

СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЭВТЕКТИЧЕСКОГО АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc ПОСЛЕ ТЕПЛОГО РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

© 2021 г. С.О. Рогачев¹, Е.А. Наумова^{1,2}, Р.Д. Карелин^{1,3}, В.А. Андреев^{3,4},
М.М. Перкас³, В.С. Юсупов³, В.М. Хаткевич^{1,5}

¹ Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва, Россия

² Московский государственный технологический университет «СТАНКИН», г. Москва, Россия

³ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова (ИМЕТ) РАН, г. Москва, Россия

⁴ ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ», г. Москва, Россия

⁵ ООО «ТМК НТЦ», г. Москва, Россия

Статья поступила в редакцию 11.08.20 г., доработана 09.11.20 г., подписана в печать 13.11.20 г.

Аннотация: Разработанные в последние годы многокомпонентные эвтектические сплавы на основе системы Al–Ca перспективны для практического применения, так как обладают малой плотностью, высокой коррозионной стойкостью, они высокотехнологичны при литье, а в отожженном состоянии легко деформируются. Упрочнение сплавов достигается при их легировании Mn, Fe, Zr, Sc и другими элементами. Получение в алюминиевых сплавах ультрамелкозернистого состояния методами больших пластических деформаций, например равноканальным угловым прессованием (РКУП), существенно повышает комплекс их механических свойств. В связи с этим целью данной работы было изучение влияния теплового РКУП на структуру, механические свойства и термическую стабильность эвтектического алюминиевого сплава, мас. %: Al–3,5Ca–0,9Mn–0,5Fe–0,1Zr–0,1Sc. Процесс РКУП осуществляли на образцах сплава в литом состоянии диаметром 20 мм (температура 400 °С, маршрут ВС, угол пересечения каналов 110°, число проходов $N = 6$). Показано, что в результате РКУП в сплаве формируется развитая субструктура с высокой плотностью дислокаций и выделением наноразмерных частиц $Al_6(Mn, Fe)$ и Al_3Sc , а также происходит измельчение первичных крупных частиц $Al_6(Mn, Fe)$ и эвтектических частиц Al_4Ca . Такое изменение структуры в ходе РКУП приводит к существенному упрочнению сплава: его прочностные свойства увеличились в 1,5–2,0 раза, а относительное удлинение уменьшилось в 1,3 раза в образце продольного сечения и слабо изменилось в образце поперечного сечения по сравнению с исходным состоянием.

Ключевые слова: эвтектический алюминиевый сплав Al–Ca, большие пластические деформации, РКУП, микроструктура, механические свойства.

Рогачев С.О. — канд. техн. наук, доцент кафедры металловедения и физики прочности НИТУ «МИСиС» (119991, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: csaap@mail.ru.

Наумова Е.А. — канд. техн. наук, вед. эксперт кафедры обработки металлов давлением НИТУ «МИСиС»; доцент кафедры композиционных материалов МГТУ «СТАНКИН» (127055, г. Москва, Вадковский пер., 1). E-mail: jan73@mail.ru.

Карелин Р.Д. — мл. науч. сотрудник ИМЕТ РАН (119334, г. Москва, Ленинский пр-т, 49); аспирант кафедры обработки металлов давлением НИТУ «МИСиС». E-mail: rdkarelin@gmail.com.

Андреев В.А. — канд. техн. наук, ген. директор ООО «Промышленный центр МАТЭК-СПФ» (117449, г. Москва, ул. Карьер, 2А, стр. 1, оф. 137); ст. науч. сотрудник ИМЕТ РАН. E-mail: andreev.icmateks@gmail.com.

Перкас М.М. — ст. науч. сотрудник ИМЕТ РАН. E-mail: perkas03@yandex.ru.

Юсупов В.С. — докт. техн. наук, гл. науч. сотрудник ИМЕТ РАН. E-mail: yusupov@aport2000.ru.

Хаткевич В.М. — канд. техн. наук, вед. инженер научно-исследовательской лаборатории «Гибридные наноструктурные материалы» НИТУ «МИСиС»; науч. сотрудник ООО «ТМК НТЦ» (143026, г. Москва, Территория Сколково, ул. Нобеля, 7). E-mail: hatvm87@mail.ru.

Для цитирования: Рогачев С.О., Наумова Е.А., Карелин Р.Д., Андреев В.А., Перкас М.М., Юсупов В.С., Хаткевич В.М. Структура и механические свойства эвтектического алюминиевого сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc после теплового равноканального углового прессования. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2021. Т. 27. № 2. С. 56–65.

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-2-56-65.

Structure and mechanical properties of Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc eutectic aluminum alloy after equal channel angular pressing

S.O. Rogachev¹, E.A. Naumova^{1,2}, R.D. Karelin^{1,3}, V.A. Andreev^{3,4}, M.M. Perkas³,
V.S. Yusupov³, V.M. Khatkevich^{1,5}

¹ National University of Science and Technology (NUST) «MISIS», Moscow, Russia

² MSUT «STANKIN», Moscow, Russia

³ Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia

⁴ MATEK-SMA Ltd., Moscow, Russia

⁵ Scientific and technical center «TMK», Ltd, Moscow, Russia

Received 11.08.2020, revised 09.11.2020, accepted for publication 13.11.2020

Abstract: Multicomponent eutectic alloys developed in recent years based on the Al–Ca system have high practical application prospects due to their low density, high corrosion resistance, good processability when casting, and high formability in the as-annealed state. Alloy hardening is achieved by doping with Mn, Fe, Zr, Sc and other elements. Obtaining an ultrafine-grained state in aluminum alloys by the methods of severe plastic deformations, e.g. equal channel angular pressing (ECAP), significantly increases the complex of their mechanical properties. In this regard, the purpose of this paper was aimed to study the effect of warm ECAP on the structure, mechanical properties and thermal stability of the eutectic aluminum alloy, wt.-%: Al–3.5Ca–0.9Mn–0.5Fe–0.1Zr–0.1Sc. The ECAP process was carried out on as-cast alloy specimens with a diameter of 20 mm (temperature 400 °C, route BC, channel intersection angle 110°, number of passes $N = 6$). It is shown that as a result of ECAP, a developed substructure with high-density dislocations and released nanosized $Al_6(Mn, Fe)$, and Al_3Sc particles is formed in the alloy, as well as primary coarse $Al_6(Mn, Fe)$ particles and eutectic Al_4Ca particles are reduced in size. Such a change in the structure during ECAP leads to the significant hardening of the alloy: its strength properties increased by 1.5–2.0 times, and relative elongation decreased by 1.3 times in the longitudinal section sample and slightly changed in the «transverse» section sample as compared to the initial condition.

