

Поведение частиц кремния в алюминиевом сплаве АК21 при интенсивной пластической деформации и высокотемпературном отжиге

Г. Р. Халикова^{†1}, К. С. Швец², В. Г. Трифонов^{‡1}

[†]gulnara.r.khalikova@gmail.com, [‡]vadimt@anrb.ru

¹Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, ул. Степана Халтурина 39, Уфа, 450001, Россия

²Уфимский государственный авиационный технический университет, ул. К. Маркса 12, Уфа, 450000, Россия

Исследовано влияние интенсивной пластической деформации кручением под высоким давлением на структуру алюминиевого сплава АК21. Исходным материалом служила жидкоштампованная заготовка. Образцы диаметром 8 мм и толщиной 1,3 мм деформировали при комнатной температуре на наковальне Бриджмана кручением на 5 оборотов при давлении 6 ГПа. После деформации образцы отжигали в интервале температур 300...500°C в течение 5 минут. Оценивали размер частиц кремния и их объемную долю по радиусу образца. Показано, что интенсивная пластическая деформация привела к измельчению частиц кремния эвтектического происхождения и первичных кристаллов кремния за счет их дробления. При этом интенсивное дробление эвтектического кремния имело место во всем объеме материала, в то время как первичные кристаллы кремния подвергались наибольшему измельчению только на периферии образца. Кроме того, интенсивная пластическая деформация привела к уменьшению объемной доли частиц кремния из-за частичного их растворения в алюминиевой матрице. Наибольшая разница в изменении объемной доли кремния по радиусу образца наблюдалась на его периферии (~2 раза), что обусловлено наибольшей степенью деформации. Последующий отжиг сплава привел к распаду деформационно-пересыщенного кремнием алюминиевого твердого раствора и выделению частиц кремния. Установлено, что с повышением температуры отжига объемная доля частиц кремния увеличивалась и при 500°C достигла уровня в исходном жидкоштампованном состоянии. При этом наиболее интенсивно распад твердого раствора протекал на периферии образца. Кроме того, с повышением температуры отжига увеличился размер выделившихся из твердого раствора частиц кремния.

Ключевые слова: алюминиевый сплав, кручение под высоким давлением, структура, кремний

Behaviour of silicon particles in AK21 aluminum alloy (in Russia) at severe plastic deformation and annealing

G. R. Khalikova¹, K. S. Shvets², V. G. Trifonov¹

¹Institute for Metals Superplasticity Problems RAS, 39 Khalturin St., Ufa, 450001, Russia

²Ufa State Aviation Technical University, K. Marx Str., 12, Ufa, 450000, Russia

The effect of severe plastic deformation (SPD) by high-pressure torsion on the structure of AK21 aluminum alloy (in Russia) was investigated. The initial state was liquid-forging billet. The samples of 8 mm diameter and 1.3 mm thick were deformed by torsion in Bridgman anvil at room temperature with 5 turns under a pressure of 6 GPa. Then the samples were annealed in the temperature range of 300...500°C for 5 minutes. The size and volume fraction of the silicon particles along the radius of the sample were estimated. It has been shown that severe plastic deformation resulted in refinement of eutectic silicon particles and primary silicon crystals due to their fragmentation. The intensive fragmentation of eutectic silicon occurred in the bulk of material, while the primary silicon crystals were most refinement only in the edge of the sample. In addition, severe plastic deformation resulted in a decrease of the volume fraction of the silicon particles due to the partial dissolution of the particles in aluminum matrix. The largest difference in the change of the volume fraction of silicon particles along the radius of the sample was observed in the edge (~2 times) due to the largest degree of deformation. Subsequent annealing of the alloy resulted in the decomposition of the supersaturated silicon solid solution and silicon particle separation. It was found that with increasing annealing temperature the volume fraction of the silicon particles increases and at 500°C has reached a level in the initial liquid-forging state. The most intensive decomposition of solid solution occurs in the edge of the sample. Furthermore, with increasing annealing temperature increased size of the precipitated silica particles from the solid solution.

