

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
**«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**  
( Н И У « Б е л Г У » )

ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ ТЕХНОЛОГИЙ И ЕСТЕСТВЕННЫХ НАУК  
КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ  
AL-ZR ПОСЛЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ**

Выпускная квалификационная работа

обучающегося по направлению подготовки

28.03.03 Наноматериалы

очной формы обучения

группы 07001416

Букина Дмитрия Олеговича

Научный руководитель:  
к.т.н., Могучева А. А.

БЕЛГОРОД 2018

## Оглавление

|  |  |     |
|--|--|-----|
| Введение.....  | <b>Ошибка! Закладка не определена.</b> | 4   |
| Глава 1 Обзор литературы.....  |  | 6   |
| 1.1 Физико-механические свойства алюминия.....   | <b>Ошибка! Закладка не определена.</b> |     |
| 1.2 Изменение механических и электрических свойств алюминия под действием температур ..... | <b>Ошибка! Закладка не определена.</b> | 7   |
| 1.3 Сплавы системы Al-Fe-Si.....   | <b>Ошибка! Закладка не определена.</b> | 7   |
| 1.4 Проводниковые алюминиевые сплавы .....   |  | 8   |
| 1.5 Система легирования Al-Zr.....   |  | 11  |
| 1.6 Актуальность и значимость исследования.....  |  | 153 |
| 1.7 Постановка задач исследования .....  |  | 15  |
| Глава 2 Описание материала и методик исследования.....                                     |  | 15  |
| 2.1 Описание материала исследования .....  |  | 16  |
| 2.1.1 Характеристика материала.....  |  | 16  |
| 2.2 Методика термической обработки .....   |  | 16  |
| 2.3 Методика микроструктурных исследований .....   |  | 17  |
| 2.3.1 Растровая электронная микроскопия .....  |  | 17  |
| 2.3.2 Просвечивающая электронная микроскопия .....   |  | 178 |
| 2.4 Методика механических испытаний.....   |  | 168 |
| 2.4.1 Испытания на растяжение.....   |  | 18  |
| 2.4.2 Измерение микротвердости по Виккерсу.....  |  | 20  |
| 2.5 Техника безопасности .....   |  | 21  |
| Глава 3 Результаты исследований и их обсуждение .....                                      |  | 214 |
| 3.1 Структура и свойства исходных Al-1%Fe-Si-0.3%Zr сплавов .....                          |  | 24  |

|   |    |
|---|----|
| 3.1.1 Электропроводность и результаты механических испытаний исходных Al-Zr сплавов .....                       | 25 |
| 3.2 Структура и свойства Al-1%Fe-Si-0.3%Zr сплавов после отжига .....   | 27 |
| 3.2.1 Электропроводность и результаты механических испытаний, отожженных Al-Zr сплавов .....                    | 28 |
| 3.3 Структура и свойства Al-1%Fe-Si-0.3%Zr сплавов после отжига по многоступенчатому режиму .....               | 32 |
| 3.3.1 Электропроводность и результаты механических испытаний Al-Zr сплавов после многоступенчатого отжига ..... | 35 |
| 3.4 Обсуждение результатов исследования.....  | 39 |
| Выводы .....  | 41 |
| Список литературы .....   | 43 |

## **Введение**

Алюминий в электротехнике известен уже очень давно. Однако до недавнего времени область применения алюминия была ограничена линиями электропередачи и в редких случаях силовыми кабелями. В кабельной промышленности господствовали медь и свинец. Токопроводящие элементы конструкции кабелей были выполнены из меди, а металлическая оболочка из свинца или сплавов на основе свинца. Многие десятки лет (впервые свинцовые оболочки для защиты кабельных жил были предложены в 1851 г.) свинец был единственным металлическим материалом для кабельных оболочек. Он прекрасен в этой роли, но не без недостатков, высокая плотность, невысокая прочность и дефицитность; это только основные из них, которые заставили человека искать другие металлы, способные достойно заменить свинец.

Им оказался алюминий. Началом его службы в этой роли можно считать 1939 г., а работы были начаты в 1928 г. Однако серьезный сдвиг в использовании алюминия в кабельной технике произошел в 1948 г., когда была разработана и освоена технология изготовления алюминиевых оболочек.