Keywords: Al–Ca eutectic aluminum alloy, severe plastic deformations, ECAP, microstructure, mechanical properties.

Rogachev S.O. — Cand. Sci. (Eng.), Assistant prof., Department of physical metallurgy and physics of strength, National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119991, Russia, Moscow, Leninskii pr., 4). E-mail: csaap@mail.ru.

Naumova E.A. — Cand. Sci. (Eng.), Lead expert, Department of metal forming, NUST «MISIS»; Associate prof., Department of composite materials, MSUT «STANKIN» (127055, Russia, Moscow, Vadkovskii per., 1). E-mail: jan73@mail.ru.

Karelin R.D. — Junior researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences (119334, Russia, Moscow, Leninskii pr., 49); Postgraduate student, Department of metal forming, NUST «MISIS». E-mail: rdkarelin@gmail.com.

Andreev V.A. — Cand. Sci. (Eng.), General director, MATEK-SMA Ltd. (117449, Russia, Moscow, Kar'yer str., 2a, bld 1-137); Senior researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS. E-mail: andreev.icmateks@gmail.com.

Perkas M.M. — Senior researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS. E-mail: perkas03@yandex.ru.

Yusupov V.S. — Dr. Sci. (Eng.), Chief researcher, Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of RAS. E-mail: yusupov@aport2000.ru.

Khatkevich V.M. — Cand. Sci. (Eng.), Lead engineer, Research laboratory «Hybrid nanostructured materials», NUST «MISIS»; Researcher, Scientific and technical center «TMK», Ltd (143026, Russia, Moscow, Skolkovo, Nobel str., 7). E-mail: hatvm87@mail.ru.

For citation: Rogachev S.O., Naumova E.A., Karelin R.D., Andreev V.A., Perkas M.M., Yusupov V.S., Khatkevich V.M. Structure and mechanical properties of Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc eutectic aluminum alloy after equal channel angular pressing. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya (Izvestiya. Non-Ferrous Metallurgy)*. 2021. Vol. 27. No. 2. P. 56–65 (In Russ.). DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2021-2-56-65.

Введение

В настоящее время активно расширяются области применения алюминиевых сплавов [1–3]. Однако традиционные системы легирования (Al–Si–Cu–Mg, Al–Cu–Mg, Al–Zn–Mg–Cu и др.) часто не обеспечивают необходимого современной технике комплекса свойств. Например, согласно ГОСТ 1583–93, литейные сплавы АК8М3 и АК9М2 в состоянии Т6 имеют временное сопро-

тивление разрыву около 216 и 274 МПа при значениях относительного удлинения всего 0,5 и 1,5 % соответственно. При этом известно, что прочность Al–Si-сплавов (силуминов) не удается повысить известными на сегодняшний день способами [4]. Сплавы систем Al–Cu–Mg, Al–Zn–Mg–Cu и др. наряду с высокими механическими характеристиками имеют низкую технологичность при литье и

сварке, что затрудняет производство из них элементов конструкций [4–6].

Разработанные в последние годы многокомпонентные эвтектические сплавы на основе системы Al–Ca весьма перспективны для практического применения [5–9]. Эти материалы обладают малой плотностью и высокой коррозионной стойкостью, они высокотехнологичны при литье, поскольку имеют узкие интервалы кристаллизации, а в отожженном состоянии легко деформируются, несмотря на высокую долю интерметаллидных фаз в структуре. Базовая эвтектическая композиция Al–Ca без добавления элементов-упрочнителей алюминиевого твердого раствора (Zn, Mg, Cu, Mn, Zr, Sc) имеет средний уровень прочностных характеристик, сопоставимых со свойствами традиционных Al–Si-сплавов. Упрочнение сплавов при легировании Zn, Mg и Cu осуществляется за счет дисперсионного твердения в ходе старения после закалки, а при легировании Mn, Zr и Sc сплавы могут упрочняться в процессе отжига сразу после литья. Железо, входящее в тройное соединение $\text{Al}_{10}\text{CaFe}_2$, кристаллизуется в составе сложной эвтектики в компактной форме, что положительно влияет на механические свойства [10].

В процессе деформации можно дополнительно повысить прочностные показатели сплавов, что делает их использование в современной технике более эффективным. Известно, что получение в алюминиевых сплавах ультрамелкозернистого состояния методами больших пластических деформаций (англ. Severe Plastic Deformations) существенно повышает комплекс их механических свойств [11–16]. Перспективным методом, позволяющим получать ультрамелкозернистую структуру в массивных образцах алюминиевых сплавов, является равноканальное угловое прессование (РКУП) [17–22]. В то же время поведение эвтектических алюминиевых сплавов системы Al–Ca при РКУП ранее не изучалось.

В данной работе исследовано влияние теплового равноканального углового прессования на структуру, механические свойства и термическую стабильность сплава эвтектического типа Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc.

Материалы и методика исследования

В качестве материала для экспериментов использовали эвтектический алюминиевый сплав следующего химического состава, мас. %: Al–

3,5Ca–0,9Mn–0,5Fe–0,1Zr–0,1Sc, в литом состоянии.

Процесс РКУП проводили на образцах сплава диаметром 20 мм и длиной 100 мм в изотермических условиях при температуре 400 °С, используя маршрут ВС, угол пересечения каналов 110° и число проходов $N = 6$. Температуру РКУП выбирали, исходя из известной температуры прокатки Al–Ca-сплавов, которая составляет 400–450 °С [23].

Образцы после РКУП электроискровым методом резали на пластины толщиной 1 мм в направлениях, нормальном и продольном направлению прессования.

Электронно-микроскопические исследования структуры сплава после РКУП выполняли в сечении, продольном направлению прессования, на тонких фольгах с помощью электронного микроскопа JEM-2100 (JEOL, Япония) и энергодисперсионного микроанализа. Размер структурных элементов (частиц вторых фаз) рассчитывали по светлопольным ПЭМ-фотографиям с использованием программы ImageExpert.