Keywords: aluminum alloy, high-pressure torsion, structure, silicon

Введение

Формирование мелкокристаллических структур в промышленных высококремнистых алюминиевых сплавах является важной задачей с точки зрения повышения их эксплуатационных свойств [1]. В таких сплавах основной структурной составляющей, во многом определяющей уровень свойств, являются частицы кремния, которые могут достигать значительных размеров [2]. Их измельчение возможно за счет, например, модифицирования литой структуры, однако лучший результат в дроблении частиц кремния достигается за счет пластической деформации. Так, применение горячей деформации при обработке силуминов эвтектического и заэвтектического состава позволяет повысить их прочностные и пластические характеристики [3]. Однако эффективность такой обработки оказалась не столь существенна, т.к. дробление частиц кремния при горячей деформации затруднено из-за их высокой твердости. Значительно усилить измельчение частиц кремния позволяет применение интенсивной пластической деформации (ИПД), и одним из быстрых методов ИПД, способствующих достижению больших степеней деформации ($\epsilon > 4-6$), является кручение под высоким давлением [4]. В этом направлении основная часть исследований проведена на доэвтектических и эвтектических силуминах, содержание Si в которых не превышает 12 вес.% [4-7].

В связи с этим целью настоящей работы являлось исследование поведения частиц кремния в заэвтектическом алюминиевом сплаве АК21 при интенсивной пластической деформации и последующей термической обработке.

Материал и методики исследования

Материалом для исследования служил промышленный алюминиевый сплав АК21 (22% Si, 2,9% Cu, 0,46% Mg, 2,2% Ni, 2,5% Fe, 0,1% Ti, 0,05% Zn, 0,38% Cr, остальное Al (все концентрации указаны в весовых процентах).

Образцы для исследования диаметром 8 мм и толщиной 1,3 мм вырезали из жидкоштампованной заготовки, имевшей более однородную и бездефектную структуру по сравнению с состояниями, полученными традиционными методами литья [8,9].

ИПД осуществляли кручением при комнатной температуре на наковальне Бриджмана под давлением 6 ГПа на 5 оборотов. Согласно [4], логарифмическая степень деформации на периферии образца составляла $\epsilon=4,5$. После ИПД образцы отжигали в печи при 300, 400 и 500°C в течение 5 минут.

Микроструктуру сплава АК21 в исходном состоянии, после ИПД и последующего отжига исследовали на растровом электронном микроскопе Tescan Mira 3LMN в режиме отраженных электронов. Площадь частиц кремния, имеющих геометрически сложную форму, и их объемную долю оценивали в центре, на середине радиуса ($\frac{1}{2}R$) и на периферии образца. Поскольку после ИПД различить первичные кристаллы кремния от крем-

ния эвтектического происхождения не представляется возможным, количественный анализ проводили в совокупности по всем частицам кремния. Исследования осуществляли при разных увеличениях, при этом анализируемые площади поверхности шлифа были равными для каждой из трех зон образца и каждого состояния. Количественную оценку проводили, используя компьютерные методики количественной металлографии, основанные на принципах, изложенных в работе [10]. Статистическую обработку результатов проводили с доверительной вероятностью 95%.

Результаты исследований и их обсуждение

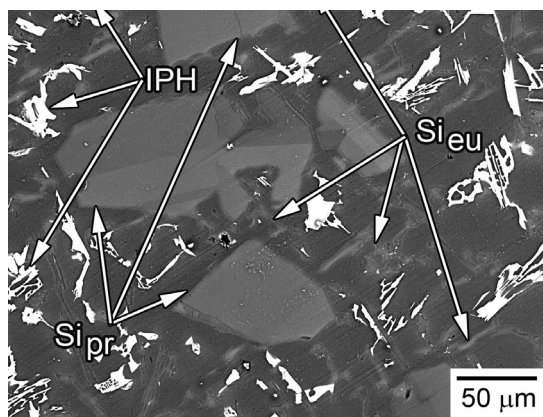
Типичная структура сплава АК21 в исходном жидкоштампованном состоянии приведена на рис.1а. Структура сплава состояла из алюминиево-кремниевой эвтектики (Si_{EU}), первичных кристаллов кремния (Si_{PR}) и интерметаллидных фаз (IPH). Средняя площадь эвтектического кремния составляла 130 ± 6 мкм², первичных кристаллов кремния — 1830 ± 195 мкм². Объемная доля всех частиц кремния достигала $30 \pm 1\%$. Кроме кремния в сплаве, согласно [2], могут содержаться следующие фазы: $FeNiAl_9$, $\pi-FeMg_3Si_6Al_8$, $W-CuSi_4Mg_5Al_4$, $\beta-FeSiAl_5$ (в рамках данной работы анализ поведения интерметаллидных фаз не осуществлялся).

