

ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ В СПЛАВЕ СИСТЕМЫ Al–Fe–Mn ПРИ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ С РАЗЛИЧНЫМИ СКОРОСТЯМИ ОХЛАЖДЕНИЯ

© 2020 г. И.С. Логинова, М.В. Сазера, Н.А. Попов, А.В. Поздняков, А.Н. Солонин

Уральский федеральный университет (УрФУ)

имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва, Россия

Institut Mines-Télécom (IMT) Mines Albi, France

Статья поступила в редакцию 26.05.20 г., доработана 22.07.20 г., подписана в печать 03.09.20 г.

Аннотация: Исследованы особенности формирования микроструктуры сплава Al–2,5%Fe–1,5%Mn в зависимости от скорости охлаждения при литье и в процессе лазерного плавления. Анализ микроструктуры в литом состоянии показал, что с повышением скорости охлаждения при кристаллизации от 0,5 до 940 К/с первичная кристаллизация фазы $Al_6(Mn,Fe)$ практически полностью подавляется, увеличивается объем неравновесной эвтектики до 43 %. Микроструктура сплава Al–2,5%Fe–1,5%Mn после лазерного плавления характеризуется наличием кристаллов алюминиевой матрицы дендритного типа со средним размером ячейки 0,56 мкм, окруженных железомарганцовистой фазой эвтектического происхождения со средним размером пластин 0,28 мкм. Первичная кристаллизация фазы $Al_6(Mn,Fe)$ полностью подавлена. Формирование такой микроструктуры происходит при скоростях охлаждения от $1,1 \cdot 10^4$ до $2,5 \cdot 10^4$ К/с, что соответствует скоростям охлаждения, реализуемым в аддитивных технологиях. На границе между треком и основным металлом, а также на границе повторного переплава выявлены области, состоящие из первичных кристаллов фазы $Al_6(Mn,Fe)$, сформированных по механизму эпитаксиального роста. Чем меньше размер эвтектических пластин и дендритной ячейки, находящихся в эпитаксиальном слое, тем дисперснее первичные кристаллы в зоне переплава. Сплав Al–2,5%Fe–1,5%Mn после лазерного плавления имеет высокую твердость при комнатной температуре (93 HV) и хорошую термическую стабильность после нагрева до 300 °С (твердость незначительно снижается до 85 HV), а его расчетный предел текучести составляет 227 МПа. В совокупности с высокими показателями дисперсности формируемой микроструктуры, технологичности при лазерном плавлении, твердости при комнатной температуре и расчетного предела текучести сплав Al–2,5%Fe–1,5%Mn является перспективным для использования в аддитивных технологиях.

Ключевые слова: сплав системы Al–Fe–Mn, аддитивные технологии, скорость охлаждения, лазерное плавление, микроструктура, твердость.

Логинова И.С. – канд. техн. наук, мл. науч. сотрудник кафедры термообработки и физики металлов УрФУ (620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19). E-mail: i.s.loginova@urfu.ru, loginova@misis.ru.

Сазера М.В. – студент кафедры металловедения цветных металлов НИТУ «МИСиС» (119991, г. Москва, Ленинский пр-т, 4), Institut Mines-Télécom (IMT) Mines Albi (81000, France, Allée des sciences). E-mail: m1911705@edu.misis.ru.

Попов Н.А. – канд. техн. наук, вед. инженер, мл. научный сотрудник, доцент кафедры термообработки и физики металлов УрФУ. E-mail: n.a.popov@urfu.ru.

Поздняков А.В. – канд. техн. наук, доцент кафедры металловедения цветных металлов НИТУ «МИСиС». E-mail: pozdnyakov@misis.ru.

Солонин А.Н. – канд. техн. наук, зав. кафедрой металловедения цветных металлов НИТУ «МИСиС». E-mail: solonin@misis.ru.

Для цитирования: Логинова И.С., Сазера М.В., Попов Н.А., Поздняков А.В., Солонин А.Н. Особенности структурообразования в сплаве системы Al–Fe–Mn при кристаллизации с различными скоростями охлаждения. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2020. No. 6. С. 76–86. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2020-6-76-86.

Features of structure formation in Al–Fe–Mn alloy during crystallization at different cooling rates

I.S. Loginova, M.V. Sazerat, N.A. Popov, A.V. Pozdnyakov, A.N. Solonin

Ural Federal University (UrFU), Ekaterinburg, Russia

National University of Science and Technology (NUST) «MISIS», Moscow, Russia

Institut Mines-Télécom (IMT) Mines Albi, France

Received 26.05.2020, revised 22.07.2020, accepted for publication 03.09.2020

Abstract: The paper studies specific features of the Al–2.5%Fe–1.5%Mn alloy microstructure formation depending on the cooling rate during casting and laser melting. As-cast microstructure analysis showed that with an increase in the cooling rate during crystallization from

0.5 to 940 K/s, the primary crystallization of the $Al_6(Mn,Fe)$ phase is almost completely suppressed with the non-equilibrium eutectic volume increasing to 43 %. The Al–2.5%Fe–1.5%Mn alloy microstructure after laser melting features by the presence of dendritic-type aluminum matrix crystals with an average cell size of 0.56 μm surrounded by an iron–manganese phase of eutectic origin with an average plate size of 0.28 μm . The primary crystallization of the $Al_6(Mn,Fe)$ phase is completely suppressed. Such a microstructure is formed at cooling rates of $1.1 \cdot 10^4$ to $2.5 \cdot 10^4$ K/s, which corresponds to the cooling rates implemented in additive technologies. Regions consisting of $Al_6(Mn,Fe)$ phase primary crystals formed by the epitaxial growth mechanism were revealed at the boundary between the track and the base metal and at the remelting boundary. The smaller the eutectic plates and dendritic cell located in the epitaxial layer, the more disperse the primary crystals in the remelting zone. The Al–2.5%Fe–1.5%Mn alloy after laser melting has high hardness at room temperature (93 HV) and good thermal stability after heating up to 300 °C (hardness slightly decreases to 85 HV), and its calculated yield strength is 227 MPa. Combined with the ultra-fine microstructure formed, high processibility during laser melting, hardness at room temperature, and high calculated yield strength, Al–2.5%Fe–1.5%Mn is a promising alloy for use in additive technologies.

Keywords: Al–Fe–Mn alloy, additive technologies, cooling rate, laser melting, microstructure, hardness.

Loginova I.S. – Cand. Sci. (Eng.), Junior research scientist, Heat treatment and metal physics department, Ural Federal University (UrFU) (620002, Russia, Ekaterinburg, Mira str., 19). E-mail: i.s.loginova@urfu.ru, loginova@misis.ru.