Измерения значений микротвердости сплава в исходном литом состоянии, после старения ($t = 400$ °С, $\tau = 30$ мин) и после РКУП осуществляли методом Виккерса (нагрузка 1 Н, время выдержки 10 с) с помощью микротвердомера MICROMET 5101 («Buehler», США) с цифровой камерой и программы ImageExpert MicroHardness 2. Значения микротвердости сплава после РКУП измеряли в сечениях, нормальном и продольном направлению прессования. В первом случае замеры проводили с шагом 1 мм на двух взаимно-перпендикулярных диаметрах (по 3 измерения на точку), во втором — с шагом 5 мм на расстоянии 1 мм от края и в середине прутка (рис. 1).

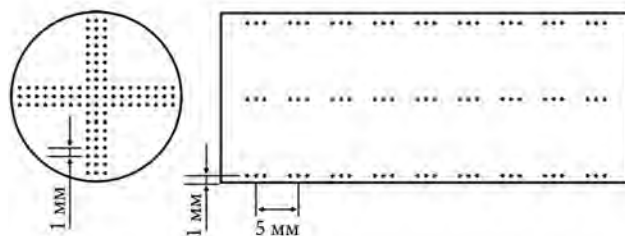


Рис. 1. Схема измерения микротвердости на образце алюминиевого сплава после РКУП
Слева — нормальное сечение, справа — продольное

Fig. 1. Microhardness measurement scheme for the aluminum alloy sample after ECAP

Normal section is on the left, longitudinal section is on the right

Испытания на одноосное растяжение образцов сплава в исходном литом состоянии, после старения (400 °С, 30 мин) и после РКУП осуществляли на универсальной испытательной машине INSTRON-5966 («Instron», США) при комнатной температуре со скоростью растяжения 1 мм/мин. Разрывные образцы после РКУП вырезали в направлениях, нормальном и продольном направлению прессования. Использовали плоские образцы в форме лопаток общей длиной 40 мм, толщиной 1,0 мм и размерами рабочей части 20×3,5 мм, полученных методом электроэрозионной резки с последующей механической шлифовкой поверхности. Ввиду ограниченного размера нормального сечения (20 мм) образца сплава после РКУП для растяжения использовали миниатюрные образцы (не менее 3 на точку) общей длиной 12 мм и размерами рабочей части 5×1,45 мм.

Изломы образцов после испытания на растяжение исследовали на сканирующем электронном микроскопе JSM-IT500 (JEOL, Япония) при увеличениях 30[×]–3000[×]. Также его использовали для металлографического анализа структуры.

Для изучения термической стабильности упрочнения образцы после РКУП нагревали в камерной электропечи в интервале температур от 100 до 450 °С (с шагом в 50 °С и выдержкой 1 ч). Термическую стабильность оценивали по изменению микротвердости (по 6 измерений на точку).

Результаты и их обсуждение

Влияние РКУП на структуру сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc

По данным сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) структура сплава в литом состоянии состояла из крупных дендритов на основе твердого раствора (Al) со средним размером 16 ± 2 мкм и эвтектики на основе [(Al) + Al₄Ca] с размером частиц 1–3 мкм (рис. 2, а). Выявленные в структуре сплава немногочисленные светлые крупные (до 5 мкм) частицы, расположенные в областях эвтектики, по данным энергодисперсионного микроанализа, являются первичными частицами типа Al₆(Mn, Fe), выделившимися при кристаллизации слитка (рис. 2, б). После РКУП характер структуры

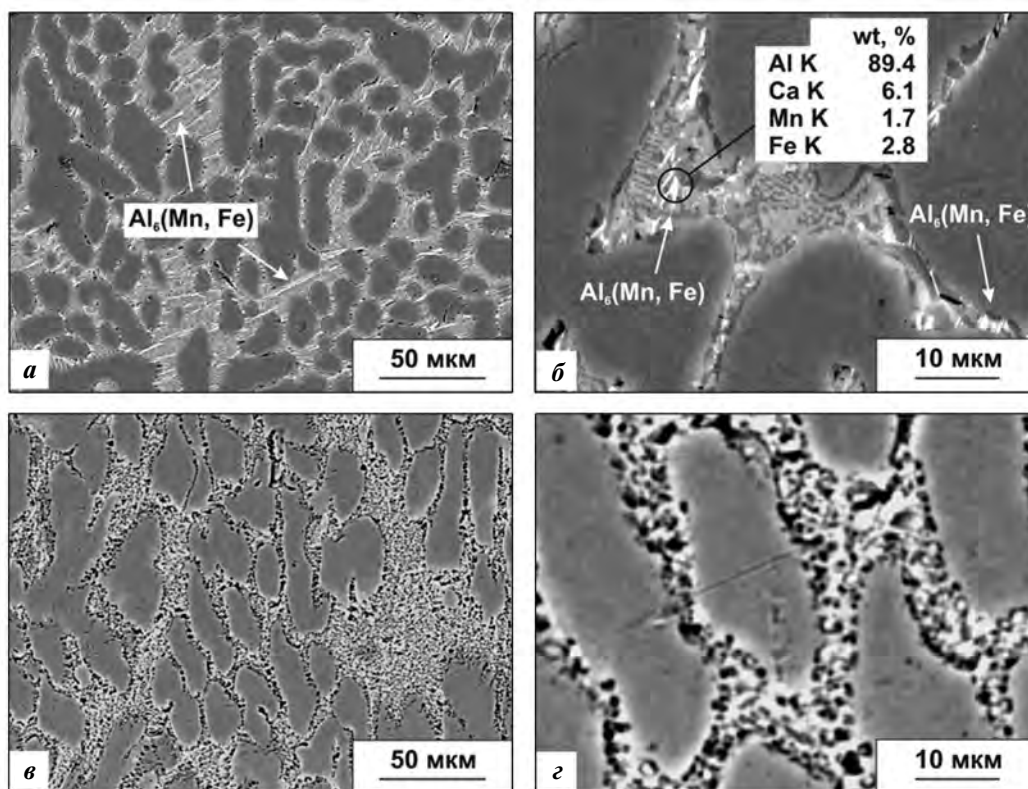


Рис. 2. Структура сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc в литом состоянии (а, б) и после РКУП (в, г) (СЭМ)

Fig. 2. Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc alloy structure in as-cast state (а, б) and after ECAP (в, г) (SEM)

