

ЭЛЕМЕНТНЫЙ И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ БЫСТРОЗАТВЕРДЕВШЕГО СПЛАВА 1421 СИСТЕМЫ Al-Li-Mg С ДОБАВКАМИ Sc И Zr

И.А. Бушкевич, В.Г. Шепелевич

Белорусский государственный университет,

пр. Независимости 4, 220050 Минск, Беларусь, uyluana@gmail.com

Изучен элементный и фазовый состав быстрозатвердевших фольг сплава 1421 с помощью растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного микроанализа и резерфордского обратного рассеяния. В приповерхностной области свежезакаленных фольг установлена неравномерность распределения магния, содержание которого на поверхности достигает 20.0 ат. %. В образцах, которые в результате высокоскоростной кристаллизации из расплава состоят из пересыщенного α -твердого раствора, после отжига в течение 5 часов при температуре 300 °С обнаружены выделения двух фаз Al(Mg, Sc, Zr, Li)_x и Al₃Mg₂ со средним размером 0.18 мкм и 0.20 мкм соответственно.

Введение

Алюминиевые сплавы системы Al–Mg–Li, модифицируемые введением редкоземельных металлов, рассматриваются в качестве перспективных материалов авиакосмической промышленности, благодаря малой плотности, высокой прочности и значительной коррозионной стойкости. Большое количество работ посвящено изучению микроструктуры, фазового состава и механических свойств промышленного сплава Al-Mg-Li-Sc-Zr (сплав 1421). Для улучшения структуры и свойств сплава используют современные методы, основанные на воздействии импульсным лазерным излучением [1], а также методы интенсивной пластической деформации (равноканальное угловое прессование) [2, 3].

В настоящей работе был изучен элементный и фазовый состав быстрозатвердевшего (БЗ) сплава 1421 с помощью растровой электронной микроскопии (РЭМ), рентгеноструктурного микроанализа (РСМА) и резерфордского обратного рассеяния (РОР). Как известно, структурное и фазовое состояние БЗ материалов существенно отличается от равновесного состояния сплавов, полученных традиционными методами плавки при скоростях охлаждения расплава порядка 10² К/с. Высокий уровень механических свойств, коррозионной стойкости, прочности и пластичности обусловлен высокой дисперсностью структурно-фазовых составляющих. Поскольку ранее нами было показано, что дополнительное легирование сплавов на основе системы Al-Mg переходными металлами особенно эффективно при высокоскоростной кристаллизации, благодаря повышению прочностных характеристик материала за счет образования пересыщенного твердого раствора, дисперсных частиц промежуточных фаз и измельчения зеренной структуры [4, 5], это указывает на то, что получение алюминиевого сплава 1421 в виде БЗ фольг позволит существенно изменить его структуру, а, следовательно, и физико-механические свойства.

Методика эксперимента

В данной работе фольги промышленного сплава 1421 (Al-5.5% Mg-2.2% Li-0,12% Zr-0.2% Sc) (мас.%) были получены сверхбыстрой закалкой из жидкой фазы методом одностороннего охлаждения: кристаллизация тонкого слоя рас-

плава осуществлялась на внутренней поверхности медного цилиндра диаметром 20 см, вращающегося с частотой 1500 об/мин. Скорость охлаждения расплава была порядка 10⁶ К/с. Толщина исследуемых фольг составила 40-80 мкм. Изотермический отжиг фольг был выполнен при температуре 300 °С в течение 5 ч. Для сравнения использовался литой массивный образец в форме параллелепипеда, вырезанный из литого однородного сплава 1421 и подвергнутый последующей гомогенизации при температуре 300 °С в течение 5 часов.

Изучение микроструктуры и фазового состава поперечного сечения фольг сплава и литого образца сплава проводилось с помощью растрового электронного микроскопа марки LEO1455VP с приставкой "HKL CHANNEL5".