Медь тоже долгие десятилетия была единственным металлом для изготовления токоведущих жил. Исследования материалов, которые могли бы заменить медь, показали, что таким металлом должен и может быть алюминий. Итак, взамен двух металлов, по существу различных назначений, в кабельную технику вошел алюминий.

Такая замена имеет ряд преимуществ. Во-первых, возможность использования алюминиевой оболочки в качестве нулевого проводника— это значительная экономия металла и снижение массы. Во-вторых, более высокая прочность. В-третьих, облегчение монтажа, уменьшение транспортных расходов, уменьшение стоимости кабеля и т. п.

Алюминиевые провода применяются и для воздушных линий электропередачи. Но потребовалось много усилий, времени, чтобы выполнить равноценную замену. Вариантов разработано много, и используются они исходя из конкретной обстановки. Изготавливаются алюминиевые провода повышенной прочности и повышенного сопротивления ползучести, что достигается легированием магнием, кремнием, железом, и т.д. Находят применение сталеалюминиевые провода, особенно для выполнения больших пролетов, необходимых в местах пересечения линиями электропередачи различных препятствий. Имеются пролеты более 1500 м, например, при пересечении рек. Современные провода должны сочетать в себе высокую электропроводность и прочность, сохраняющаяся вплоть до нагревов 150-300 °С.

Традиционные провода, сделанные из технического алюминия марки А5Е и АВЕ, не удовлетворяют данным требованиям, поскольку они сильно разупрочняются даже после кратковременных нагревов до 100 °С. Для решения данной проблемы наиболее перспективным является создание провода, выполненного из низколегированного алюминиевого сплава с добавкой циркония.

Исходной заготовкой для алюминиевой проволоки, из которой делают провода, является катанка, которую, получают способом непрерывного литья и прокатки, в частности, на установках типа Properzzi и Southwire. Достижение требуемых характеристик на проволоке, сделанной из сплава Al-Zr: удельного электрического сопротивления (УЭС) и прочности (после нагревов до 250 °С), определяется микроструктурой катанки. Термостойкость алюминиевой проволоки зависит от концентрации циркония в сплаве, а также от технологических режимов плавки, литья и термической обработки. Влияние циркония на термостойкость обусловлено наночастицами фазы  $L1_2$   $Al_3Zr$ , формирующихся в катанке в процессе отжига [1]. Данный процесс является ключевым фактором в данных сплавах.

## Глава 1 Обзор литературы

### 1.1 Физико-механические свойства алюминия

Алюминий по электропроводности среди всех известных металлов занимает четвертое место после серебра, меди и золота. Электропроводность отожженного алюминия составляет приблизительно 62% IACS электропроводности отожженной стандартной меди (проводимость чистой отожженной меди при 20 °С принимается за 100% IACS это сокращение от «Международного стандарта по отожженной меди» = International Annealed Copper Standard), но благодаря малому удельному весу алюминий имеет проводимость на единицу массы в 2 раза большую чем медь.

Это свойство алюминия дает нам представление об экономической выгоды применения его в качестве материала для проводников. При равной проводимости (одна и та же длина) алюминиевый проводник имеет площадь поперечного сечения на 60 % большую, чем медный, а масса его составляет только 48 % массы меди.

Физико-химические, механические и технологические свойства алюминия очень сильно зависят от вида и количества примесей, ухудшая большинство свойств чистого металла. Основными естественными примесями в алюминии являются железо и кремний

Наличие в алюминии примесей приводит к увеличению его удельного электрического сопротивления, т.е. чем больше содержание примесей, тем заметнее этот рост. В таблице 1.1 приведены данные об изменении удельного электрического сопротивления Al в зависимости от содержания в нем Fe и Si. Наименьшее сопротивление наблюдается, когда примеси, входящие в состав Al, находятся в определенном соотношении [2].

Удельное электрическое сопротивление алюминия в зависимости от содержания железа и кремния

| Алюминий                    | Содержание,<br>% массы |        | Удельное электрическое<br>сопротивление, Ом×м <sup>2</sup> /м |
|-----------------------------|------------------------|--------|---|
|                             | Fe                     | Si     |   |
| Сверхчистый                 | 0,0005                 | 0,0023 | 0,02620   |
| Алюминий - 99,5% (по массе) | 0,34                   | 0,1    | 0,02767   |
| Алюминий - 99,0% (по массе) | 0,56                   | 0,32   | 0,02780   |
| Алюминий – 98,5% (по массе) | 0,96                   | 0,41   | 0,02835   |

## 1.2 Изменение механических и электрических свойств алюминия под действием температуры

Увеличение температуры вызывает снижение электропроводности, для высокочистого алюминия температурный коэффициент электрического сопротивления равен 0,00429 1/град. Изменение электрического сопротивления Al в функции температуры носит прямолинейный характер.