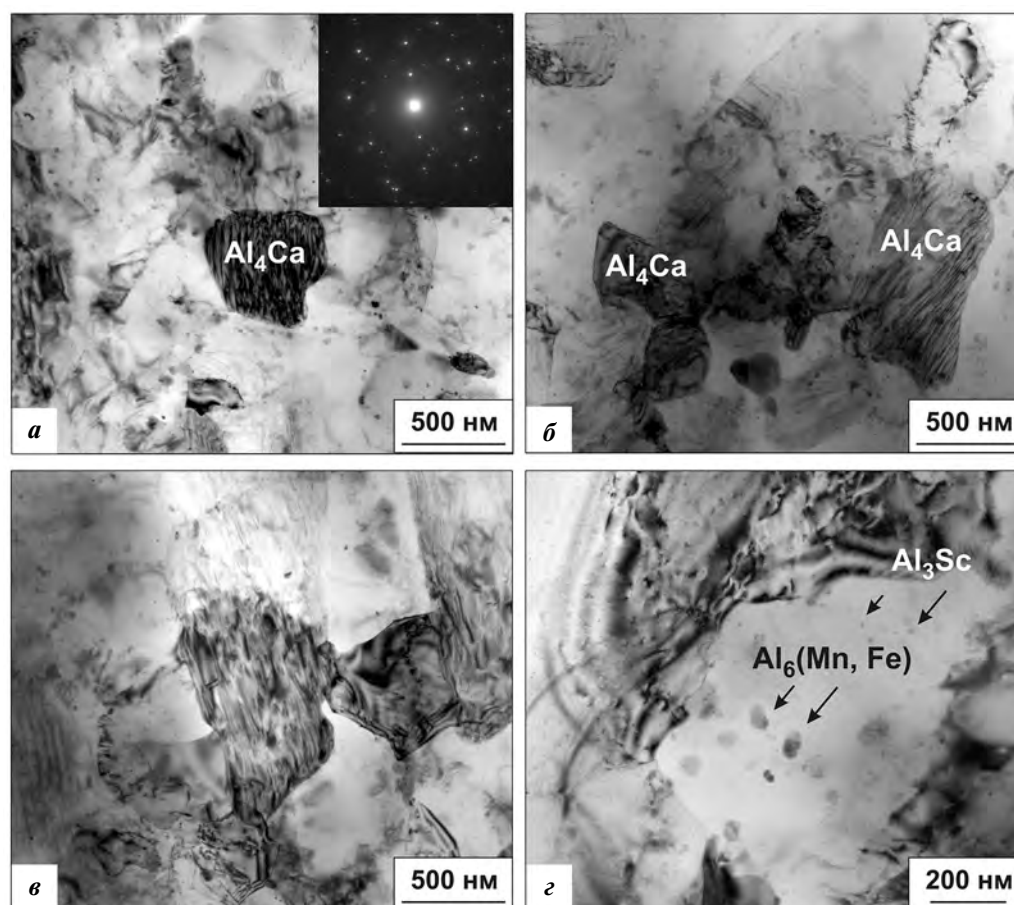


Рис. 3. Структура сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc после РКУП (ПЭМ)

Fig. 3. Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc alloy structure after ECAP (TEM)

качественно не изменился, однако наблюдалось дробление частиц Al_4Ca и $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$ (рис. 2, в, г).

Согласно данным просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) в результате РКУП в сплаве внутри исходных крупных зерен сформировалась развитая субструктура с высокой плотностью дислокаций и выделением наноразмерных (10–40 нм) частиц $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$ и Al_3Sc (рис. 3). Наблюдаются отдельные структурные элементы с ярко выраженными границами и тройными стыками, что может свидетельствовать об активном прохождении здесь процесса перестройки дислокационной структуры (рис. 3, в). В то же время электронограммы в основном соответствуют крупнокристаллической структуре, что указывает на незавершенность в целом процесса формирования субзеренной структуры с мало- или большеугловыми границами (рис. 3, а). В структуре также зафиксированы (рис. 3, б, г) измельченные первичные частицы $\text{Al}_6(\text{Mn, Fe})$ (размером 0,1–0,2 мкм) и Al_4Ca (0,4–1,0 мкм).

Влияние РКУП на механические свойства сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc

Микротвердость сплава в исходном литом состоянии составила 58 ± 3 HV. Известно, что при деформировании заготовки методом РКУП распределение напряжений и деформаций в ее объеме может быть неоднородным. Поэтому для изучения однородности деформации заготовки после РКУП были измерены значения микротвердости в сечениях, нормальном и продольном направлению прессования, и на разных расстояниях по сечению. Полученные результаты показали их однородное распределение в объеме заготовки (рис. 4). Усредненные значения микротвердости сплава после РКУП составили 83 ± 3 HV в нормальном сечении и 88 ± 3 HV в продольном. Таким образом, в результате РКУП значения микротвердости сплава увеличились в ~1,5 раза.

Диаграммы деформации сплава в различных состояниях в координатах «условное напряже-

ние — условная деформация» приведены на рис. 5, а значения механических свойств — в таблице.

Условный предел текучести и временное сопротивление разрыву сплава в исходном состоянии составили 112 ± 5 и 181 ± 1 МПа соответственно при относительном удлинении $\delta = 11 \pm 1$ %. Для

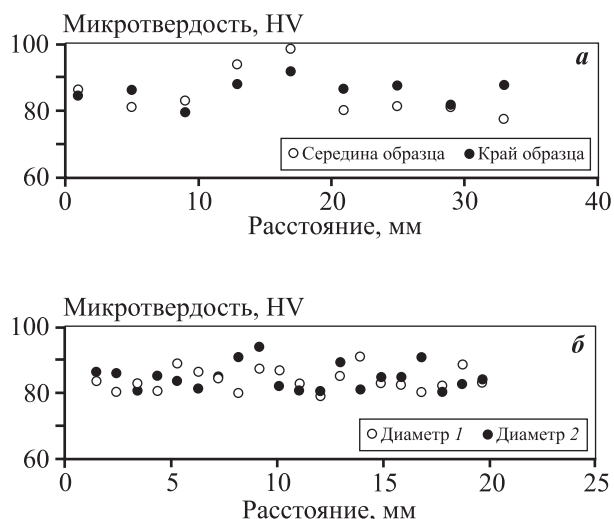


Рис. 4. Распределение значений микротвердости в продольном (а) и нормальном (б) сечениях образца сплава Al—Ca—Mn—Fe—Zr—Sc после РКУП

