содержанием скандия от 0.2 до 0.5% [5].

Отметим, что выделение частиц Al_3Zr при столь низких температурах отжига алюминиевой проволоки является достаточно неожиданным результатом, поскольку обычно распад твердого

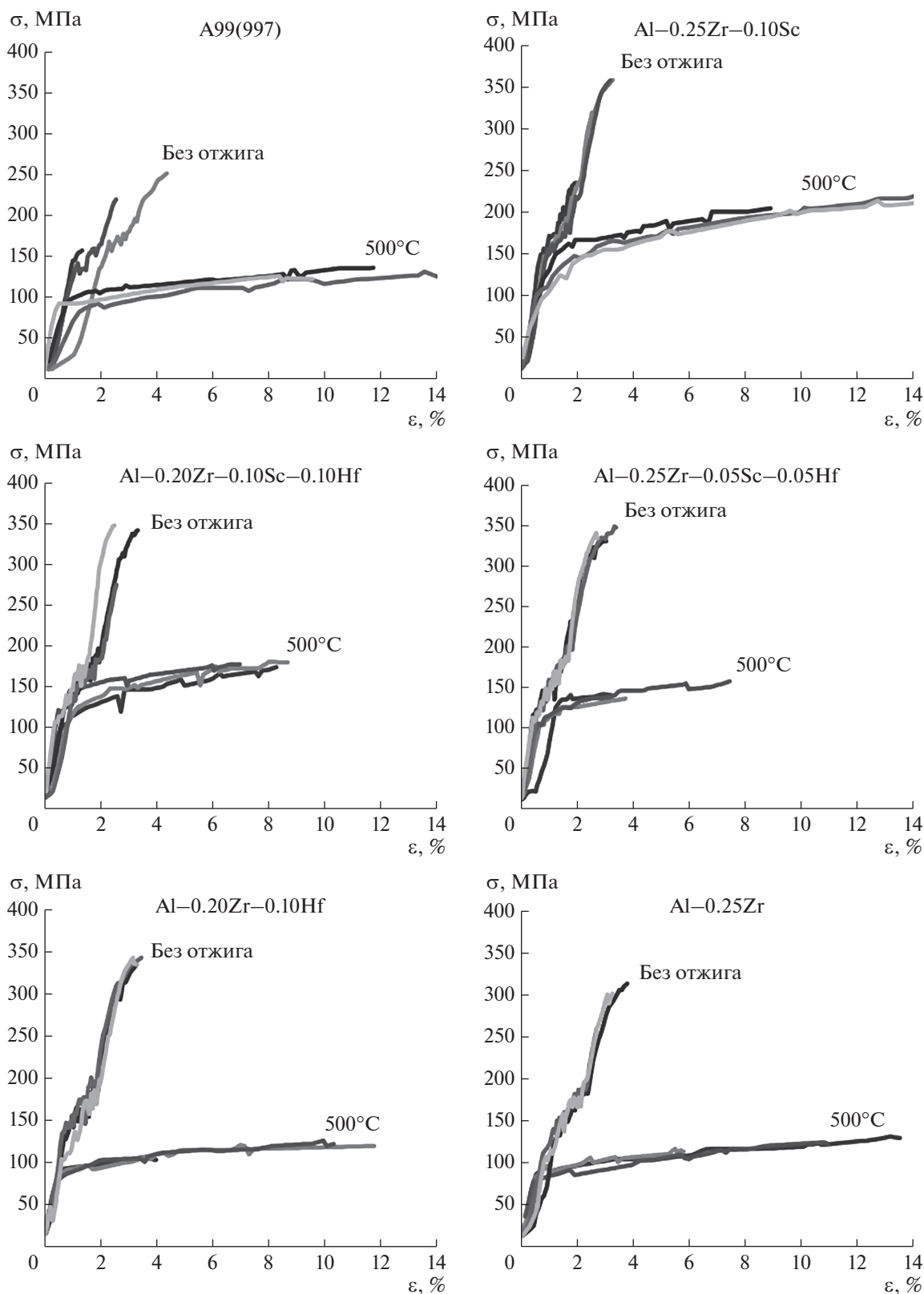


Рис. 2. Диаграммы растяжения образцов биметаллической проволоки при комнатной температуре в исходном состоянии и после отжига при температуре 500°C в течение 30 минут.