При понижении температуры ниже 20 °С величина электропроводности резко увеличивается. Для алюминиевой проволоки (марки АЕ) удельное электрическое сопротивление при -60 °С снижается на 20%, т.е. равно  $0,25 \times 0,0282$  ом×мм<sup>2</sup>/м.

С повышением температуры до 0,4 Т (Т-абсолютная температура) у металлов начинается рекристаллизация. Температура начала рекристаллизации зависит от степени деформации, чистоты металла и длительности нагрева; чем больше примесей в металле и короче время нагрева, тем выше температура рекристаллизации.

При достижении температуры рекристаллизации деформированный металл вследствие образования новых кристаллов теряет свои прочностные свойства и восстанавливает пластичность. Для алюминия температура

рекристаллизации составляет около 120 °С. Эта температура относится к сильнодеформированному чистому алюминию. Однако при длительных нагревах рекристаллизация может наступить и при более низких температурах.

Рассматривая влияние повышенных температур на изменение свойств проводникового алюминия, следует принимать во внимание токовые нагревы, так как при эксплуатации наблюдаются потеря прочности алюминиевых проводов, вызванная токовыми нагревами.

### **1.3 Сплавы системы Al-Fe-Si**

Подробное описание тройной диаграммы состояния Al-Fe-Si можно найти в [3]. Можно ожидать образования таких равновесных интерметаллидов, как  $Al_{13}Fe_4$  ( $\Theta$ -fase), фаза  $Al_3Fe$ ,  $\alpha$ -AlFeSi и  $\beta$ -AlFeSi с помощью перитектических ( $\Theta$  и  $\alpha$ -AlFeSi) или эвтектических ( $\beta$ -AlFeSi) реакций в алюминиевом углу Al-Fe-Si. Известно, что игольчатые частицы  $Al_3Fe$  резко снижают технологическую пластичность алюминиевых сплавов. Si добавляется для предотвращения образования частиц  $Al_3Fe$  и обеспечения осаждения фаз  $\alpha$ -AlFeSi ( $Al_8Fe_2Si$ ) и  $\beta$ -AlFeSi ( $Al_5FeSi$ ) в эти сплавы. Однако в литературе имеется очень ограниченная информация об эффективности влияния Si и Fe на структуру и свойства в этих сплавах.  $\beta$ -AlFeSi является наиболее вредной фазой, уменьшающей механические свойства сплавов Al.

Существует три основных типа интерметаллидов  $\beta$ -AlFeSi с орторомбическими, тетрагональными и моноклинными кристаллическими структурами.

### **1.4 Проводниковые алюминиевые сплавы**

В большинстве случаев в электротехнике использование алюминия в качестве проводника затруднено, а часто и просто невозможно из-за его низкой механической прочности. Упрочненный холодной деформацией проводниковый Al теряет свою прочность при температурах около 100 °С.

Повышение механической прочности Al возможно за счет введения легирующих добавок, т.е. создания сплавов. В таком случае механическая прочность возрастает, вызывая заметное снижение электропроводности. Поэтому при создании проводниковых сплавов необходимо выполнение следующих требований:

1. Выбирать такие легирующие элементы, которые наряду с увеличением прочностных свойств, мало снижали бы электропроводность алюминия.
2. Легирующие добавки должны повышать температуру рекристаллизации Al и его устойчивость от воздействия температур.
3. Введение легирующих добавок должно быть направлено на улучшение его технологических свойств: способности к сварке, пайке и др.

Для удовлетворения этих свойств электротехнической промышленности необходим целый ряд сплавов с различным сочетанием свойств прочности, пластичности и электропроводности. В этом отношении важное значение имеет сумма легирующих добавок.