Fig. 4. Microhardness distribution in longitudinal (а) and normal (б) sections of Al—Ca—Mn—Fe—Zr—Sc alloy sample after ECAP

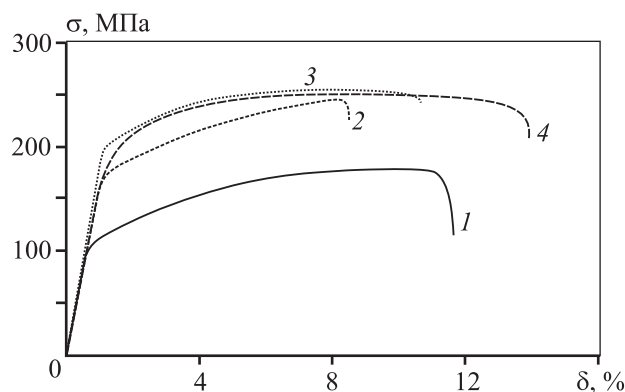


Рис. 5. Диаграммы деформации сплава Al—Ca—Mn—Fe—Zr—Sc в различных состояниях
1 — в литом состоянии; 2 — после старения при $t = 400$ °С, $\tau = 30$ мин; 3 — после РКУП в продольном направлении; 4 — после РКУП в поперечном направлении

Fig. 5. Al—Ca—Mn—Fe—Zr—Sc alloy stress-strain curves in different states

1 — in as-cast state; 2 — after aging at $t = 400$ °С, $\tau = 30$ min; 3 — after ECAP in longitudinal direction; 4 — after ECAP in transverse direction

сплава после РКУП в продольном направлении они составили 196 ± 9 и 272 ± 1 МПа при $\delta = 8,5 \pm 0,5$ %, а в поперечном направлении — 220 ± 2 и 262 ± 1 МПа соответственно при $\delta = 12,5 \pm 0,5$ %. Увеличение прочности сплава после РКУП, в первую очередь предела текучести, связано с существенным повышением плотности дислокаций и, следовательно, с ростом напряжения течения. Высокая пластичность сплава после РКУП может объясняться измельчением интерметаллидных частиц, а также трансформацией исходной крупнозернистой литой структуры в субструктуру с наличием субструктурных элементов с малой плотностью дислокаций.

Следует еще раз отметить, что образцы поперечного сечения имели более короткую рабочую часть, чем продольные (5 и 20 мм соответственно). Дополнительно проведенные сравнительные исследования, в том числе более ранние [24], показали, что относительное удлинение на коротких образцах больше, чем на длинных, однако эта разница относительно невелика (~10 % между значениями). С учетом вышесказанного относительное удлинение «поперечных» образцов алюминиевого сплава после РКУП не менее чем в 1,3 раза выше, чем «продольных».

Таким образом, прочностные свойства сплава после РКУП увеличились в 1,5—2,0 раза, а относительное удлинение уменьшилось в 1,3 раза в случае «продольного» образца и слабо изменилось у «поперечного» по сравнению с исходным литым состоянием.

Полученные в результате РКУП значения прочностных свойств исследуемого сплава близки к достигнутым в сплаве похожего химического состава, мас. %: Al—4Ca—1Mn—0,4Zr—0,3Fe—0,3Si, после горячей деформации ($\epsilon = 87$ %), однако пластичность последнего существенно ниже (3—5 %) [23].

Отметим, что при выбранной в работе температуре РКУП (400 °С) образцы легко деформировались до 6 проходов без разрушения и образования трещин. В дальнейшем представляет интерес понизить температуру РКУП вплоть до комнатной, что должно привести к формированию более развитой ультрамелкозернистой структуры и дополнительному улучшению механических свойств.

Известно, что в сплавах Al—Ca—Mn—Fe—Zr—Sc в результате старения при температурах 250—450 °С выделяются высокодисперсные частицы $Al_3(Sc, Zr)$, обеспечивающие эффективное дисперсионное упрочнение материала [8, 9], наибольшая

величина которого достигается после старения при $t = 350\div 400$ °С в течение 3 ч. Таким образом, в процессе РКУП при температуре 400 °С (учитывая, что время прессования составило около 30 мин) происходит частичное выделение частиц

$Al_3(Sc, Zr)$, наблюдаемых на ПЭМ-фотографиях микроструктуры. Поэтому для выявления вклада этих частиц в общее упрочнение были проведены сравнительные исследования сплавов после РКУП и после старения при $t = 400$ °С в течение

Механические свойства сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc в различных состояниях

Mechanical properties of Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc alloy in different states

Обработка	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
Литое состояние	112 ± 5	181 ± 1	11 ± 1
Старение при 400 °С, 30 мин	184 ± 2	243 ± 2	$7,0\pm 0,5$
РКУП (продольное направление)	196 ± 9	272 ± 1	$8,5\pm 0,5$
РКУП (поперечное направление)	220 ± 2	262 ± 1	$12,5\pm 0,5$
РКУП (продольное направление) + отжиг при 400 °С, 1 ч	171 ± 2	259 ± 3	9 ± 1
РКУП (поперечное направление) + отжиг при 400 °С, 1 ч	213 ± 2	235 ± 3	$2,0\pm 0,5$