Интенсивная пластическая деформация привела к измельчению частиц кремния и интерметаллидных фаз, с последующим их разворотом и выстраиванием по окружностям образца. Частицы эвтектического кремния (так же, как и интерметаллидных фаз) дробились на более мелкие как на периферии образца, так и в его центре. Первичный кремний подвергался менее интенсивному измельчению, его значительное дробление происходило на периферии образца (рис.1б-д).

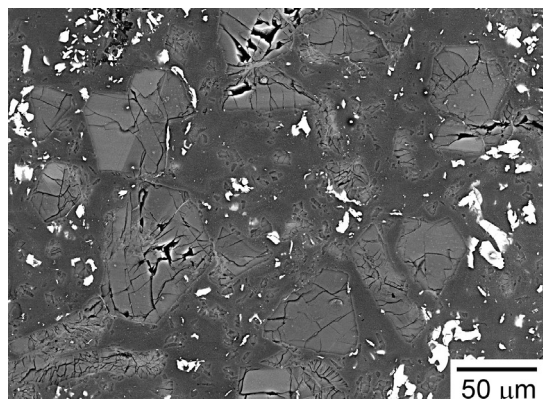
Кривые распределения площади частиц кремния по радиусу образца после ИПД и в исходном состоянии приведены на рис.2. Для исходного состояния имело место бимодальное распределение площади частиц кремния, первая мода которого относится к эвтектическим частицам, вторая — к первичным кристаллам. ИПД привела к смещению максимума первой моды в сторону малых значений, при этом вторая мода размывалась (центр образца) и полностью отсутствовала (середина радиуса и периферия образца).

Интенсивная пластическая деформация привела к уменьшению объемной доли частиц кремния. После интенсивной деформации по сравнению с исходным состоянием объемная доля частиц кремния на краю образца уменьшилась с 30% до 17% (рис.4). Уменьшение объемной доли частиц кремния может быть связано с переходом части кремния в твердый раствор на основе алюминия. В обычных условиях растворимость кремния в алюминии мала и при комнатной температуре составляет 0,05% [11].

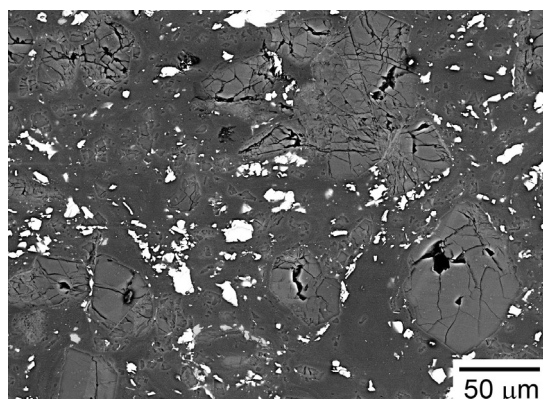
Влияние пластической деформации на состояние твердых растворов сплавов на основе алюминия подробно изучено в работах [4,12-15] и др. Показано, что пластическая деформация ускоряет распад пересыщенных



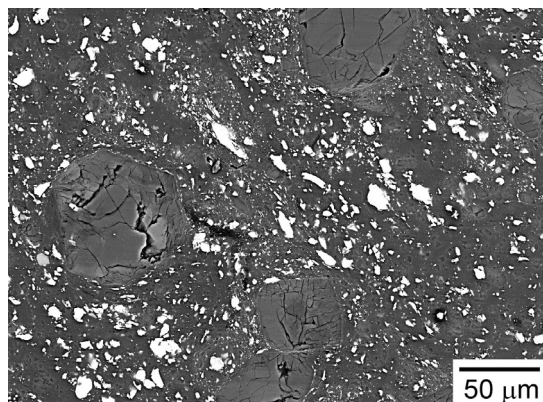
a



b



c



d

Рис. 1. Типичная структура сплава АК21 в жидкоштампованном состоянии (а) и после ИПД: в центре (б), на середине радиуса (с) и на периферии образца (д).