Элементный послойный анализ фольг сплава был выполнен с помощью метода РОР ускоренных ионов гелия с E₀=1.3 МэВ и геометрией угла вылета $\theta_1=0$, угла вылета $\theta_2=10^\circ$ и угла рассеяния $\theta=170^\circ$. Энергетическое разрешение детектирующей системы составляло 15 кэВ. Обработка спектров обратного рассеяния (ОР) была выполнена по известной методике [6].

Результаты и их обсуждение

С помощью РЭМ и РСМА получено, что в объеме свежезакаленных фольг сплава 1421 отсутствуют включения вторых фаз (рис. 1а). Микроструктура БЗ сплава состоит из пересыщенного α -твердого раствора. При отжиге с температурой 300 °С, как показано на рис. 1а, в микроструктуре наблюдаются мелкодисперсные выделения двух вторых фаз, средний размер которых составляет 0.18 мкм и 0.20 мкм соответственно. Для определения фазового состава обнаруженных в фольгах выделений был также изучен литой массивный образец. На рис. 1б показано РЭМ-изображение микроструктуры гомогенизированного литого сплава 1421, полученное в обратно отраженных электронах. Результаты локального химического состава фаз приведены в табл. 1.

Полученные с помощью РСМА данные свидетельствуют о присутствии на поверхности сечения литого образца оксидной пленки и углерода (табл. 1, точка 1 на рис. 1 б). В образце также обнаружены выделения двух фаз. В состав первой фазы входят Mg, Al, Sc и Zr (табл. 1, точки 2,

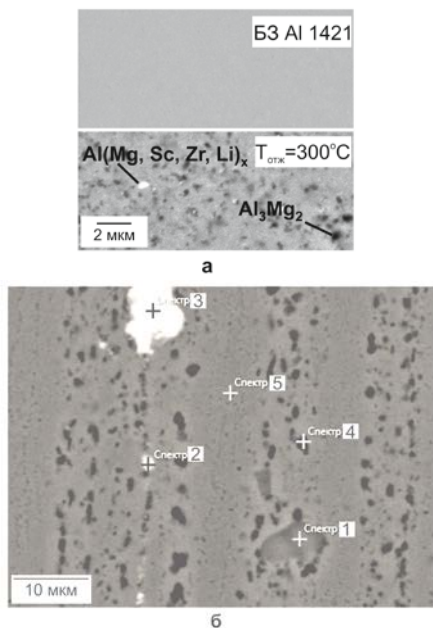


Рис. 1. РЭМ изображения поперечного сечения свежезакаленной и отожженной при 300 °С фольг (а) и гомогенизированного литого образца (б) сплава 1421. Цифрами обозначены точки, в которых был выполнен РСМА

3 на рис. 1 б). Как сообщается рядом авторов, указанная фаза также содержит Li, наличие которого нельзя определить используя РЭМ с приставкой для РСМА, и имеет сложный состав $Al(Mg, Sc, Zr, Li)_x$ [3, 7, 8].

Вторая фаза представляет собой соединение на основе Al-Mg (табл. 1, точки 1, 5, 4). В некоторых выделениях этой фазы присутствует небольшое количество примесей (кальций, медь и барий), например, в точке 1. Для уточнения состава данной фазы было также выполнено сканирование содержания элементов вдоль выделенной линии на РЭМ-изображениях [9], которое показало наличие дисперсных выделений второй фазы на основе алюминия с содержанием магния в среднем около 6 мас. % (6,1 ат.%). Таким образом, можно сделать вывод с учетом литературных данных [10], что выделения указанной второй фазы соответствуют β -фазе (Al_3Mg_2).

На рис. 2 представлен типичный спектр РОР, полученный от контактирующей с цилиндром поверхности фольги сплава 1421. Из анализа спектра следует, что на поверхности алюминиевого

сплава присутствуют следующие элементы: литий, кислород, магний, а также малое количество скандия и циркония. Следует также отметить присутствие тяжелых технических примесей с атомными массами от 114 до 137 а.е.м. Обнаружено, что содержание магния достигает в тонком приповерхностном слое 20.0 ат. %, в то время как концентрация скандия и циркония составляет 0.10 ат.% и 0.03 ат.% соответственно. Для определения точного количественного содержания лития в приповерхностных слоях фольг необходимо использовать компьютерную моделирующую программу РАРП (RUMP) [11], что будет выполнено при продолжении исследований.