Sazerat M.V. – Student, Department of metallurgy of non-ferrous metals, National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4); Institut Mines-Télécom (IMT) Mines Albi (81000, France, Allée des sciences). E-mail: m1911705@edu.misis.ru.

Popov N.A. – Cand. Sci. (Eng.), Lead engineer, Junior research scientist, Senior lecturer, Heat treatment and metal physics department, UrFU. E-mail: n.a.popov@urfu.ru.

Pozdniakov A.V. – Cand. Sci. (Eng.), Senior lecturer, Department of metallurgy of non-ferrous metals, NUST «MISIS». E-mail: pozdniakov@misis.ru.

Solonin A.N. – Cand. Sci. (Eng.), Head of the Department of metallurgy of non-ferrous metals, NUST «MISIS». E-mail: solonin@misis.ru.

For citation: Loginova I.S., Sazerat M.V., Popov N.A., Pozdniakov A.V., Solonin A.N. Features of structure formation in Al–Fe–Mn alloy during crystallization at different cooling rates. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy)*. 2020. No. 6. P. 76–86 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2020-6-76-86.

Введение

Аддитивные технологии стремительно развиваются благодаря ряду преимуществ перед традиционными методами изготовления деталей из металлических материалов. Их использование в промышленном масштабе позволяет изготавливать изделия сложной геометрической формы, близкой к их конечной конфигурации, из многокомпонентных сплавов, состав которых ориентирован на обеспечение высоких механических и эксплуатационных характеристик. Большое число работ посвящено исследованию новых композиций на основе алюминия систем Al–Mg [1, 2], Al–Cu–Mg [3, 4] и Al–Zn [5, 6], отличающихся более высоким уровнем механических свойств по сравнению со сплавом AlSi10Mg — самым распространенным на сегодняшний день для применения в аддитивных технологиях [7, 8]. Основными недостатками этих материалов являются высокая склонность к образованию кристаллизационных трещин из-за широкого эффективного интервала кристаллизации и неоднородная структура.

Обзор современной научно-технической литературы показывает общую тенденцию на создание алюминиевых сплавов, содержащих большое

количество переходных металлов, во много раз превышающее их предельную растворимость в алюминии. Связано это с тем, что добавки переходных металлов (Mn, Fe, Cr, Ti, Zr, Sc, V) малорастворимы в алюминии, образуют интерметаллидные фазы, отличающиеся высокой термической стабильностью благодаря низкому коэффициенту диффузии (10^{-14} – 10^{-12} cm^2/c при температуре 500 °C [9, 10]) по сравнению с классическими легирующими элементами Si, Zn, Mg и Cu.

Такая специфика переходных металлов позволяет в определенных условиях получить алюминиевые сплавы с уникальным комплексом свойств: хорошей свариваемостью, высокими прочностью и термической стабильностью [10–12]. В частности, высокие скорости охлаждения при кристаллизации (10^4 – 10^6 K/c), реализуемые в аддитивных технологиях, позволяют достичь высокого уровня механических свойств при комнатной и повышенной температурах за счет формирования ультрадисперсной структуры и сверхпересыщенного твердого раствора на основе алюминия.

Наиболее перспективными добавками переходных металлов являются Fe, Mn, Cr, Ni и Co,

что видно из примеров недавно разработанных алюминиевых сплавов составов, мас. %¹: Al—(3÷12)Fe—(0,1÷3)V—(0,1÷3)Si—(1÷6)Cu [13]; Al—(5÷6)Cu—(2,5÷3,5)Mg—(0,5÷1,25)Mn—(0÷5)Ti—(0÷3)V—(0÷0,15)V—(0÷0,15)Zr—(0÷0,25)Si—(0÷0,25)Fe—(0÷0,5)Cr—(0÷1)Ni [14]; Al—(3÷4,5)Si—(0,7÷1,5)Mg—(0,5÷1)Mn—(0÷0,5)Fe—(0÷0,1)Cu—(0÷0,5)Ti—(0÷0,2)V—(0÷1,5)Ni [15]. Российскими учеными разработаны сплавы на основе систем Al—12Si—Ni—Fe [16] и Al—(2,5÷9,5)Ni—2,5Fe [17] для аддитивных технологий, отличающиеся высокими прочностью и термической стабильностью при температурах 300—350 °С.

Основным недостатком легирования переходными металлами в больших концентрациях алюминиевых сплавов, предназначенных для аддитивных технологий, является возможность образования в структуре грубых первичных кристаллов интерметаллидных фаз из-за неравномерных условий охлаждения. Поэтому контроль условий охлаждения в процессе «выращивания» изделий из алюминиевых сплавов, легированных переходными металлами, с применением аддитивных технологий является важнейшей задачей.

В настоящей работе изучен сплав на основе системы Al—Fe—Mn, которая является перспективной для разработки высокопрочных термически стабильных алюминиевых сплавов для аддитивных технологий благодаря интерметаллидным фазам Al₃Fe и Al₆Mn [10]. Исследовано формирование в нем структуры в зависимости от скорости охлаждения при кристаллизации в процессах литья и лазерного плавления и разработаны рекомендации по режимам лазерного плавления этого сплава для его дальнейшего использования в аддитивных технологиях.

Методика проведения экспериментов

Сплав состава Al—2,5Fe—1,5Mn выплавляли из чистого алюминия (марки А99) и лигатур Al—10Fe и Al—10Mn в электрической печи Nabetherm S3. Для обеспечения различной скорости охлаждения ($v_{\text{охл}}$) при кристаллизации слитки были различного сечения. Слитки Ø 6 мм получали литьем в

медную толстостенную изложницу ($v_{\text{охл}} = 940$ К/с), Ø 14 мм — литьем в стальную изложницу ($v_{\text{охл}} = 26$ К/с) и Ø 100 мм — литьем в графитовую изложницу ($v_{\text{охл}} = 0,5$ К/с). Скорость охлаждения контролировали с помощью хромель-алюмелевой термопары, закрепленной на половине высоты изложницы. Эксперимент проводили с одинаковой частотой съемки, равной 1 кГц, для всех скоростей охлаждения. Температура расплава перед заливкой составляла 700 °С.

Лазерное плавление осуществляли на образцах толщиной 2 мм. Плавление поверхности образцов в виде одиночных треков проводили на импульсно-периодической установке МУЛ-1-М-200, оснащенной Nd—YAG-волоконным лазером с длиной волны излучения 1064 нм при следующих параметрах: мощность лазера — 34,6 Вт, скорость сканирования — 1 мм/с, длительность импульса — 12 мс, перекрытие — 0,2 мм.