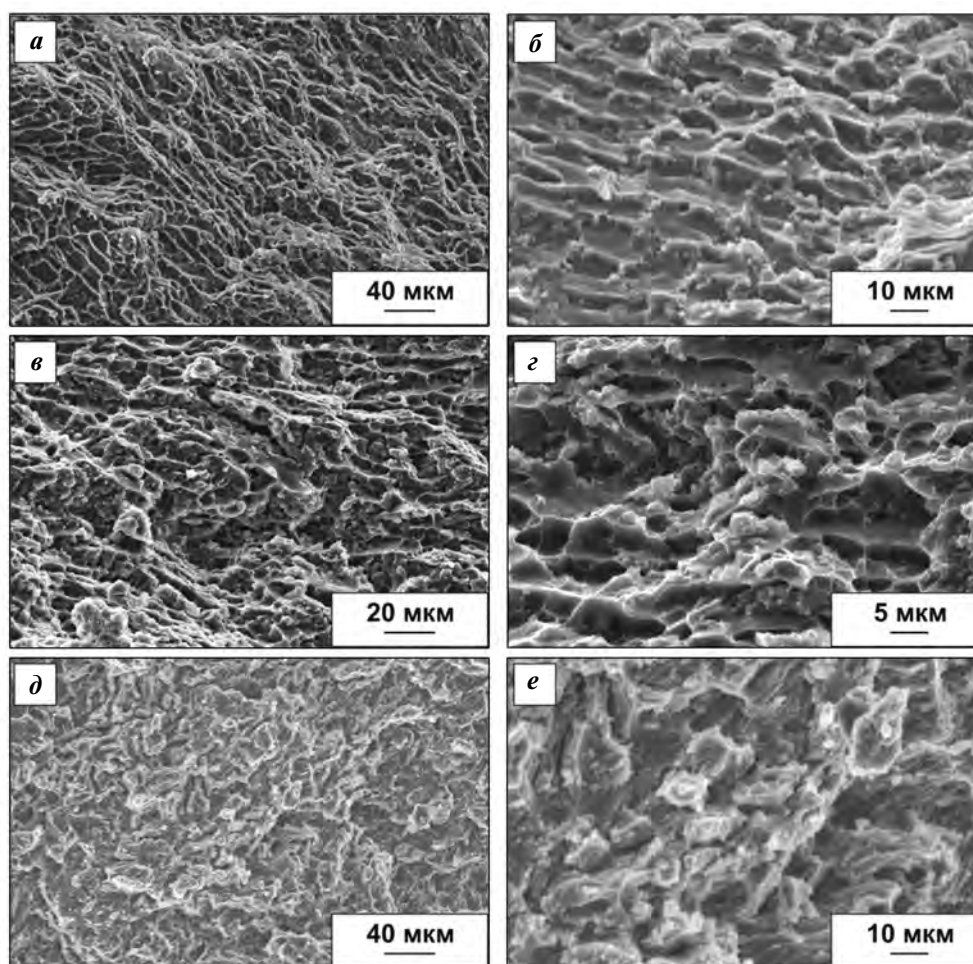


Рис. 6. Поверхности изломов разрывных образцов сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc в литом состоянии (*а, б*), после РКУП (*в, г*) и после старения при температуре 400 °С, $\tau = 30$ мин (*д, е*) (СЭМ)

Fig. 6. Fracture surfaces of Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc alloy tensile samples in as-cast state (*a, б*), after ECAP (*в, г*) and after aging at 400 °С, $\tau = 30$ min (*д, е*) (SEM)

30 мин. Продолжительность выдержки 30 мин выбирали, исходя из времени РКУП. После старения условный предел текучести и временное сопротивление разрыву сплава составили 184 ± 2 и 243 ± 2 МПа соответственно при относительном удлинении $7,0 \pm 0,5$ %.

Таким образом, старение приводит к повышению прочности и снижению пластичности сплава. Видно, что прочность сплава после старения в 1,1–1,2 раза, а относительное удлинение в 1,5 раза ниже по сравнению с состоянием сплава после РКУП. Можно заключить, что сплав после РКУП обладает наилучшим сочетанием прочности и пластичности.

Поверхности изломов образцов сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc после испытаний на растяжение показаны на рис. 6. У литого сплава на макроуровне поверхность излома плоская, однако на микроуровне наблюдается развитый рельеф, имеющий смешанное строение: присутствуют как области вязкого разрушения, состоящие из крупных, преимущественно вытянутых неглубоких ямок размером до 20 мкм, так и участки хрупкого разрушения по механизму квазискола (рис. 6, а, б).

Рельеф поверхности изломов образцов сплава в состоянии после РКУП значительно более развитый, что говорит о повышении энергоемкости разрушения. Излом имеет преимущественно ямочное строение, причем размеры ямок существенно меньше, чем в изломе сплава в литом состоянии (см. рис. 6, в, г), и составляют от 3–5 мкм в диаметре до менее 1 мкм. В то же время в изломе сохраняются немногочисленные области хрупкого разрушения.

Поверхность изломов образцов сплава после старения — плоская, энергоемкость разрушения — наиболее низкая среди всех исследуемых состояний сплава, а разрушение — преимущественно хрупкое по механизму квазискола (см. рис. 6, д, е).

Таким образом, наиболее предпочтительный характер разрушения наблюдается для сплава после РКУП.

Влияние нагрева после РКУП на механические свойства сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc

Постдеформационный отжиг сплава после РКУП в интервале температур от 100 до 400 °C не приводит к существенному изменению значений микротвердости, однако отмечаются их небольшие колебания (рис. 7). Не исключено, что в процессе нагрева в структуре материала могут проходить несколько процессов: аннигиляция де-

фектов кристаллической решетки, приводящая к разупрочнению сплава, и дополнительное выделение частиц $Al_3(Sc, Zr)$, способствующее его упрочнению. Поэтому слабые колебания значений HV сплава после отжигов могут быть связаны с конкуренцией указанных процессов. Снижение микротвердости сплава наблюдается после отжига при температуре 450 °C.

Были проведены испытания на растяжение образцов сплава после РКУП и последующего отжига при $t = 400$ °C. Пример диаграммы деформации для «продольного» и «поперечного» образцов сплава в координатах «условное напряжение — условная деформация» приведен на рис. 8, а значения механических свойств см. выше — в таблице.

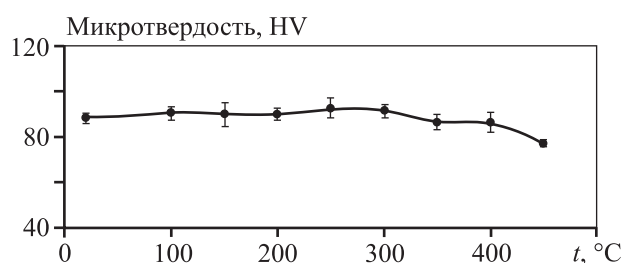


Рис. 7. Изменение микротвердости при отжиге сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc после РКУП

Fig. 7. Microhardness variation at Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc alloy after ECAP and annealing