Fig. 1. The typical structure of liquid-forging AK21 alloy (a) and after SPD: center (b), half-radius (c) and edge (d) of the specimen.

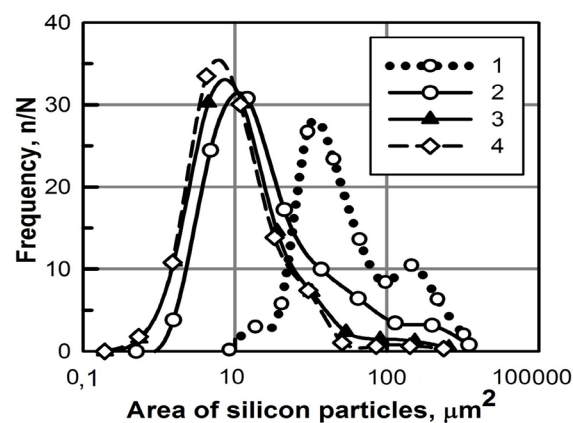


Рис. 2. Распределение площадей частиц кремния по величине в образце сплава АК21 в жидкоштампованном состоянии (1) и после ИПД: центр (2), середина радиуса (3) и периферия образца (4).

Fig. 2. Silicon particles area distributions in AK21 alloy in liquid-forging conditions (1) and after SPD: center (2), half-radius (3) and edge (4) of the specimen.

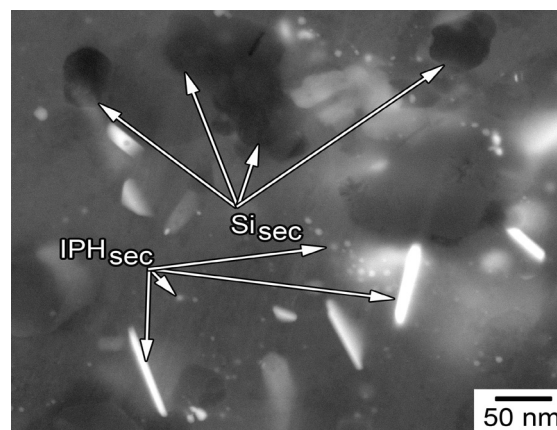


Рис. 3. Типичная структура сплава АК21, подвергнутого ИПД и последующему отжигу при температуре 500°C в течение 5 минут (середина радиуса). Видны вторичные выделения упрочняющих фаз: темные – глобулярные частицы кремния (SiSEC), светлые – пластинчатая и глобулярная интерметаллидная фаза (IPHSEC).

Fig. 3. The typical structure of AK21 alloy subjected SPD and subsequent annealing at 500°C for 5 minutes (half-radius). Visible secondary particles of hardening phases: dark - globular particles of silicon (SiSEC), light - lamellar and globular intermetallic phase (IPHSEC).

твердых растворов, что связывается с повышенной концентрацией вакансий, увеличивающей коэффициент диффузии, и наличием дислокационных скоплений, вызывающих восходящую диффузию и образование концентрационных неоднородностей.

В нашем случае получен обратный эффект. В процессе ИПД при комнатной температуре произошло частичное растворение кремния в алюминиевой матрице. Аналогичный результат был получен в работах [16–18], авторы которых показали, что интенсивная пластическая деформация привела к растворению частиц FeC и FeO в железе. В сплавах на основе алюминия также

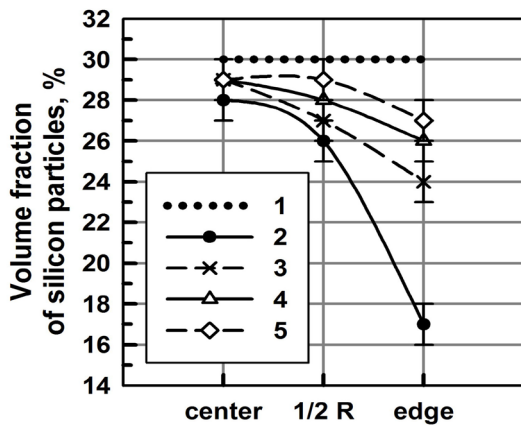


Рис. 4. Объемная доля частиц кремния в различных зонах образца сплава АК21 в жидкоштампованном состоянии (1), после ИПД (2) и последующего отжига при 300 (3), 400 (4) и 500°C (5).
Fig. 4. Volume fraction of silicon particles in different region of AK21 alloy in liquid-forging conditions (1), after SPD (2) and subsequent annealing at 300°C (3), 400°C (4) and 500°C (5).