Рентгенофазовый анализ (РФА) литых сплавов выполняли на дифрактометре Bruker Advance D8 в характеристическом излучении $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,154051$ нм) с шагом съемки $2\theta = 0,05^\circ$. Микроструктурный анализ и рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) сплавов в литом состоянии и после лазерного плавления проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа TESCAN VEGA 3LMN с приставкой XMAX-80 в режиме отраженных электронов. Пробы готовили с помощью установки Struers-Laborpol-5. Полированную поверхность дополнительно подвергали анодной полировке в 30 %-ном спиртовом растворе HClO_4 (температура электролита не превышала 5 °С) при напряжении 25 В.

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) определяли температуру солидуса сплавов с использованием калориметра Setaram Labsys в атмосфере аргона при скорости нагрева 0,667 К/с.

Микротвердость после лазерного плавления измеряли на полированных и травленых раствором Келлера ($5\text{HCl}—5\text{HNO}_3—3\text{HF}$) образцах по методу Виккерса, используя микротвердомер Wolpert с нагрузкой 500 г и временем выдержки 10 с. Для каждого образца рассчитывали среднее (по 10 отпечаткам) значение микротвердости. Предел текучести определяли путем расчета напряжения Орована (напряжения, необходимого для реализации механизма образования дислокационных петель вокруг эвтектических включений) с учетом равно-

¹ Здесь и далее имеются в виду мас.%, если не указано иное.

мерности распределения эвтектических включений по формуле [18]

$$\tau_p = \frac{0,81Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}(\lambda-m)} \ln \frac{m}{r_0},$$

где G — модуль сдвига, МПа; b — вектор Бюргерса, м; ν — коэффициент Пуассона, м/м; m — средний диаметр включения, м; λ — расстояние между центрами включений, м; $r_0 \approx 1,5b$, соответственно, $L = \lambda - m$ — расстояние между поверхностями включений.

С использованием программного обеспечения Thermo-Calc были построены политермические сечения системы Al—Fe—Mn и проведен расчет изменения массовой доли твердых фаз в сплаве Al—2,5Fe—1,5Mn по кривой Шайля.

Результаты и их обсуждение

Марганец и железо со стороны алюминия образуют диаграмму состояния эвтектического ти-

па. На рис. 1, а приведен политермический разрез системы Al—2,5Fe—(0÷10)Mn. При содержании в сплаве от 0,3 до 1,8 % марганца и 2,5 % железа в равновесном состоянии присутствуют фазы (Al), Al₃Fe и Al₆Mn. Из результатов расчета фазового состава сплавов, находящихся в тройной области диаграммы состояния, видно, что с увеличением содержания марганца до 1,5 % объемная доля интерметаллидной фазы Al₆Mn достигает 16,3 об.% (см. таблицу). Таким образом, повышенное содержание интерметаллидных фаз в сплаве позволяет получить более высокие свойства после обработки лазерным лучом.

Значения эффективного интервала кристаллизации (ЭИК) сплава Al—2,5Fe—1,5Mn, рассчитанного с помощью программы Thermo-Calc (см. рис. 1, б) как разница между температурой образования 65 % доли твердых фаз и температурой солидуса [19], также приведены в таблице. Видно, что сплав имеет узкий ЭИК, что должно

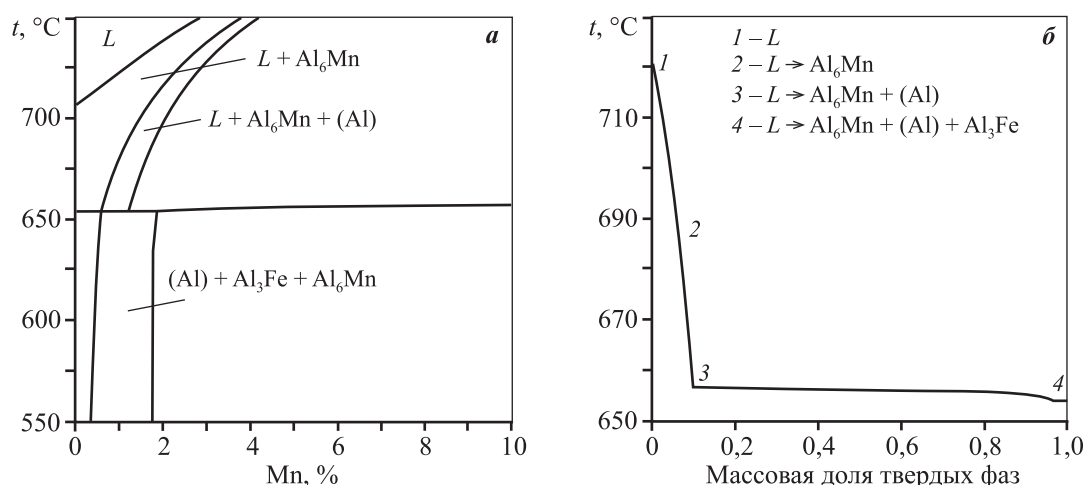


Рис. 1. Политермический разрез систем Al—2,5Fe—(0÷10)Mn (а) и расчет изменения массовой доли твердых фаз в сплаве Al—2,5Fe—1,5Mn (б)

Fig. 1. Polythermal section of Al—2.5Fe—(0÷10)Mn systems (а) and calculation of changes in solid phase mass fraction in Al—2.5Fe—1.5Mn alloy (б)

Расчетные значения количества фаз, температур образования 65 % твердых фаз, неравновесного солидуса и ЭИК (Thermo-Calc)

Calculated values of phase quantity, 65 % solid phase formation temperatures, nonequilibrium solidus and effective crystallization intervals (Thermo-Calc)

Сплав	Содержание, об. %			$t_{65\%}, ^\circ\text{C}$	$t_{н.с.}, ^\circ\text{C}$	ЭИК
	Al ₃ Fe	Al ₆ Mn	(Al)			
Al—2,5Fe—0,5Mn	2,3	11,1	86,6	656	653	3
Al—2,5Fe—1,5Mn	2,5	16,3	81,2	656	654	2

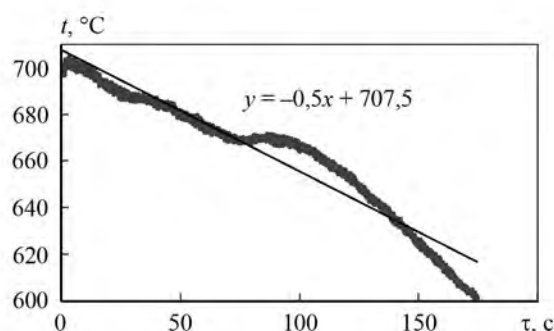
обеспечивать его высокие литейные свойства и хорошую свариваемость, позволив минимизировать количество дефектов при лазерном плавлении.

