

## СТРУКТУРА, МИКРОТВЕРДОСТЬ И ТЕРМИЧЕСКАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕЙ ФОЛЬГИ СПЛАВА Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni

Исследованы структура, микротвердость и термическая стабильность быстрозатвердевшей фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni. Сплав является пересыщенным твердым раствором с микрокристаллической структурой. Фольга сплава имеет текстуру (111), ее микротвердость достигает 850 МПа. Нагрев фольги в процессе изохронного отжига вызывает распад пересыщенного твердого раствора. В отожженной при  $\approx 220$  °С фольге микротвердость достигает 1,1 ГПа. Нагрев выше 320 °С вызывает рекристаллизацию в фольге, которая приводит к ослаблению текстуры.

**Ключевые слова:** высокоскоростная кристаллизация; алюминий; магний; никель; зеренная структура; микротвердость; распад твердого раствора; текстура.

Structure, microhardness and thermal stability of rapidly solidified Al – 3,6 at. % Mg – 0,4 at. % Ni alloy were investigated. The alloy is supersaturated solid solution and has microcrystalline structure. Foils have (111) texture. Isochronical annealing causes decomposition of solid solution. Microhardness of annealing under 220 °C foils is equal 1,1 GPa. Annealing during 320 °C and higher temperatures causes recrystallization and decreases texture.

**Key words:** rapid solidification; aluminium; magnesium; nickel; grain structure; microhardness; decomposition of solid solution; texture.

Алюминиевые сплавы, в которых основным легирующим компонентом является магний, находят широкое применение в различных отраслях техники [1]. Улучшение структуры и свойств сплавов данной системы достигается за счет дополнительного легирования и применения нетрадиционных мето-

дов их получения и обработки. Установлено [2–6], что дополнительное легирование сплавов на основе системы Al – Mg переходными металлами становится эффективным при их охлаждении из расплава со скоростью выше  $10^4$  К/с. Происходит образование пересыщенных твердых растворов, дисперсных частиц промежуточных фаз, измельчение зеренной структуры. При этом последующий отжиг быстрозатвердевших тройных сплавов, например алюминия с никелем и хромом и алюминия с железом и хромом [6, 7], приводит к повышению прочностных характеристик, обусловленному выделением дисперсных частиц алюминидов легирующих элементов. В связи с этим целью работы является установление закономерностей формирования структуры и ее влияния на микротвердость быстрозатвердевшей фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni, а также исследование ее термической стабильности.

### Материалы и методы исследования

Быстрозатвердевшая фольга сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni получена при кристаллизации тонкого слоя расплава на отполированной внутренней поверхности вращающегося медного цилиндра. Линейная скорость кристаллизатора равна 15 м/с. Исследуемая фольга имеет толщину 30–70 мкм. Скорость охлаждения расплава, как показал расчет [8], достигает  $\approx 10^6$  К/с. Топография поверхности фольги и распределение элементов в ней изучены с помощью растрового электронного микроскопа марки LEO 1455VP фирмы «Карл Цейс». Рентгеноструктурные исследования выполнены на дифрактометре ДРОН-3 с использованием медного излучения. Параметр кристаллической решетки  $a$  твердого раствора алюминия определен по положению дифракционной линии 420. Погрешность его определения составила 0,01 %. Текстура быстрозатвердевшей фольги изучена с помощью «обратных» полюсных фигур. Полюсные плотности  $p$  дифракционных линий 111, 200, 220, 311, 331 и 420 рассчитаны по методу Харриса [9]. Измерения микротвердости  $H_{\mu}$  выполнены на приборе ПМТ-3 с использованием нагрузки 20 г. Погрешность измерения микротвердости составила 4 %. Изохронный отжиг фольги проводился от комнатной температуры до 540 °С.