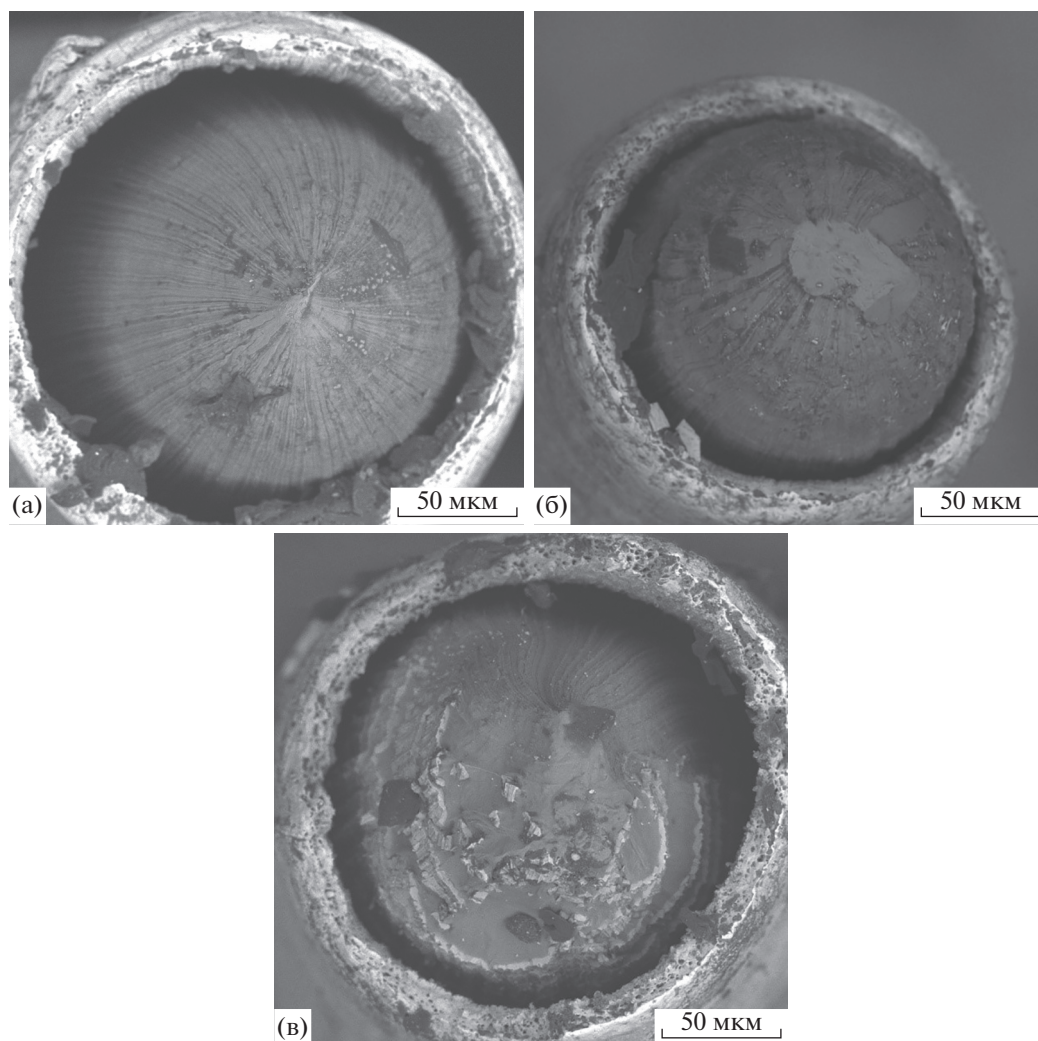


Рис. 3. Фрактографический анализ изломов образцов биметаллической проволоки № 2 после испытания на растяжение в исходном состоянии (а) и после отжига при температурах 250 (б) и 500°С (в).