Методом ДСК установлено, что экспериментальная температура солидуса сплава Al–2,5Fe–1,5Mn равна 655 °С, что значительно выше, чем у классического для аддитивных технологий сплава AlSi10Mg ($t_{н.с} = 557\text{ °С}$ [20]), а это может обеспечить высокую термическую стабильность.

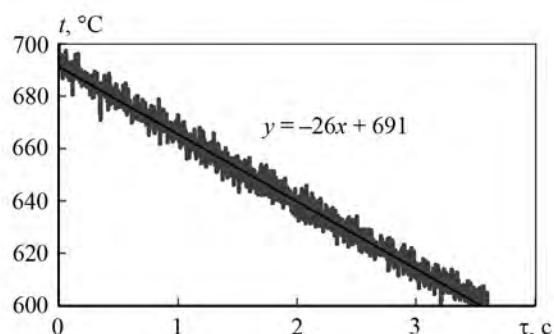
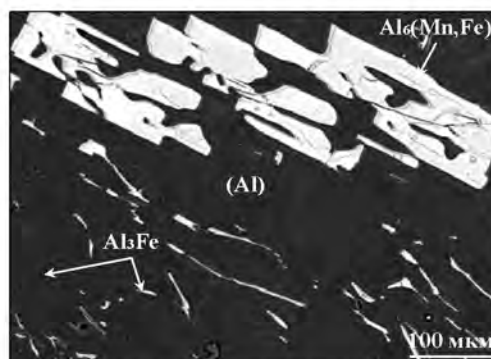
На рис. 2 приведены микроструктуры сплава Al–2,5Fe–1,5Mn, полученные при разных скоро-

стях охлаждения в интервале кристаллизации. Появление локальных пиков на рис. 2, в связано с относительно небольшим масштабом (количество данных за 0,1 с) по сравнению с графиками на рис. 2, а, б.

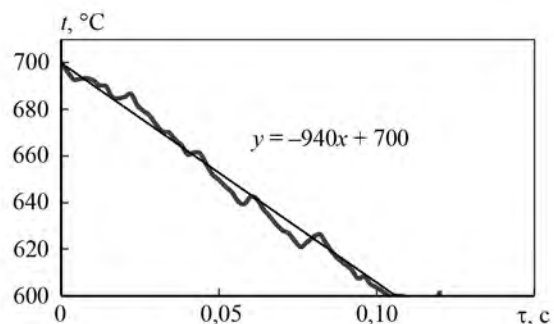
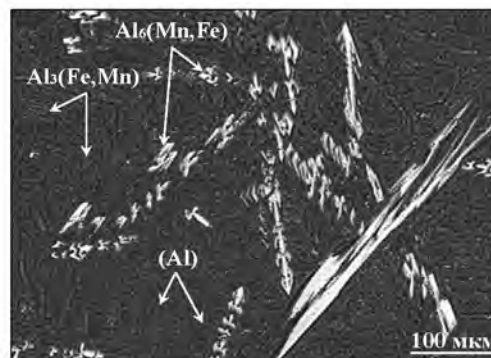
Фазовый состав и карта распределения легирующих элементов для исследуемого сплава представлены на рис. 3 и 4. Практически любая кристаллизация сплавов в лабораторных или промышленных условиях является неравновесной, что определяется отклонением среднего состава и объемных долей твердых фаз от теоретически



a



б



в

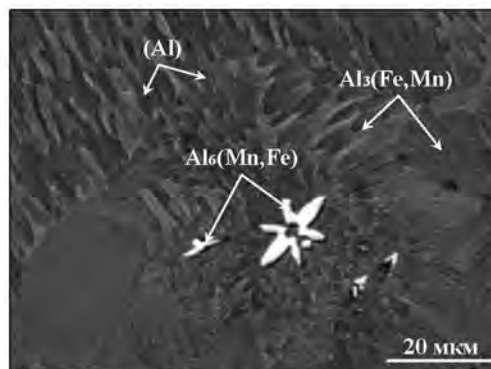


Рис. 2. Типичные микроструктуры сплава Al–2,5Fe–1,5Mn, полученные при скоростях охлаждения 0,5 К/с (*a*), 26 К/с (*б*) и 940 К/с (*в*)

Fig. 2. Typical Al–2.5Fe–1.5Mn alloy microstructures obtained at cooling rates 0.5 K/s (*a*), 26 K/s (*б*) and 940 K/s (*в*)

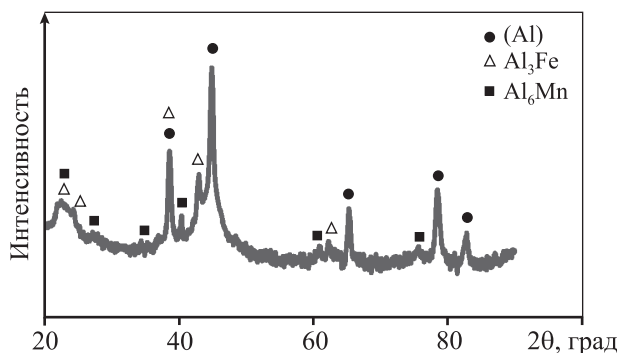


Рис. 3. Дифрактограмма сплава Al–2,5Fe–1,5Mn в литом состоянии ($v_{\text{охл}} = 26 \text{ K/c}$)

Fig. 3. As-cast Al–2.5Fe–1.5Mn alloy XRD pattern ($v_{\text{cool}} = 26 \text{ K/s}$)

рассчитанных значений. В образце, закристаллизованном при малой скорости охлаждения $0,5 \text{ K/c}$ (рис. 2, а), структура близка к равновесному состоянию. Основными структурными составляющими являются крупные первичные кристаллы фазы $\text{Al}_6(\text{Mn,Fe})$, занимающие 35 % объема, твер-

дый раствор на основе алюминия (Al) и фаза Al_3Fe эвтектического происхождения, средняя толщина пластин которой равна $2,7 \pm 0,1 \text{ мкм}$.

С увеличением скорости охлаждения до 26 K/c кристаллизация происходит в более неравновесных условиях, что приводит к увеличению неравновесной доли эвтектической фазы $\text{Al}_3(\text{Fe,Mn})$, расположенной по границам алюминиевого твердого раствора, до 15 %. Средний размер пластин эвтектической фазы составляет $1,5 \pm 0,1 \text{ мкм}$, а межпластинчатое расстояние — $2,3 \text{ мкм}$. Размер дендритной ячейки (Al) достигает $12,6 \pm 1,1 \text{ мкм}$. Размер первичных кристаллов уменьшается с 210 до 54 мкм (см. рис. 2, б).