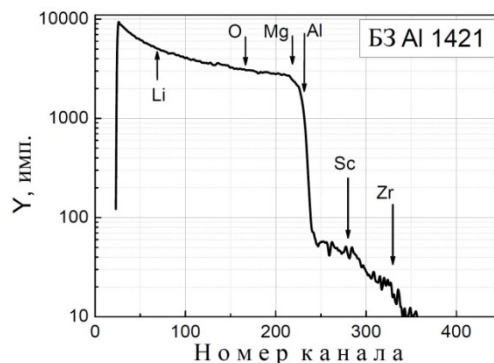


Рис. 2. Спектр РОР ионов 4He $E=1.3$ МэВ от контактирующей с цилиндром поверхности свежезакаленной фольги сплава Al-Li-Mg-Zr-Sc

Обнаруженный факт обогащения поверхности фольг магнием свидетельствует о неоднородном распределении магния по толщине фольг сплава и указывает на разницу микроструктур в окрестности поверхности БЗ образца и внутри него. Данный эффект, по-видимому, вызван действием поверхности фольг и границ зерен как стоков для комплексов закалочные вакансии-атомы растворенных элементов [12, 13] и наблюдался ранее в БЗ бинарных сплавах алюминия Al-Ti; V; Cr; Mn; Fe; Co; Ni; Cu; Zn; Ge; Sb [14, 15]. В работе [16] для сплава 1421, полученного методом равновесного углового прессования, также было установлено, что при импульсном лазерном облучении на поверхность образца диффундируют, в основном, атомы магния, где они вступают в реакцию с кислородом и образуют оксид MgO. Сообщается, что концентрация магния в оксиде на

Таблица 1. Локальный химический состав фаз в структуре гомогенизированного слитка из сплава 1421

Точка анализа	Содержание элементов, масс. % (атом. %)								
	C	O	Mg	Al	Ca	Sc	Cu	Zr	Ba
1	18.94 (33.34)	8.05 (10.63)	5.50 (4.78)	62.39 (48.87)	3.88 (2.05)	—	0.76 (0.25)	—	0.48 (0.07)
2	—	—	3.93 (4.64)	83.75 (89.15)	—	7.19 (4.59)	—	5.13 (1.61)	—
3	—	0.99 (1.96)	1.37 (1.78)	68.81 (80.42)	—	16.52 (11.59)	—	12.31 (4.26)	—
4	—	1.27 (2.10)	5.27 (5.76)	93.47 (92.13)	—	—	—	—	—
5	—	0.80 (1.34)	5.40 (5.92)	93.80 (92.74)	—	—	—	—	—

поверхности образца составила 50.0 ат.%, а в массиве сплава – 5.0 ат.% [13].

Заключение

Анализ элементного и фазового состава БЗ фольг сплава Al-Li-Mg с добавками Sc и Zr выполнен методом РЭМ, РСМА и POP. Получено, что применение высокоскоростной кристаллизации из расплава позволяет модифицировать микроструктуру промышленного алюминиевого сплава 1421 и получить микрокристаллические фольги, которые состоят из пересыщенного α -твердого раствора. Установлено неоднородное распределение компонентов в объеме БЗ сплава. Поверхность обогащена магнием, содержание которого более чем в 3 раза превышает его расчетную концентрацию в сплаве. После отжига БЗ сплава 1421 при температуре 300 °С в микроструктуре фольг обнаружены выделения β -фазы (Al_3Mg_2), а также частицы фазы $Al(Mg,Sc,Zr,Li)_x$ со средним размером 0.18 мкм и 0.20 мкм соответственно. Полученные результаты указывают на перспективность изучения влияния микроструктуры и фазового состава на физико-химические свойства БЗ сплава 1421 для определения режимов его термической обработки.