раствора Al–Zr в литых и рекристаллизованных алюминиевых сплавах происходит при значительно более высоких значениях температур, выдержек [6–8] или высоких степеней пересыщения (высоких концентраций циркония в сплаве) [9, 10]. Одной из причин этого, по нашему мнению, является формирование в алюминиевом сплаве сильнодеформированной ультрамелкозернистой структуры, способствующей увеличению интенсивности распада твердого раствора и снижению характерных температур протекания диффузионно-контролируемых процессов [11].

Двухстадийный характер распада твердого раствора позволяет сохранить высокие значения микротвердости и предела прочности вплоть до температур нагрева 450–500°С (рис. 4, табл. 1). Значения предела прочности и твердости разработанных микролегированных проводниковых сплавов оказываются близки к характери-

кам проволок, изготовленных из проводниковых алюминиевых сплавов с заметно бóльшим суммарным содержанием скандия и циркония [12].

Механические испытания на растяжение отожженных проводов, показывают, что отжиг при температуре 500°С приводит к снижению прочности, но заметному повышению пластичности. Как видно из рис. 3, на диаграммах $\sigma(\epsilon)$ наблюдается стадия устойчивого пластического течения, а величина относительного удлинения до разрушения достигает для большинства сплавов величины более 10%. Максимальные значения твердости и предела прочности наблюдаются для сплавов № 2 и № 3, в которых при повышенных температурах наблюдается выделение частиц Al_3Sc или $Al_3(Sc, Hf)$.

Повышенная пластичность образцов биметаллической проволоки свидетельствует о том, что отжиг привел к росту зерен и формированию од-

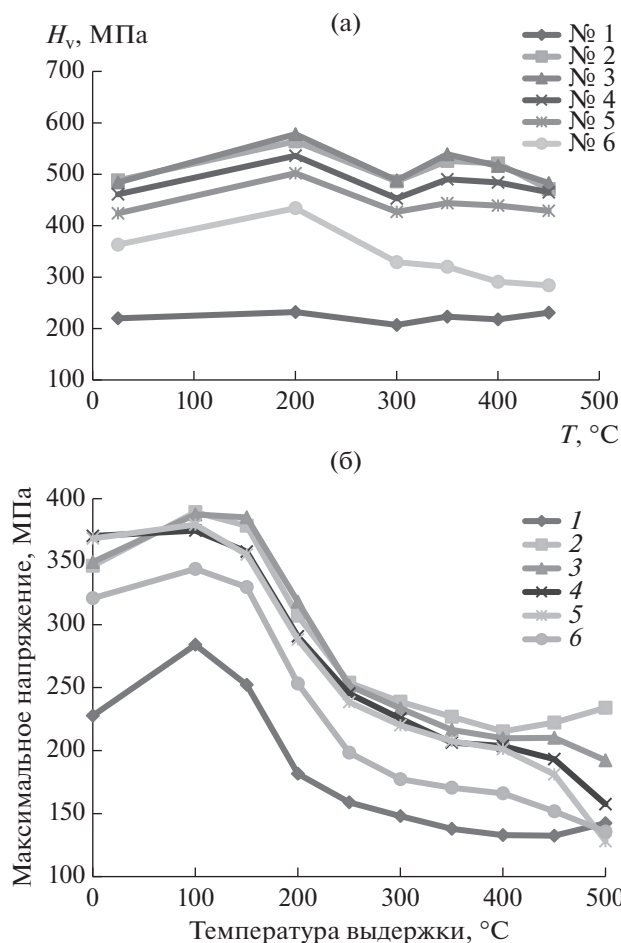


Рис. 4. Зависимости микротвердости (а) и предела прочности (б) от температуры отжига образцов биметаллического провода (состав сплавов, табл. 1).

народной мелкозернистой структуры (рис. 5), а повышенная твердость и прочность образцов обеспечена за счет выделения частиц $Al_3(Sc, Hf)$.