### Результаты исследования и их обсуждение

На дифрактограмме быстрозатвердевшей фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni наблюдаются дифракционные линии алюминия. Дифракционных отражений, не принадлежащих алюминию, не обнаружено. При исследовании поперечного сечения фольги растровой электронной микроскопией также не удалось выявить выделений других фаз. Рентгеноспектральный микроанализ поперечного сечения фольги показал однородное распределение магния и никеля в алюминии. Концентрации выбранных легирующих элементов в сплаве значительно больше их равновесной растворимости в алюминии [10]. Таким образом, быстрозатвердевший сплав Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni является пересыщенным твердым раствором магния и никеля в алюминии. Параметр кристаллической решетки  $a$  пересыщенного твердого раствора Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni превышает параметр кристаллической решетки чистого алюминия, но меньше значения параметра твердого раствора фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg (табл. 1). Такие соотношения обусловлены различием атомных радиусов алюминия ( $r_{Al} = 0,143$  нм), магния ( $r_{Mg} = 0,160$  нм) и никеля ( $r_{Ni} = 0,124$  нм) [11].

Поверхность фольги, контактирующая с поверхностью кристаллизатора, имеет зеркальный вид, и при затвердевании на ней образуются вытянутые раковины микронных размеров. Противоположная поверхность фольги, находящаяся в контакте с атмосферой, характеризуется бугристой структурой. На бугристой поверхности образуются ячейки (рис. 1), которые имеют форму многогранников с числом сторон от 4 до 7. Размер большинства ячеек составляет 1–2 мкм. На зеркальной поверхности фольги ячейки наблюдаются только во впадинах; в местах хорошего контакта с кристаллизатором ячейки отсутствуют. Такие ячейки на поверхности фольги наблюдались в сплавах алюминия [5, 12, 13], цинка [14], олова [15] и в теллуриде висмута [16]. Формирование ячеистой структуры на поверхности обусловлено действием капиллярно-концентрационной конвекции [17].

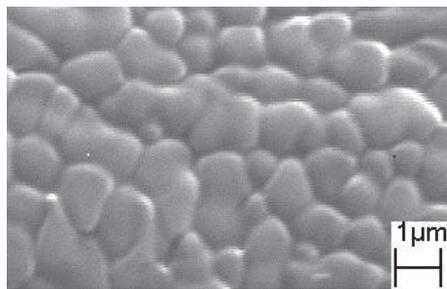


Рис. 1. Ячеистая структура поверхности быстрозатвердевшей фольги сплава

Быстрозатвердевшая фольга сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni имеет микроструктуру. Размер большинства зерен находится в пределах 2–5 мкм. Зерна имеют преимущественную ориентировку, что подтверждается рентгеноструктурными исследованиями. В табл. 1 приведены значения полюсных плотностей дифракционных линий твердого раствора алюминия в фольге сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni, а также для сравнения – в фольге сплавов Al – 0,4 ат. % Ni и Al – 3,6 ат. % Mg. Наибольшим значением полюсной плотности характеризуется дифракционная линия 111, что указывает на формирование (111). На долю данной ориентировки приходится  $\approx 60$  % объема фольги. При затвердевании в сильно неравновесных условиях текстура

определяется теми зернами, у которых межфазная граница «кристалл – жидкость» совпадает с наиболее плотно упакованной кристаллографической плоскостью, растущей с высокой скоростью, что подтверждается расчетом [18] и экспериментальными исследованиями алюминия, свинца, индия и их сплавов [19–21].

Микротвердость быстрозатвердевших фольг тройного сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni в 4 раза превышает микротвердость фольг чистого алюминия, равную 220 МПа, и выше микротвердости бинарных сплавов Al – 0,4 ат. % Ni и Al – 3,6 ат. % Mg (670 МПа) (см. табл. 1). Такое отличие обусловлено образованием пересыщенных твердых растворов при высокоскоростном затвердевании и тем, что суммарная концентрация легирующих элементов в тройном сплаве превышает концентрацию никеля и магния в бинарных сплавах, а также преобладающим действием твердорастворного механизма упрочнения [22, 23].