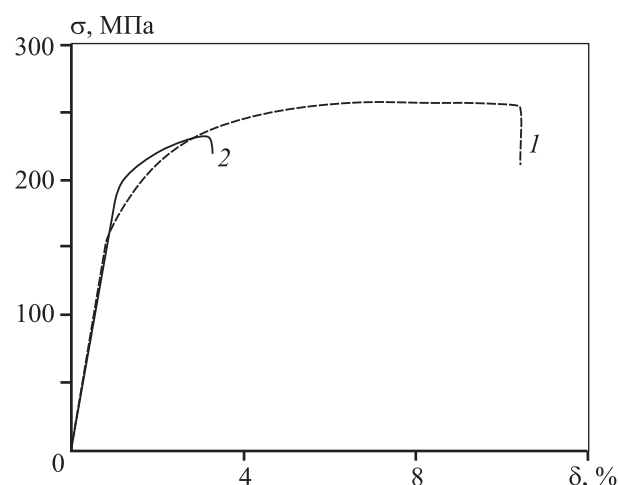


Рис. 8. Диаграмма деформации сплава Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc после РКУП и отжига при $t = 400$ °C, $\tau = 1$ ч
1 — в продольном направлении; 2 — в поперечном

Fig. 8. Al–Ca–Mn–Fe–Zr–Sc alloy stress-strain curve after ECAP and annealing at $t = 400$ °C, $\tau = 1$ h
1 — in longitudinal direction; 2 — in transverse direction

Условный предел текучести и временное сопротивление разрыву сплава после РКУП и отжига при температуре 400 °С, $\tau = 1$ ч составили 171 ± 2 и 259 ± 3 МПа при $\delta = 9 \pm 1$ % для продольного направления и 213 ± 2 и 235 ± 3 МПа при $\delta = 2,0 \pm 0,5$ % для поперечного направления.

Таким образом, постдеформационный отжиг приводит к некоторому снижению прочностных свойств как «продольных», так и «поперечных» образцов и в то же время существенно снижает пластичность последних.

Выводы

В работе сплав состава, мас. %: Al—3,5Ca—0,9Mn—0,5Fe—0,1Zr—0,1Sc был подвергнут деформационной обработке методом РКУП при температуре 400 °С и числе проходов $N = 6$. По результатам работы сделаны следующие выводы.

1. В результате РКУП в сплаве формируется развитая субструктура с высокой плотностью дислокаций и выделением наноразмерных частиц $Al_6(Mn, Fe)$ и Al_3Sc , также происходит измельчение первичных частиц $Al_6(Mn, Fe)$ и эвтектических частиц Al_4Ca .

2. Прочностные свойства сплава после РКУП увеличились в 1,5—2,0 раза, а относительное удлинение уменьшилось в 1,3 раза в образце продольного сечения и слабо изменилось в «поперечном» образце по сравнению с исходным состоянием.

3. Постдеформационный отжиг ($t = 400$ °С, $\tau = 1$ ч) после РКУП приводит к некоторому снижению прочностных свойств как «продольных», так и «поперечных» образцов и в то же время существенно снижает пластичность последних.

4. В состоянии после РКУП исследованный сплав имеет прочностные свойства на уровне термически упрочняемых силуминов при значительно превосходящих пластических характеристиках.

Работа выполнена при финансовой поддержке РНФ (грант № 20-19-00746).

Funding: The research was carried out under financial support of the Russian Science Foundation (Grant № 20-19-00746).

Литература/References

1. Polmear I. Light alloys. From traditional alloys to nanocrystals. Oxford: Elsevier, 2017.
2. Kaufman J.G., Rooy E.L. Aluminum alloy castings: Properties, processes and applications. USA: ASM International. Materials Park, 2004.

3. Glazoff M., Zolotarevsky V., Belov N. Casting aluminum alloys. Oxford: Elsevier, 2007.
4. Nalivaiko A.Yu., Arnautova A.N., Zmanovsky S.V., Ozherelkov D.Yu., Shurkin P.K., Gromov A.A. Al— Al_2O_3 powder composites obtained by hydrothermal oxidation method: Powders and sintered samples characterization. *J. Alloys Compd.* 2020. Vol. 825. P. 154024. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.154024.
5. Swaminathan K., Padmanabhan K.A. Tensile flow and fracture behaviour of a superplastic Al—Ca—Zn alloy. *J. Mater. Sci.* 1990. Vol. 25. No. 11. P. 4579—4586. DOI: 10.1007/BF01129909.
6. Белов Н.А., Наумова Е.А., Илюхин В.Д., Дорошенко В.В. Структура и механические свойства отливок сплава Al—6%Ca—1%Fe, полученных литьем под давлением. *Цветные металлы.* 2017. No. 3. С. 69—75. DOI: 10.17580/tsm.2017.03.11.
- Belov N.A., Naumova E.A., Ilyukhin V.D., Doroshenko V.V. Structure and mechanical properties of Al—6%Ca—1%Fe alloy foundry goods, obtained by die casting. *Tsvetnye Metally.* 2017. No. 3. P. 69—75 (In Russ.).
7. Belov N.A., Naumova E.A., Akopyan T.K. Effect of calcium on structure, phase composition and hardening of Al—Zn—Mg alloys containing up to 12 wt.% Zn. *Mater. Res.* 2015. Vol. 18. No. 6. P. 1384—1391. DOI: 10.1590/1516-1439.036415.
8. Belov N.A., Batyshev K.A., Doroshenko V.V. Microstructure and phase composition of the eutectic Al—Ca alloy, additionally alloyed with small additives of zirconium, scandium and manganese. *Non-Ferr. Met.* 2017. No. 2. P. 49—54. DOI: 10.17580/nfm.2017.02.09.
9. Belov N.A., Naumova E.A., Alabin A.N., Matveeva I.A. Effect of scandium on structure and hardening of Al—Ca eutectic alloys. *J. Alloys Compd.* 2015. Vol. 646. P. 741—747. DOI: 10.1016/j.jallcom.2015.05.155.
10. Шуркин П.К., Долбачев А.П., Наумова Е.А., Дорошенко В.В. Влияние железа на структуру, упрочнение и физические свойства сплавов системы Al—Zn—Mg—Ca. *Цветные металлы.* 2018. No. 5. С. 69—76. DOI: 10.17580/tsm.2018.05.10.
- Shurkin P.K., Dolbachev A.P., Naumova E.A., Doroshenko V.V. Effect of iron on the structure, hardening and physical properties of the alloys of the Al—Zn—Mg—Ca system. *Tsvetnye Metally.* 2018. No. 5. P. 69—76 (In Russ.).
11. Pereira P.H.R., Huang Y., Langdon T.G. Examining the thermal stability of an Al—Mg—Sc alloy processed by high-pressure torsion. *Mater. Res.* 2017. Vol. 20. P. 39—45. DOI: 10.1590/1980-5373-MR-2017-0207.