Интересно отметить, что сплавы, содержащие в своем составе одновременно скандий и гафний, обладают более низкой пластичностью в отожженном состоянии, чем сплавы $Al-Zr$, $Al-Zr-Sc$ или $Al-Zr-Hf$ (рис. 2). Это косвенно может свидетельствовать о том, что частицы переменного состава $Al_3(Sc, Hf)$ обладают повышенной энергией межфазной границы “алюминиевая матрица—частица L_2 ” или более высоким модулем сдвига. Эти факторы могут препятствовать “перерезанию” выделившихся наночастиц $Al_3(Sc, Hf)$ решеточными дислокациями, что приводит к образованию петель дисклинационного типа на частицах и увеличению дальнедействующих внутренних полей напряжений [13].

Заметим также, что сплав $Al-0.25\% Zr-0.10\% Hf$ имеет более низкие значения предела прочности и твердости в отожженном состоянии, что мо-

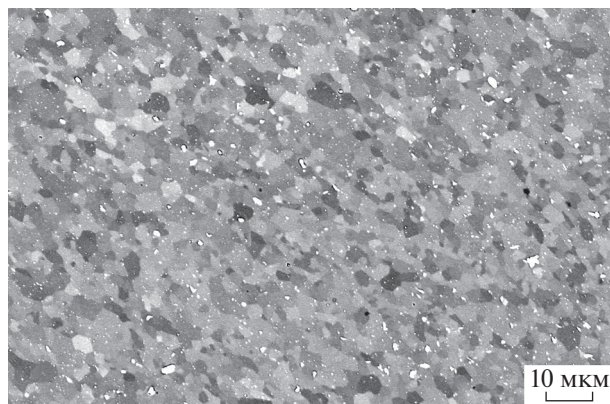


Рис. 5. Микрофотография структуры проволоки из сплава № 3 после отжига при температуре 400 °C (30 мин).

жет свидетельствовать о более высокой скорости роста частиц Al_3Hf по сравнению с частицами Al_3Sc или $Al_3(Sc, Hf)$. Снижение механических свойств в отожженном сплаве $Al-0.25\% Zr-0.05\% Sc-0.05\% Hf$ обусловлено, по нашему мнению, малой объемной долей выделяющихся частиц $Al_3(Sc, Hf)$.

Фрактографический анализ изломов показывает, что отжиг не оказывает существенного влияния на характер разрушения, но приводит к увеличению зоны разрушения и уменьшению степени отслоения алюминиевого провода от медной оболочки. Это может свидетельствовать о том, что в процессе нагрева произошла взаимная диффузия меди в поверхность алюминиевого провода и алюминия в медную оболочку.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследованы особенности изменения механических свойств при отжиге биметаллических микролегированных алюминиевых проводов малого сечения ($\varnothing 0.26$ мм) с покрытием из высокочистой меди. Показано, что наибольшей термической стабильностью обладают образцы, изготовленные из сплавов $Al-Zr-(Sc, Hf)$. После отжига провода, изготовленные из сплавов $Al-Zr-(Sc, Hf)$, обладают наиболее высокими значениями твердости и предела прочности. Установлено, что процесс распада твердого раствора при отжиге данных сплавов носит двухстадийный характер: выделение частиц Al_3Zr при пониженных температурах отжига ($\sim 250^\circ C$) и выделение частиц $Al_3(Sc, Hf)$ при повышенной температуре нагрева ($\sim 350^\circ C$). Отмечено, что выделение частиц Al_3Zr при столь низких температурах является неожиданным результатом, который, вероятно, обусловлен формированием в алюминиевом сплаве сильно неравновесной ультрамелкозернистой

структуры при волочении. Двухстадийный характер процесса распада твердого раствора позволяет сохранить высокие значения микротвердости и предела прочности вплоть до температур нагрева 450–500°C. Установлено, что при отжиге изменяется характер излома образцов биметаллических композитных проводов, испытанных на растяжение, что обусловлено взаимной диффузией меди в поверхность провода и алюминия в медную оболочку.

БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 20-19-00672.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Medvedev A., Arutyunyan A., Lomakin I., Bondarenko A., Kazykhanov V., Enikeev N., Raab G., Murashkin M. // *Metals*. 2018. V. 8. № 12. P. 1034. <https://doi.org/10.3390/met8121034>
2. Yang C., Masquellier N., Gandiolle C., Sauvage X. // *Scripta Materialia*. 2020. V. 189. P. 21. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.07.052>
3. Moisy F., Gueydan A., Sauvage X., Keller C., Guillet A., Nguyen N., Martinez M., Hug E. // *Materials Science Forum*. 2018. V. 941. P. 1914. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF941.1914>
4. Матвеев Ю.А., Гаврилова В.П., Баранов В.В. // *Кабели и провода*. 2006. № 5. С. 22.
5. Чуви́льдеев В.Н., Шадрина Я.С., Нохрин А.В., Копылов В.И., Бобров А.А., Грязнов М.Ю., Шотин С.В., Табачкова Н.Ю., Пискунов А.В., Чегуров М.К., Мелехин Н.В. // *Металлы*. 2021. № 1. С. 10.
6. Knipling K.E., Dunand D.C., Seidman D.N. // *Acta Materialia*. 2008. V. 56. P. 1182. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.11.011>
7. Wen S.P., Gao K.Y., Huang H., Wang W., Nie Z.R. // *J. Alloys and Compounds*. 2014. V. 599. P. 65. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.02.065>
8. Mikhaylovskaya A.V., Mochugovskiy A.G., Levchenko V.S., Tabachkova N.Yu., Mufalo W., Portnoy V.K. // *Materials Characterization*. 2018. V. 139. P. 30. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.02.030>
9. Belov N., Akopyan T., Korotkova N., Murashkin M., Timofeev V., Fortuna A. // *Metals*. 2021. V. 11. № 2. P. 236. <https://doi.org/10.3390/met11020236>
10. Belov N., Murashkin M., Korotkova N., Akopyan T., Timofeev V. // *Metals*. 2020. V. 10. № 6. P. 769. <https://doi.org/10.3390/met10060769>
11. Segal V.M., Beyerlein I.J., Tome C.N., Chuvil'deev V.N., Kopylov V.I. *Fundamentals and Engineering of Severe Plastic Deformation*. N.Y.: Nova Science Publishers, 2010. 542 p.
12. Чуви́льдеев В.Н., Нохрин А.В., Шадрина Я.С., Пискунов А.В., Копылов В.И., Берендеев Н.Н., Ченеленко В.Н. // *Металлы*. 2020. № 5. С. 64.
13. Чуви́льдеев В.Н., Нохрин А.В., Смирнова Е.С., Копылов В.И. // *Металлы*. 2013. № 5. С. 52.

Study of Thermal Stability of the Structure and Mechanical Properties of Composite Wires from Microalloyed Aluminum Alloys

A. V. Nokhrin¹, I. S. Shadrina^{1,*}, V. N. Chuvil'deev¹, V. I. Kopylov^{1,2}, A. A. Bobrov¹, N. N. Berendeev¹, A. V. Piskunov¹, A. A. Murashov¹

¹Lobachevsky State University of Nizhny Novgorod, Nizhny Novgorod, 603950 Russia

²Physical and Technical Institute, National Academy of Sciences of Belarus, Minsk, 220141 Belarus

*e-mail: janashadr@gmail.com

The thermal stability of a composite wire made of microalloyed aluminum alloys Al–Zr–(Sc,Hf) has been investigated. The wire was produced by co-rolling of the copper-coated aluminum alloy. The effect of annealing on the mechanical properties of a composite conductive aluminum wire is studied. It is shown that the process of decomposition of a solid solution upon annealing of composite wires is of two stages, due to the separate precipitation of Al₃Zr particles at “low” temperatures and the precipitation of Al₃(Sc,Hf) particles at “high” annealing temperatures. Mechanical tensile tests have shown that annealing at 500°C for 30 minutes reduces the strength and increases the ductility of the wire by up to 10%. After annealing, a homogeneous fine-grained structure is formed in the wire, and an increased hardness and strength of the samples is observed due to the release of Al₃(Sc,Hf) particles.

Keywords: aluminum alloys, microalloying, microhardness, scandium, zirconium, hafnium.