Таблица 1

Значения полюсных плотностей дифракционных линий, параметра кристаллической решетки и микротвердости твердого раствора алюминия в сплавах

Концентрация легируемых элементов, ат. %	Дифракционные линии						$a$ , пм	$H_{\mu}$ , МПа
	111	200	220	311	331	420		
0,4 % Ni	3,2	0,6	0,7	0,6	0,4	0,5	404,8	540
3,6 % Mg	3,7	0,5	0,5	0,5	0,4	0,4	406,0	670
3,6 % Mg, 0,4 % Ni	3,6	0,5	0,5	0,5	0,4	0,6	405,6	850

Быстрозатвердевшие фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni находятся в неустойчивом состоянии, что проявляется в изменении структуры и свойств сплава при нагреве. Зависимость микротвердости фольги исследуемого сплава от температуры изохронного отжига приведена на рис. 2. Время выдержки при каждой температуре составляло 20 мин. В интервале отжига от 100 до 220 °С увеличение микротвердости равно  $\approx 280$  МПа, а достигаемое максимальное значение  $H_{\mu} = 1,1$  ГПа. Продолжение нагрева выше 220 °С вызывает монотонное уменьшение  $H_{\mu}$ . При отжиге выше 420 °С микротвердость практически не изменяется и равна 620 МПа. Изменение  $H_{\mu}$  в процессе изотермического отжига фольги при 180 и 260 °С (рис. 3) находится в согласии с изменением  $H_{\mu}$  в течение изохронного отжига.

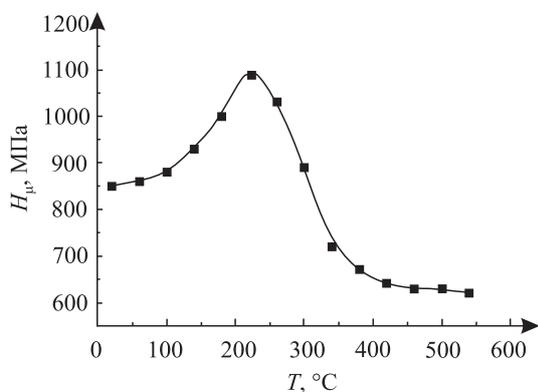


Рис. 2. Изменение микротвердости фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni при изохронном отжиге

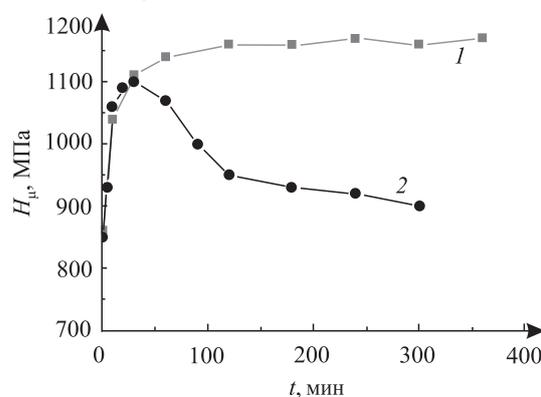


Рис. 3. Изменение микротвердости фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni при изотермическом отжиге: 180 °С (1) и 260 °С (2)

Изменение параметра кристаллической решетки твердого раствора Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni при изохронном отжиге приведено на рис. 4. Наблюдается уменьшение  $a$  в интервале температур 220–380 °С (рис. 4). С учетом того, что  $r_{\text{Mg}} > r_{\text{Al}}$ , уменьшение  $a$  свидетельствует о распаде пересыщенного твердого раствора алюминия, обусловленном выходом из него магния и образованием фазы  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  [10]. Рентгеноструктурные исследования выявили появление новых дифракционных линий, относящихся к данной фазе. В работе [13] установлено, что отжиг выше 280 °С быстрозатвердевшей фольги бинарных сплавов алюминия, содержащих 0,6 ат. % Ni, вызывает распад пересыщенного твердого раствора с образованием дисперсных выделений стабильной фазы  $\text{NiAl}_3$ . Проведенные с помощью рентгеноспектрального анализа исследования подтвердили образование дисперсных выделений алюминидов никеля и магния. Процессы, протекающие при распаде пересыщенного твердого раствора, определяют изменение микротвердости фольги при отжиге. Увеличение  $H_{\mu}$  при температурах отжига