Методом РСМА установлено, что в фазе Al_6Mn частично растворено железо, а в Al_3Fe — марганец (рис. 4).

С повышением скорости охлаждения до 940 K/c микроструктура значительно меняется (см. рис. 2, в): средний размер дендритных ячеек (Al) снижается до $1,8 \pm 0,1 \text{ мкм}$, объемная доля неравновесной эвтектики возрастает до 43 %, средний раз-

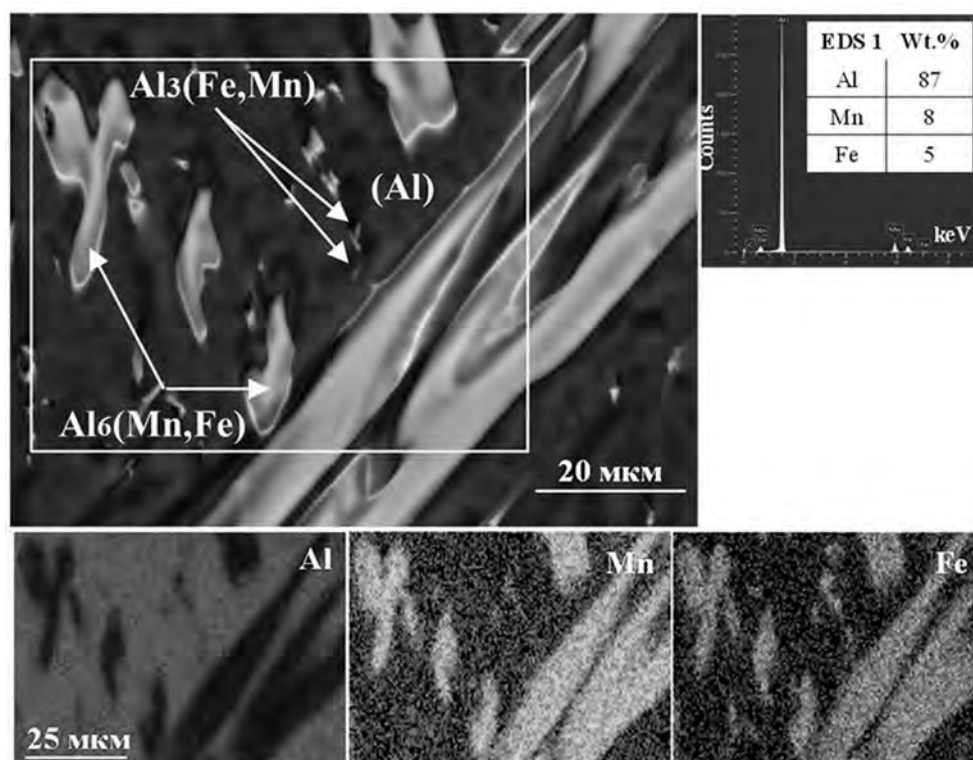


Рис. 4. Микроструктура и карты распределения легирующих элементов, полученные в характеристическом рентгеновском излучении AlK_α , MnK_α и FeK_α методом РСМА ($v_{\text{охл}} = 26 \text{ K/c}$)

Fig. 4. Microstructure and distribution maps of alloying elements obtained at characteristic X-ray radiation AlK_α , MnK_α and FeK_α by EDX ($v_{\text{cool}} = 26 \text{ K/s}$)

мер эвтектических пластин сокращается до $0,3 \pm 0,01$ мкм, а межпластинчатое расстояние — до $0,4 \pm 0,02$ мкм. При такой скорости охлаждения происходит практически полное подавление первичной кристаллизации фазы $Al_6(Mn, Fe)$: ее объемная доля уменьшается до 3,5 %.

Таким образом, марганец входит в состав эвтектической фазы $Al_3(Fe, Mn)$ и может растворяться в алюминиевом твердом растворе.

По динамике изменения микроструктуры сплава $Al-2,5Fe-1,5Mn$, полученного в разных условиях кристаллизации, видно, что с увеличением скорости охлаждения до 940 К/с первичная кристаллизация практически полностью подавляется, происходит переход к дендритной кристаллизации с образованием большой объемной доли эвтектической фазы.

На втором этапе исследования поверхность литых образцов, закристаллизованных с разной скоростью охлаждения, подвергали лазерному плавлению. Микроструктуры одиночных треков после такой обработки приведены на рис. 5.

Микроструктура трека, наплавленного на поверхность образца с исходной структурой, полученной при $v_{охл} = 0,5$ К/с, отличалась дисперсным строением с преимущественно дендритной формой кристаллов алюминиевого твердого раствора, окруженных частицами железомарганцовистой фазы, которая образовалась при эвтектической кристаллизации (рис. 5, а). На границе между треком и основным (литым) металлом, где в качестве подложки был алюминиевый твердый раствор, в треке сформирована дендритная структура, за исключением области, где в зоне лазерного плавления находились первичные кристаллы фазы $Al_6(Mn, Fe)$.

Лазерное воздействие на материал, приводящее к плавлению малой области, занимает десятые доли секунды. За короткий промежуток нагрева проходит частичное оплавление фазы $Al_6(Mn, Fe)$ (предполагаемая граница оплавления отмечена черной штриховой линией) с последующей быстрой кристаллизацией в виде дисперсных частиц. Характер расположения закристаллизованных частиц указывает на их склонность к эпитаксиальному росту в присутствии подложки в виде расплавленной фазы (см. рис. 5, а, обл. 1). Такая же область эпитаксиального роста шириной 1,9 мкм формируется на границе 2-го и 3-го импульсов (см. рис. 5, а, обл. 3). Ее появление может быть обусловлено тем, что железомарганцовистая фаза

кристаллизуется из расплава на эвтектических частицах этой же фазы, находящихся в нижнем не-расплавленном слое. По мере удаления от границы плавления структура меняется на дендритную (см. рис. 5, а, обл. 4). На границе с основным металлом средний размер дендритов матрицы равен $0,68 \pm 0,08$ мкм, в центральной области — $0,56 \pm 0,05$ мкм.

На основе зависимости дендритного параметра от скорости охлаждения при кристаллизации были оценены скорости охлаждения, реализуемые при лазерном плавлении. По результатам расчетов можно утверждать, что значения $v_{охл}$ меняются от $1,1 \cdot 10^4$ К/с на границе с основным металлом до $2,5 \cdot 10^4$ К/с в центральной области, что соответствует реализуемым в аддитивных технологиях скоростям охлаждения при кристаллизации [21–25].