было показано частичное растворение первичных интерметаллидных фаз и, следовательно, повышение степени легированности твердого раствора при ИПД [4,19,20]. Однако в работе [21] растворения частиц первичных интерметаллидных фаз в предварительно закаленном алюминиевом сплаве типа 1965 при ИПД не наблюдали.

Последующий отжиг деформированных образцов привел к выделению кремния глобулярной формы из деформационно-пересыщенного Si твердого раствора (рис.3). С ростом температуры отжига увеличивалась объемная доля частиц кремния, и чем выше была температура отжига, тем больше кремния выделялось из твердого раствора (рис.4). Наиболее интенсивно выделение частиц кремния происходило на периферии образца, где растворение кремния при ИПД было наибольшим при максимальной степени деформации.

Выводы

1. Интенсивная пластическая деформация сплава АК21 привела к дроблению эвтектических и первичных частиц кремния на более мелкие. Эвтектические частицы кремния дробились по всему объему образца, а первичные только на периферии, где степень деформации была наибольшая.

2. В результате ИПД кручением при комнатной температуре произошло частичное растворение кремния в алюминиевой матрице. При этом наибольшее растворение имело место на периферии образца — объемная доля частиц кремния уменьшилась с $30 \pm 1\%$ до $17 \pm 1\%$.

3. При последующем отжиге в интервале температур 300...500°C деформационно-пересыщенный твердый раствор кремния в алюминии распадался с образованием дисперсных вторичных выделений частиц кремния. С ростом температур отжига увеличивалась объемная доля частиц кремния, достигая при 500°C уровня, наблюдаемого в исходном жидкоштампованном состоянии.

Литература / References

1. P.P. Jevtunov. Lite'nye splavy. M. Mashgiz. (1975) 431p. (in Russian) [П.П. Жевтунов. Литейные сплавы. М. Машгиз (1975) 431 с.]
2. A. G. Prigunova, N. A. Belov, Ju. N. Taran, V. S. Zolotarevski, V. I. Napalkov, S. S. Petrov. Siluminy. Atlas mikrostruktur i phractogramm promyshlennykh splavov. M. MISIS. (1996) 175 p. (in Russian) [А. Г. Пригунова, Н. А. Белов, Ю. Н. Таран, В. С. Золоторевский, В. И. Напалков, С. С. Петров. Силумины. Атлас микроструктур и фрактограмм промышленных сплавов. М. МИСИС. (1996) 175 с.]
3. V. G. Trifonov, S. S. Nechaev, A. R. Shaaykhmetov. Nonferrous metallurgy. Institutes of higher education reports. 3, 113—115 (1989). (in Russian) [В. Г. Трифонов, С. С. Нечаев, А. Р. Шаяхметов. Цветная металлургия. Известия ВУЗов. 3, 113—115 (1989).]
4. R. Z. Valiev, I. V. Aleksandrov. Nanostrukturnye materialy poluchennye intensivno' plasticheskoy deformatsiey. M. Logos. (2000) 272 p. (in Russian) [Р. З. Валиев, И. В. Александров. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М. Логос. (2000) 272 с.]
5. A. P. Zhilyaev, T. G. Langdon. Progress in Materials Science. 53, 893—899 (2008).
6. J. M. Garcia-Infanta, A. P. Zhilyaev, F. Carreno, O. A. Ruano, J. Q. Su, S. K. Menon, T. R. McNelley. Materials Science. 45, 4613—4618 (2010).
7. Y. Kume, M. Kobashi, N. Kanetake. Materials Science Forum. 549—521, 1441—1447 (2006).
8. G. R. Khalikova, V. G. Trifonov. Letters on Materials. 1 (3), 138—142 (2011). (in Russian) [Г. Р. Халикова, В. Г. Трифонов. Письма о материалах. 1 (3), 138—142 (2011).]
9. G. R. Khalikova, V. G. Trifonov. Letters on Materials. 2 (3), 147—151 (2012). (in Russian) [Г. Р. Халикова, В. Г. Трифонов. Письма о материалах. 2 (3), 147—151 (2012).]
10. S. A. Saltikov. Stereometrical metallography. M. Metallurgiya. (1970) 376 p. (in Russian) [С. А. Салтыков. Стереометрическая металлография. М. Металлургия. (1970) 376 с.]
11. L. F. Mondolfo. Structura i svo'stva aluminievyykh splavov. M. Metallurgija. (1979) 639 p. (in Russian) [Л. Ф. Мондольфо. Структура и свойства алюминиевых сплавов. М. Металлургия (1979) 639 с.]
12. N. N. Bu'nov, R. R. Zaharov. Raspad metallicheskih peresyschennykh rastvorov. M. Metallurgija (1964) 143 p. (in Russian) [Н. Н. Буйнов, Р. Р. Захаров. Распад металлических пересыщенных растворов. М. Металлургия (1964) 143 с.]
13. A. Kelly, R. Nikolson. Dispersnoe tverdenie. M.: Metallurgija (1966) 299 p. (in Russian) [А. Келли, Р. Никлсон. Дисперсионное твердение. М. Металлургия (1966) 299 с.]
14. A. A. Mazilkin, B. B. Straumal, S. G. Protasova, O. A. Kogtenkova, R. Z. Valiev. Physics of the Solid State. 49 (6), 824—828 (2007). (in Russian) [А. А. Мазилкин,