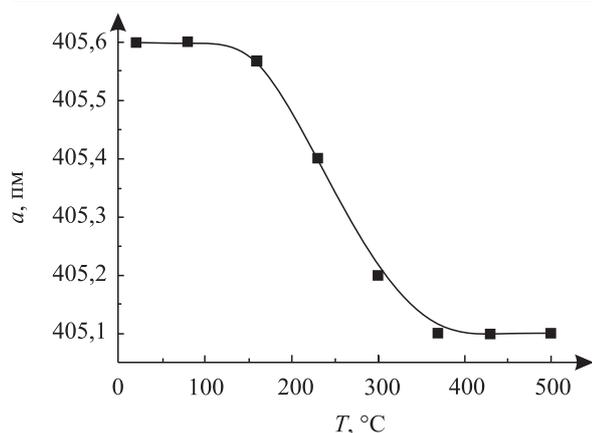


Рис. 4. Изменение параметра кристаллической решетки твердого раствора сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni при изохронном отжиге фольги

коалесценции при нагреве выше 320 °C приводит к укрупнению дисперсных частиц и уменьшению их числа [23], что обуславливает увеличение подвижности границ зерен. Происходит миграция границ зерен и протекание собирательной рекристаллизации, вызывающей перераспределение полюсных плотностей дифракционных линий.

не выше 200 °C целесообразно связать с образованием кластеров легирующих атомов. Нагрев выше 220 °C сначала вызывает уменьшение концентрации магния, а затем и никеля в твердом растворе алюминия, а также коалесценцию дисперсных фаз, что обуславливает уменьшение микротвердости фольги [13].

Исследовано влияние отжига на зеренную структуру фольги сплава Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni. В табл. 2 представлены значения полюсных плотностей дифракционных линий твердого раствора после отжига при различных температурах. Время отжига при каждой температуре равно 1,0 ч. Отжиг фольги при температуре 320 °C и выше вызывает уменьшение полюсной плотности дифракционной линии 111, что указывает на ослабление текстуры (111). Доля объема фольги с данной ориентировкой уменьшается до 43 %. Выделение дисперсных частиц на границах зерен тормозит их миграцию. Однако ход процессов

Таблица 2

Значения полюсных плотностей дифракционных линий твердого раствора алюминия Al – 5,4 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni

Дифракционные линии	Температура отжига, °C					
	20	120	220	320	420	520
111	3,6	3,5	3,4	2,8	2,6	2,6
200	0,5	0,5	0,5	0,7	0,8	0,9
220	0,5	0,6	0,6	0,6	0,6	0,7
311	0,5	0,5	0,6	0,7	0,7	0,7
331	0,4	0,4	0,4	0,6	0,7	0,6
420	0,5	0,5	0,5	0,6	0,6	0,5

Таким образом, быстрозатвердевший сплав Al – 3,6 ат. % Mg – 0,4 ат. % Ni является пересыщенным твердым раствором алюминия, в фольге сплава формируется текстура (111) алюминия, его микротвердость достигает 850 МПа. Нагрев фольги выше 100 °C при изохронном отжиге вызывает распад пересыщенного твердого раствора алюминия, обуславливающий немонотонное изменение микротвердости. Микротвердость отожженной при 180 °C фольги достигает значения 1,1 ГПа, что имеет практическое значение. Рекристаллизация в фольгах приводит к ослаблению в них текстуры (111).

#### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Мондольфо Л. Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов. М., 1979.
2. Елагин В. И. Легирование деформируемых алюминиевых сплавов переходными металлами. М., 1975.
3. Добаткин В. И., Елагин В. И. Гранулированные алюминиевые сплавы. М., 1981.
4. Шепелевич В. Г., Ташлыкова-Бушкевич И. И., Анисович А. Г. Зеренная структура быстрозатвердевших фольг низколегированных Fe, Cu, Sb и Ge сплавов алюминия // Физика и химия обработки материалов. 1999. № 4. С. 86–91.
5. Сивцова П. А., Шепелевич В. Г. Структура и механические свойства фольг сплавов системы Al – Ni – Cr, полученных сверхбыстрой закалкой из расплава // Вестн. БГУ. Сер.1, Физика. Математика. Информатика. 2005. № 1. С. 47–51.
6. Сивцова П. А., Шепелевич В. Г. Сравнительный анализ свойств быстрозатвердевших фольг сплавов системы Al – Ni – Cr, полученных односторонним охлаждением и прокаткой // Физика металлов и металловедение. 2006. Т. 101, № 6. С. 612–617.
7. Сивцова П. А., Шепелевич В. Г. Исследование быстрозатвердевшей фольги сплава Al – Cr – Fe // Металловедение и термическая обработка металлов. 2007. № 6. С. 8–11.
8. Васильев В. А., Митин Б. С., Пашков И. Н., Серов М. М., Скуридин А. А., Лукин А. А., Яковлев В. Б. Высокоскоростное затвердевание расплава (теория, технология и материалы) / под ред. Б. С. Митина. М., 1998.

9. Русаков А. А. Рентгенография металлов. М., 1977.
10. Диаграммы состояния двойных металлических систем: справочник : в 3 т. / под ред. Н. П. Лякишева. М., 1996. Т. 1.
11. Ормонт Б. Ф. Введение в физическую химию и кристаллохимию полупроводников. М., 1968.
12. Ташлыкова И. И., Гутько Е. С., Шепелевич В. Г. Микроструктура, фазовый и элементный состав быстрозатвердевших сплавов Al – Zn // Перспективные материалы. 2005. № 1. С. 59–65.
13. Неумержицкая Е. Ю., Шепелевич В. Г. Структура, свойства и термическая стабильность быстрозатвердевших фольг сплавов алюминия с хромом, никелем и марганцем // Перспективные материалы. 2005. № 4. С. 69–73.
14. Лозенко В. В., Шепелевич В. Г. Зеренная и субзеренная структура быстрозатвердевших фольг цинка и его бинарных сплавов с Cd, Sn и Sb // Неорганические материалы. 2007. Т. 43, № 1. С. 22–26.
15. Шепелевич В. Г., Гусакова О. В. Структура и свойства быстрозатвердевших фольг системы Sn – Zn // Неорганические материалы. 2008. Т. 44, № 4. С. 560–565.
16. Koukharenko E., Frety N., Nabias G., Shepelevich V. G., Tedenac J. C. Microstructural study of Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> material obtained by ultrarapid quenching process route // J. of Crystal Growth. 2000. Vol. 209, № 6. P. 773–778.
17. Сивцова П. А., Сивцов И. А., Шепелевич В. Г. Структура поверхности быстрозатвердевших фольг алюминиевых сплавов, полученных центробежной закалкой расплава // Журнал функциональных материалов. 2007. Т. 1, № 4. С. 134–140.
18. Li D. Y., Szpunar J. A. Possible Role for Surface Packing Density in the Formation of (111) Texture in Solidified FCC metals // J. Mater. Sci. Letters. 1944. Vol. 13. P. 1521–1523.
19. Шепелевич В. Г. Текстура быстрозатвердевших фольг алюминия, свинца и их сплавов // Физика металлов и металловедение. 2002. Т. 94, № 2. С. 91–93.
20. Shepelevich V. G., Siutsova P. A., Neumerzhytskaya E. Yu., Gutko E. S., Kuckoreco K. V. Texture of Rapidly Solidified Foils of aluminium and its Alloys // J. of Alloys and Compounds. 2005. Vol. 403, № 1/2. P. 267–269.
21. Шепелевич В. Г., Ван Цзинцзе. Структура и микротвердость быстрозатвердевших фольг бинарных сплавов индия // Физика металлов и металловедение. 2011. Т. 111, № 2. С. 213–217.
22. Хоникомб Р. Пластическая деформация металлов. М., 1972.
23. Гольдштейн М. Н., Литвинов В. С., Бронфин Б. М. Металлофизика высокопрочных сплавов. М., 1986.

Поступила в редакцию 24.01.2014.

**Василий Григорьевич Шепелевич** – доктор физико-математических наук, профессор кафедры физики твердого тела.