Авторы выражают благодарность члену-корреспонденту НАН Беларуси, доктору физико-математических наук, профессору Ф.Ф. Комарову (НИИ ПФП им. А.Н. Севченко, БГУ) за помощь при проведении экспериментов с использованием метода POP.

Список литературы

1. Горбунов Ю.А. // J. of Siberian Federal University. Engineering & Technologies. 2015. Т. 5. № 8. С. 636-645.
2. Мишин И.П. // Научное обозрение. Технические науки. 2014. № 2. С. 64-67.
3. Mogucheva A., Kaibyshev R. // Metals. 2016. № 6. P. 254-268.
4. Сивцова П.А. // Быстрозакаленные материалы и покрытия: сб. трудов 7-й Всероссийской с международным участием научно-технической конференции. М., 2008. С. 10-14.
5. Шепелевич В.Г. // Вестник Белорусского государственного университета. 2014. № 2. С. 13-17.
6. Комаров, Ф.Ф., Кумахов М.А., Ташлыков И.С. // Неразрушающий анализ поверхностей твердых тел ионными пучками. Мн.: Университетское, 1987. 256 с.
7. Найденкин Е.В., Колобов Ю.Р., Голосов Е.В., Мишин И.П. // Физическая мезомеханика. 2006. № 9. С. 133-136.
8. Islamgaliev R.K., Yunusova N.F., Valiev R.Z., Tsenev N.K., Perevezentsev V.N., Langdon T.G. // Scripta Mater. 2003. V. 49. P. 467-472.
9. Бушкевич И.А., Шепелевич В.Г. // Прикладные проблемы оптики, информатики, радиофизики и физики конденсированного состояния: сб. материалов 3-й Междун. науч. - практ. конф. Минск, 2017 г. С. 234 – 236.
10. Петров, А.П., Головкин П.А. // Перспективные технологии легких и специальных сплавов. М.: ФИЗМАТЛИТ. 2006. С. 213-221.
11. Doolittle L. N. // Nucl. Instr. and Meth. 1985. Vol. B9. P. 344.
12. Hirose S., Sato T., Kamio A., Flower H.M. // Acta mater. 2000. V. 48. P. 1797.
13. Löchte L., Gitt A., Gottstein G., Hurtado I. // Acta mater. 2000. V. 48. P. 2969.
14. Tashlykova-Bushkevich I.I. // Proc. 12th Int. Conf. Aluminium alloys (ICAA12), Yokohama, Japan, 5-9 September 2010. Yokohama, 2010. P. 1800-1805.
15. Tashlykova-Bushkevich I., Itoh G. // Mater. Sci. Forum. 2012. V. 706-709. P. 301-304.
16. Кикин П.Ю., Пчелинцев А.И., Русин Е.Е., Землякова Н.В. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2012. № 8. P. 23-26.

ELEMENTAL AND PHASE COMPOSITION OF RAPIDLY SOLIDIFIED 1421 ALLOY OF Al-Li-Mg SYSTEM WITH Sc AND Zr DOPES

I.A. Bushkevich, V.G. Shepelevich

Belarusian State University, 4 Nezavisimosti ave., 220030 Minsk, Belarus, uyluana@gmail.com

The elemental and phase composition of rapidly solidified foils of 1421 alloy were investigated using scanning electron microscopy with energy dispersive X-ray spectroscopy and Rutherford backscattering spectroscopy. We revealed that magnesium is distributed irregular in a near-surface region of foils, at the foil surface the Mg concentration reaches 20.0 at %. It was obtained that samples produced through rapid solidification are composed of metastable α -solid solution. Precipitates of $Al(Mg, Sc, Zr, Li)_x$ and Al_3Mg_2 phases with average size of 0.18 μm and 0.20 μm respectively were found in the foils annealed for 5 h at 300°C.