Микроструктура трека, наплавленного на поверхность образца с исходной структурой, полученной при $v_{охл} = 26$ К/с, приведена на рис. 5, б. Она характеризуется дисперсным строением с преимущественно дендритной формой кристаллов алюминиевого твердого раствора, окруженных частицами железомарганцовистой фазы, которая образовалась по эвтектической реакции.

На границе между треком и основным металлом переplаву подвергались первичные кристаллы фазы $Al_6(Mn, Fe)$ и эвтектические частицы фазы $Al_3(Fe, Mn)$ (см. рис. 5, б, обл. 1). В этих местах в структуре трека также выявляются частицы указанных фаз, но они меньшего размера, что свидетельствует об эпитаксиальном характере кристаллизации. Как и в предыдущем треке (см. рис. 5, а), на границе двух импульсов образуется тонкая прослойка из первичных кристаллов железомарганцовистой фазы, образованной в результате эпитаксиального роста. Ее средняя ширина равна 2 мкм, а размер первичных кристаллов не превышает 1 мкм (см. рис. 5, б, обл. 2).

На рис. 5, в приведена микроструктура трека, наплавленного на поверхность образца с исходной структурой, полученной при $v_{охл} = 940$ К/с. Здесь кристаллизация переplавленного лазером участка началась на твердой подложке, состоящей из кристаллов дендритного типа. Расположенная по границам дендритных ячеек эвтектическая фаза $Al_3(Fe, Mn)$, температура плавления которой меньше, чем алюминиевого твердого раствора, оплавилась. При затвердевании происходит первичная кристаллизация этой фазы, что видно по отличиям в микроструктуре (см. рис. 5, в, обл. 2).

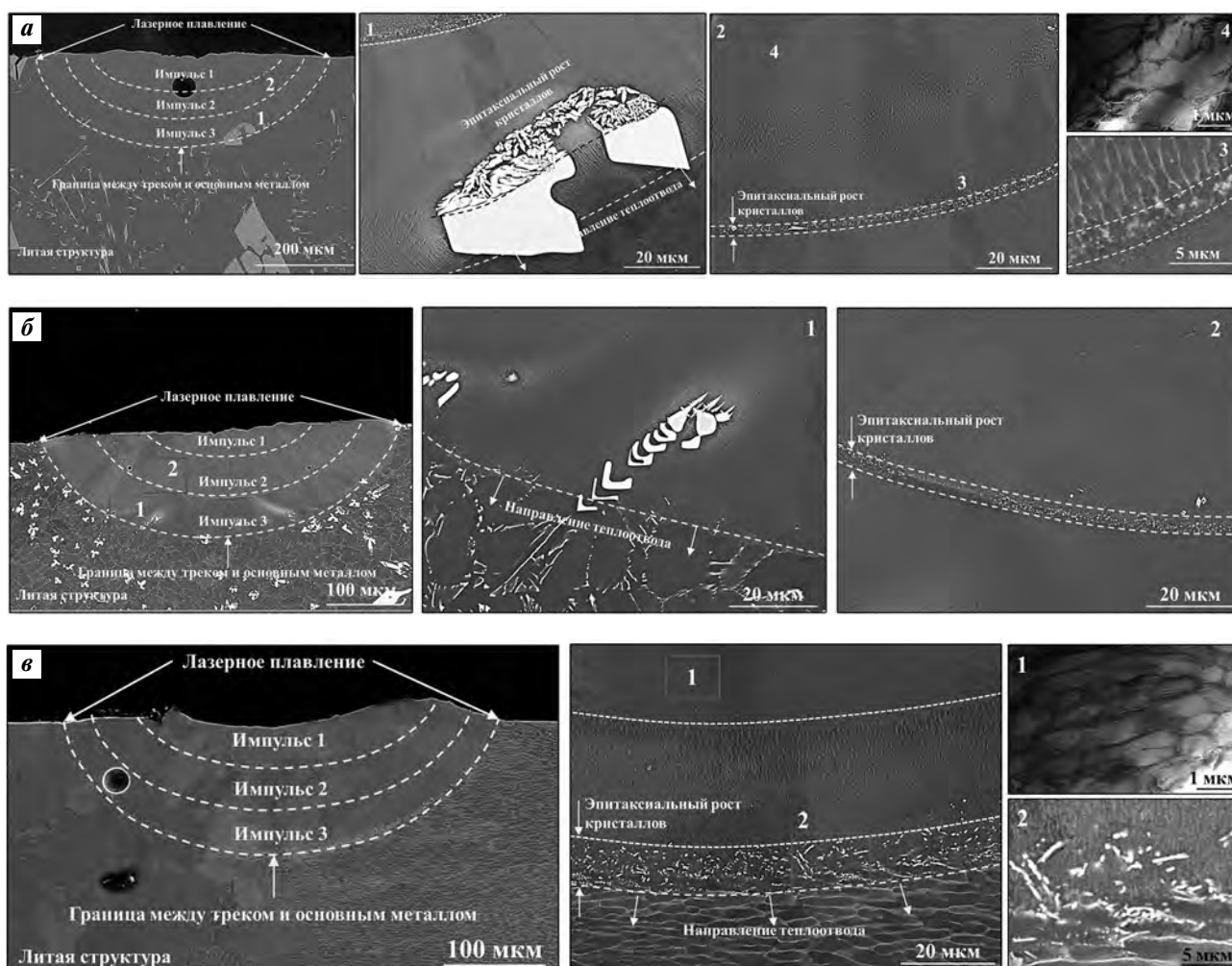


Рис. 5. Микроструктура профилей одиночных треков после лазерного плавления сплава Al–2,5Fe–1,5Mn с различными типами исходной литой структуры, полученной при $v_{\text{охл}} = 0,5$ К/с (а), 26 К/с (б) и 940 К/с (в)

Fig. 5. Profile microstructure of single tracks after Al–2.5Fe–1.5Mn alloy laser melting with different types of initial cast structure obtained at $v_{\text{cool}} = 0.5$ K/s (a), 26 K/s (b) and 940 K/s (c)

Размеры первичных кристаллов не превышают 4 мкм, а ширина области их эпитаксиального роста больше, чем между импульсами, и составляет 9,5 мкм. Это может быть связано с тем, что исходный размер эвтектических пластин, подвергаемых переплаву, в нижнем слое больше, чем в структуре трека. Микроструктура вдали от границы с основным металлом также имеет дендритное строение со средним размером ячейки $0,65 \pm 0,06$ мкм.

Из анализа микроструктуры треков, полученных при лазерном плавлении (с учетом близости скорости охлаждения), можно сделать вывод о том, что подобная структура будет формироваться в сплаве при использовании его в виде порошка в

аддитивных технологиях, в частности при селективном лазерном плавлении. На границе треков и слоев в таком изделии следует ожидать формирования узких областей, состоящих из первичных кристаллов железомарганцовистой фазы в результате их эпитаксиального роста. В целом структура всех треков, полученных в ходе лазерного плавления, характеризуется отсутствием кристаллизационных трещин, что объясняется узким ЭИК сплава Al–2,5Fe–1,5Mn.