- Б.Б. Страумал, С.Г. Протасова, О.А. Когтенкова, Р.З. Валиев. Физика твердого тела. **49** (6), 824—828 (2007).]
15. H. J. Roven, M. Liu, J. C. Werenskiold. *Materials Science and Engineering A*. **483—484**, 54—59 (2008).
16. A. V. Korznikov, I. M. Safarov, D. V. Laptionok, R. Z. Valiev. *Acta Metallurgica et Materialia*. **39** (12), 3193—3196 (1991)
17. A. V. Korznikov, I. M. Safarov, D. V. Laptionok, B. Ph. Abdullin, R. Z. Valiev. *Metals*. **4**, 131—136 (1993) (in Russian) [А.В. Корзников, И.М. Сафаров, В.Д. Лаптенков, Б.Ф. Абдуллин, Р.З. Валиев. *Металлы*. **4**, 131—136 (1993).]
18. A. V. Korznikov, Ju. V. Ivanisenko, I. M. Safarov, R. Z. Valiev, M. M. Myshlyayev. *Metals*. **1**, 91—96 (1994). (in Russian) [А.В. Корзников, Ю.В. Иванисенко, И.М. Сафаров, Р.З. Валиев, М.М. Мышляев, М.М. Камалов. *Металлы*. **1**, 91—96 (1994).]
19. I. G. Brodova, I. G. Shirinkina, O. V. Antonova, A. V. Chirkova, S. V. Dobatkin, V. V. Zaharov. *Deformation and Fracture of Materials*. **4**, 25—29 (2009). (in Russian) [И.Г. Бродова, И.Г. Ширинкина, О.В. Антонова, А.В. Чиркова, С.В. Добаткин, В.В. Захаров. *Деформация и разрушение материалов*. **4**, 25—29 (2009).]
20. I. G. Brodova, D. V. Bashlikov, M. S. Nikitin, I. G. Shirinkina, T. I. Yablonskikh. *The Physics of Metals and Metallography*. **98** (1), 83—89 (2004) (in Russian) [И.Г. Бродова, Д.В. Башлыков, М.С. Никитин, И.Г. Ширинкина, Т.И. Яблонских. *Физика металлов и металловедение*. **98** (1), 83—89 (2004).]
21. S. V. Krimskiy, P. A. Nikulin, M. Yu. Murashkin, M. V. Markushev. *Letters on Materials*. **1** (3), 167—170 (2011). (in Russian) [С.В. Крымский, П.А. Никулин, М.Ю. Мурашкин, М.В. Маркушев. *Письма о материалах*. **1** (3), 167—170 (2011).]