12. Ghosh K.S., Gao N., Starink M.J. Characterisation of high pressure torsion processed 7150 Al—Zn—Mg—Cu alloy. *Mater. Sci. Eng. A*. 2012. Vol. 552. P. 164—171. DOI: 10.1016/j.msea.2012.05.026.
13. Lee H.-J., Han J.-K., Janakiraman S., Ahn B., Kawasakia M., Langdon T.G. Significance of grain refinement on microstructure and mechanical properties of an Al—3% Mg alloy processed by high-pressure torsion. *J. Alloys Compd.* 2016. Vol. 686. P. 998—1007. DOI: 10.1016/j.jallcom.2016.06.194.
14. Orlov D., Beygelzimer Y., Synkov S., Varyukhin V., Tsuji N., Horita Z. Plastic flow, structure and mechanical properties in pure Al deformed by twist extrusion. *Mater. Sci. Eng. A*. 2009. Vol. 519. P. 105—111. DOI: 10.1016/j.msea.2009.06.005.
15. Zha M., Li Y.-J., Mathiesen R., Bjørge R., Roven H.J. Microstructure, hardness evolution and thermal stability of binary Al—7Mg alloy processed by ECAP with intermediate annealing. *Trans. Non-Ferr. Met. Soc. China*. 2014. Vol. 24. P. 2301—2306. DOI: 10.3103/S1067821217020080.
16. Estrin J., Murashkin M., Valiev R. Ultrafine-grained aluminium alloys: processes, structural features and properties. In: *Fundamentals of aluminium metallurgy*. UK: Woodhead Publ., 2011. P. 468—503. DOI: 10.1533/9780857090256.2.468.
17. Shaeri M.H., Shaeri M., Ebrahimi M., Salehi M.T., Seyyedein S.H. Effect of ECAP temperature on microstructure and mechanical properties of Al—Zn—Mg—Cu alloy. *Prog. Nat. Sci.: Mater. Int.* 2016. Vol. 26. P. 182—191. DOI: 10.1016/j.pnsc.2016.03.003.
18. Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Кушнаренко В.М., Клевцова Н.А., Мерсон Е.Д., Пугалева И.Н. Исследование скорости и особенностей коррозии образцов из наноструктурированного алюминиевого сплава в сероводородсодержащей среде. *Известия вузов. Цветная металлургия*. 2017. No. 1. С. 76—83. DOI: 10.17073/0021-3438-2017-1-76-83.
Klevtsov G.V., Valiev R.Z., Kushnarenko V.M., Klevtsova N.A., Merson E.D., Pigaleva I.N. Investigation into the corrosion rate and features of the samples made of nanostructured aluminum alloy in the H₂S-containing medium. *Russ. J. Non-Ferr. Met.* 2017. Vol. 58. No. 2. P. 142—148. DOI: 10.3103/S1067821217020080.
19. Никулин С.А., Добаткин С.В., Ханжин В.Г., Рогачев С.О., Чакушин С.А. Влияние субмикроструктурной структуры и включений на деформацию и разрушение алюминиевых сплавов и титана. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2009. No. 5. С. 8—18.
Nikulin S.A., Dobatkin S.V., Khanzhin V.G., Rogachev S.O., Chakushin S.A. Effect of submicrocrystalline structure and inclusions on the deformation and failure of aluminum alloys and titanium. *Met. Sci. Heat Treat.* 2009. Vol. 51. P. 208—217. DOI: 10.1007/s11041-009-9153-5.
20. Horita Z., Fujinami T., Nemoto M., Langdon T.G. Equal-channel angular pressing of commercial aluminum alloys: Grain refinement, thermal stability and tensile properties. *Metall. Mater. Trans. A*. 2000. Vol. 31. P. 691—701. DOI: 10.1007/s11661-000-0011-8.
21. Raab G.J., Valiev R.Z., Lowe T.C., Zhu Y.T. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform. *Mater. Sci. Eng. A*. 2004. Vol. 382. P. 30—34. DOI: 10.1016/j.msea.2004.04.021.
22. Angella G., Bassani P., Tuissi A., Ripamonti D., Vedani M. Microstructure evolution and aging kinetics of Al—Mg—Si and Al—Mg—Si—Sc alloys processed by ECAP. *Mater. Sci. Forum*. 2006. Vol. 503-504. P. 493—498. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.503-504.493.
23. Наумова Е.А., Белов Н.А., Дорошенко В.В. Исследование технологических свойств эвтектических сплавов системы Al—Ca—Mn—Fe—Si—Zr, упрочняемых без закалки. В сб.: *Современные достижения в области металлургии, технологий литья, деформации, термической обработки и антикоррозионной защиты легких сплавов*: Матер. Всерос. науч.-техн. конф. (г. Москва, 12 окт. 2017 г.). М.: ВИАМ, 2017. С. 209—220.
Naumova E.A., Belov N.A., Doroshenko V.V. Investigation of the technological properties of eutectic Al—Ca—Mn—Fe—Si—Zr alloys, hardened without quenching. In: *Modern achievements in the field of metal science, casting technologies, deformation, heat treatment and anti-corrosion protection of light alloys*: Mater. of the All-Russ. Sci. Tech. Conf. (Moscow, Oct. 2017). Moscow: VIAM, 2017. P. 209—220 (In Russ.).
24. Никулин С.А., Рогачев С.О., Рожнов А.Б., Ли Э.В., Ли А.В. Применение микрообразцов для оценки механических свойств циркониевых сплавов после высокотемпературного окисления. В сб.: *Прочность неоднородных структур — ПРОСТ-2016*: Матер. VIII Евраз. науч.-практ. конф. М.: НИТУ «МИСиС», 2016. С. 200.
Nikulin S.A., Rogachev S.O., Rozhnov A.B., Li E.V., Li A.V. Application of micro-samples to evaluate the mechanical properties of zirconium alloys after high-temperature oxidation. In: *Strength of heterogeneous structures — PROST-2016*: Mater. VIII Eurasian scientific-practical conference. Moscow: NUST «MISIS», 2016, P. 200 (In Russ.).