В литом состоянии твердость исследуемого сплава с увеличением скорости охлаждения при кристаллизации меняется от 37 до 67 НВ, что может быть обусловлено высокой дисперсностью фазы $\text{Al}_3(\text{Fe}, \text{Mn})$ и реализацией механизма

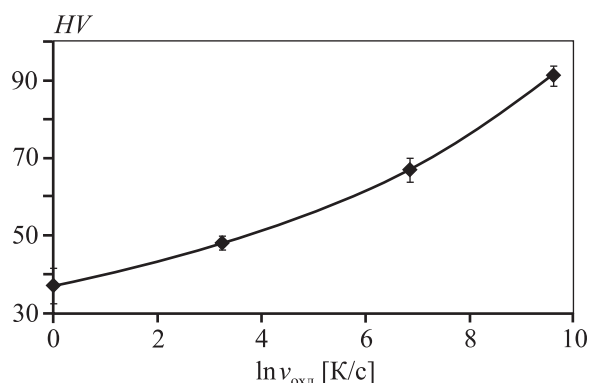


Рис. 6. Зависимость твердости от скорости охлаждения сплава Al–2,5Fe–1,5Mn

Fig. 6. Dependence of hardness on Al–2.5Fe–1.5Mn alloy cooling rate

твердорастворного упрочнения благодаря повышению концентрации марганца в (Al). Формирование ультрадисперсной микроструктуры в результате лазерного плавления приводит к существенному росту твердости сплава до 93 HV (рис. 6).

Отжиг при температурах 100, 200 и 300 °C в течение 1 ч привел к незначительному падению твердости до 91 ± 2 , 86 ± 1 и 85 ± 1 HV соответственно. Повышение температуры отжига до 400 °C вызвало большее падение твердости — до 64 HV. Высокая термическая стабильность сплава Al–2,5Fe–1,5Mn после лазерного плавления может быть связана со стабильностью интерметаллидной Fe–Mn-фазы эвтектического происхождения за счет низкого коэффициента диффузии марганца и железа в алюминиевом твердом растворе [10].

Расчетным методом был определен предел текучести сплава Al–2,5Fe–1,5Mn со структурой, полученной при лазерном плавлении. При расчете учитывали равномерное распределение частиц второй фазы эвтектического происхождения, средний размер которых принимали равным 0,28 мкм, а среднее расстояние между ними — 0,56 мкм, что соответствовало среднему размеру дендритной ячейки. Вычисленное значение предела текучести сплава составило 227 МПа.

Таким образом, можно заключить, что совокупность высоких показателей сплава Al–2,5Fe–1,5Mn, таких как дисперсность формируемой при лазерном плавлении структуры, твердость при комнатной и повышенной температурах и расчетный предел текучести, делают его перспективным для использования в аддитивных технологиях.

Выводы

1. Исследованы особенности формирования микроструктуры в сплаве на основе алюминия, легированном Fe и Mn, в зависимости от скорости охлаждения при литье и в процессе лазерного плавления.

2. Показано, что в литом состоянии микроструктура сплава Al–2,5Fe–1,5Mn, полученного при скорости охлаждения 0,5 К/с, состоит из крупных первичных кристаллов фазы $Al_6(Mn,Fe)$, твердого раствора на основе алюминия (Al) и фазы Al_3Fe эвтектического происхождения. Увеличение скорости охлаждения до 26 К/с приводит к формированию (Al) в виде дендритов со средним размером ячейки 12,6 мкм и увеличению неравновесной доли эвтектической фазы $Al_3(Fe, Mn)$, расположенной по границам алюминиевого твердого раствора, до 15 %. С повышением скорости охлаждения до 940 К/с первичная кристаллизация фазы $Al_6(Mn, Fe)$ практически полностью подавляется, средний размер дендритных ячеек (Al) уменьшается до 1,8 мкм, а объемная доля неравновесной эвтектики возрастает до 43 %.

3. Анализ микроструктуры сплава Al–2,5Fe–1,5Mn после лазерного плавления показал, что во всем объеме формируются кристаллы алюминиевой матрицы дендритного типа со средним размером ячейки 0,56 мкм, окруженные железомарганцевистой фазой эвтектического происхождения со средним размером пластин 0,28 мкм. Первичная кристаллизация фазы $Al_6(Mn,Fe)$ полностью подавлена. Установлено, что формирование такой структуры происходит при скоростях охлаждения $(1,1 \div 2,5) \cdot 10^4$ К/с.

4. На границе между треком и основным металлом, а также на границе повторного переплава выявлены области, состоящие из первичных кристаллов фазы $Al_6(Mn,Fe)$, сформированных по механизму эпитаксиального роста. Чем меньше размер эвтектических пластин и дендритной ячейки, находящихся в эпитаксиальном слое, тем дисперснее первичные кристаллы в зоне переплава.

5. Показано, что после лазерного плавления сплав Al–2,5Fe–1,5Mn имеет высокую твердость, равную 93 HV. Его микроструктура характеризуется хорошей термической стабильностью, что подтверждается сохранением высокой твердости (85 HV) при нагреве до 300 °C. А расчетный предел текучести этого сплава составляет 227 МПа.

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-38-60037.

Funding: The study was carried out under financial support of the Russian Foundation for Basic Research as part of Scientific Project No. 19-38-60037.

Литература/References

1. Li R., Wang M., Yuan T., Song B., Chen C., Zhou K., Cao P. Selective laser melting of a novel Sc and Zr modified Al–6.2Mg alloy: Processing, microstructure, and properties. *Powder Technol.* 2017. Vol. 319. P. 117–128.
2. Spierings A.B., Dawson K., Heeling T., Uggowitzer P.J., Schaublin R., Palm F., Wegener K. Microstructural features of Sc- and Zr-modified Al–Mg alloys processed by selective laser melting. *Mater. Design.* 2017. Vol. 115. P. 52–63.
3. Zhang H., Zhu H., Nie X., Yin J., Hu Z., Zeng X. Effect of zirconium addition on crack, microstructure and mechanical behavior of selective laser melted Al–Cu–Mg alloy. *Scripta Mater.* 2017. Vol. 134. P. 6–10.
4. Lopez-Botello O., Martinez-Hernande U., Ramirez J., Pina C., Mumtaz K. Two-dimensional simulation of grain structure growth within selective laser melted AA-2024. *Mater. Design.* 2017. Vol. 113. P. 369–376.
5. Jiang B., Zhenglong L., Xi C., Peng L., Nannan L., Yanbin C. Microstructure and mechanical properties of TiB₂-reinforced 7075 aluminum matrix composites fabricated by laser melting deposition. *Ceram. Int.* 2019. Vol. 45. P. 5680–5692.
6. Qi T., Zhu H., Zhang H., Yin J., Ke L., Zeng X. Selective laser melting of Al7050 powder: Melting mode transition and comparison of the characteristics between the key-hole and conduction mode. *Mater. Design.* 2017. Vol. 135. P. 257–266.
7. Zhang J., Song B., Wei Q., Bourell D., Shi Y. A review of selective laser melting of aluminum alloys: Processing, microstructure, property and developing trends. *J. Mater. Sci. Technol.* 2019. Vol. 35. P. 270–284.
8. Biffi C.A., Flocchi J., Bassani P., Paolino D.S., Tridello A., Chiandussi G., Rossetto M., Tuissi A. Microstructure and preliminary fatigue analysis on AlSi₁₀Mg samples manufactured by SLM. *Procedia Struct. Integrity.* 2017. Vol. 27. P. 50–57.
9. Hirano K., Agarwala R., Cohen M. Diffusion of chromium in aluminium. *Acta Metall.* 1962. Vol. 10. P. 857–863.
10. Добаткин В.И., Елагин В.И. Гранулируемые алюминиевые сплавы. М.: Metallurgiya, 1981.
Dobatkin V.I., Elagin V.I. Pelletized aluminum alloys. Moscow: Metallurgiya, 1981 (In Russ.).
11. Belov N.A., Eskin D.G., Avxentieva N.N. Constituent phase diagrams of the Al–Cu–Fe–Mg–Ni–Si system and their application to the analysis of aluminium piston alloys. *Acta Mater.* 2995. Vol. 53. Iss. 17. P. 4709–4722.
12. Eskin D.G., Suyitno Katgerman L. Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys. *Prog. Mater. Sci.* 2004. Vol. 49. Iss. 5. P. 629–711.
13. Karbin L.M., Yanar C., Heard D.W., Wang W. Aluminum alloys having iron, silicon, vanadium and cooper: Pat. 2016/0138400 A1 (USA). 2016.
14. Wentland W.L., Karlen E., Mironets S., Ocken T.J., Bianco R. Method of manufacturing aluminum alloy articles: Pat. 2017/0016096 A1 (US). 2017.
15. Wentland W.L., Karlen E., Mironets S., Ocken T.J., Bianco R. Method of manufacturing aluminum alloy articles: Pat. 2017/0016094A1 (US). 2017.
16. Manca D.R., Churyumov A.Yu., Pozdniakov A.V., Ryabov D.K., Korolev V.A., Daubarayte D.K. Novel heat-resistant Al–Si–Ni–Fe alloy manufactured by selective laser melting. *Mater. Lett.* 2019. Vol. 236. P. 676–679.
17. Логинова И.С., Чурюмов А.Ю., Даубарайте Д.К., Королев В.А., Солонин А.Н. Влияние добавок переходных металлов Fe, Cr, Mn и Ni на структуру и свойства алюминиевых сплавов при лазерном воздействии в аддитивных технологиях. *Технология легких сплавов.* 2019. No. 4. С. 5–16.
Loginova I.S., Churyumov A.Yu., Daubarayte D.K., Korolev V.A., Solonin A.N. The effect of transition metal additives Fe, Cr, Mn and Ni on the structure and properties of aluminum alloys under laser irradiation in additive technologies. Tekhnologiya legkikh splavov. 2019. No 4. P. 5–16 (In Russ.).
18. Чурюмов А.Ю. Расчет предела текучести и деформационного упрочнения алюминиевых сплавов по параметрам структуры: Автореф. дис. канд. техн. наук. М.: МИСиС, 2008.
Churyumov A.Yu. Calculation of the yield strength and strain hardening of aluminum alloys by structural parameters: Abstract of the dissertation of PhD. Moscow: MISIS, 2008 (In Russ.).
19. Поздняков А.В., Золоторевский В.С., Хомутов М.Г. Горячеломкость литейных алюминиевых сплавов. М.: МИСиС, 2014.

- Pozdniakov A.V., Zolotarevskiy V.S., Khomutov M.G.* Hot brittleness of aluminum casting alloys. Moscow: MISIS, 2014 (In Russ.).
20. *Vončina M., Mrvar P., Medved J.* Thermodynamic analysis of AlSi₁₀Mg alloy termodinamica analiza zlitine AlSi₁₀Mg. *RMZ. Mater. Geoenviron. J.* 2006. Vol. 52(3). P. 621—633.
 21. *Pozdniakov A.V., Churyumov A.Y., Loginova I.S., Daubarayte D.K., Ryabov D.K., Korolev V.A.* Microstructure and properties of novel AlSi11CuMn alloy manufactured by selective laser melting. *Mater. Lett.* 2018. Vol. 225. P. 33—36.
 22. *Churyumov A.Yu., Pozdniakov A.V., Prosviryakov A.S., Loginova I.S., Daubarayte D.K., Ryabov D.K., Korolev V.A., Solonin A.N., Pavlov M.D., Valchuk S.V.* Microstructure and mechanical properties of a novel selective laser melted Al—Mg alloy with low Sc content. *Mater. Res. Express.* 2019. Vol. 6. P. 126595.
 23. *Kaplanskii Yu.Yu., Sentyurina Zh.A., Loginov P.A., Levashov E.A., Korotitskiy A.V., Travyanov A.Yu., Petrovskii P.V.* Microstructure and mechanical properties of the (Fe,Ni) Al-based alloy produced by SLM and HIP of spherical composite powder. *Mater. Sci. Eng. A.* 2019. Vol. 743. P. 567—580.
 24. *Manca D.R., Churyumov A.Y., Pozdniakov A.V., Prosviryakov A.S., Ryabov D.K., Krokhin A.Y., Korolev V.A., Daubarayte D.K.* Microstructure and properties of novel heat resistant Al—Ce—Cu alloy for additive manufacturing met. *Mater. Int.* 2019. Vol. 25(3). P. 633—640.
 25. *Kaplanskii Yu.Yu., Zaitsev A.A., Sentyurina Zh.A., Levashov E.A., Pogochev Yu.S., Loginov P.A., Logachev I.A.* The structure and properties of pre-alloyed NiAl—Cr(Co,Hf) spherical powders produced by plasma rotating electrode processing for additive manufacturing. *J. Mater. Res. Technol.* 2018. Vol. 7. Iss. 4. P. 461—468.