Основным фактором в упрочнении твердого раствора Al считается степень и характер искажения его кристаллической решетки. Степень искажения кристаллической решетки зависит от разницы атомных диаметров алюминия и легирующего элемента, т.е., чем больше отличается атомный диаметр элемента, тем сильнее он искажает кристаллическую решетку Al. При введении в алюминий Mg и Zr (имеющих большой атомный диаметр) параметр решетки твердого раствора увеличивается. Обратная картина наблюдается при введении таких легирующих элементов как Zn, Cu, Si. Упрочнение твердого раствора на основе Al зависит также от предела растворимости легирующего элемента: чем больше предел растворимости, тем интенсивнее упрочнение.

М. Захарова и Т. Лисовская, исследуя влияние различных легирующих элементов на электропроводность и прочность Al, показали, что наибольший рост твердости отмечается при введении малорастворимых легирующих элементов: Fe, Zr, Mn, Cr, Ti, Ca и Mg. Эти элементы существенно отличаются по атомным диаметрам от Al. Так как электропроводность является основным параметром проводникового материала, то легирующие элементы следует выбирать с учетом их влияния на изменения электропроводности [4].

На рис. 1.1 приведены измерения электропроводности Al по данным этих авторов. Все легирующие элементы (для алюминия) они разбили условно на 3 группы: сильно снижающие электропроводность (Cr, Li, Mn, Be, Zr, Ti), мало снижающие электропроводность (Si, Zn, Cu, Sn, Ca, Fe, Ag, Bi, Ni, Ce, Sb, Mo) и элементы занимающие промежуточное положение (Mg и W).

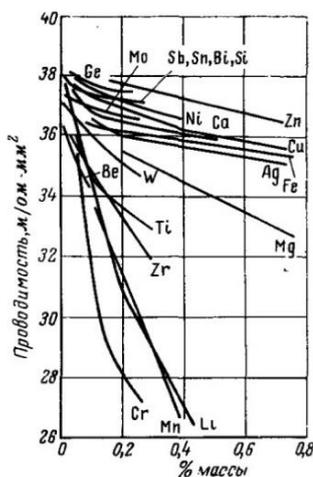


Рис. 1.1 Влияние различных легирующих добавок на изменение электропроводности проводникового Al

Вводимые в качестве упрочнителей легирующие элементы повышают устойчивость Al к нагревам, другими словами, повышают температуру рекристаллизации. В таблице 1.2 приведены данные температуры рекристаллизации Al в зависимости от введения некоторых легирующих

элементов. Максимальная температура рекристаллизации отмечена у Al с добавками Zr.

Таблица 1.2

Влияние легирующих добавок на повышение температуры рекристаллизации Al марки А99

| Легирующая добавка, % по массе | Рекристаллизации, °С | Легирующая добавка, % по массе | Рекристаллизации, °С |
|--------------------------------|----------------------|--------------------------------|----------------------|
| 0,4 Fe                         | 240                  | 0,5 Ca                         | 205                  |
| 1,0 Fe                         | 240                  | 0,1 Ca                         | 190                  |
| 0,4 Cu                         | 205                  | 0,1 Ti                         | 240                  |
| 0,1 Zr                         | 315                  | 0,3 Ti                         | 290                  |
| 0,2 Mg                         | 220                  | 0,2 Ag                         | 185                  |
| 0.02 Be                        | 210                  | 0,8 Ag                         | 205                  |
| 0,3 Ni                         | 180                  | 0,1 Mn                         | 260                  |
| 0,15 Mo                        | 230                  | А99                            | 185                  |

### 1.5 Система легирования Al-Zr

Исходя из анализа научно-технической литературы, в настоящее время для изготовления неизолированных силовых проводов ЛЭП на отечественных заводах, преимущественно используют алюминиевую катанку из сплавов технически чистого алюминия марок А5Е и А7Е диаметром 9-19 мм. В соответствии с ГОСТ 13843-78 катанка АКЛП, производимая на литейно-прокатных агрегатах (ЛПА), имеет сравнительно низкую прочность и удельное электросопротивление, равное  $0,0282 \text{ Ом} \times \text{мм}^2/\text{м}$ , что в 1,62 раза больше электросопротивления Cu [5]. При этом максимально возможная рабочая температура такой катанки не превышает 100 °С. Недостаток электропроводности, по сравнению с медными проводами, можно

компенсировать увеличением токопроводящей жилы, однако такой прочности и термостойкости недостаточно, чтобы обеспечить надежную работу линий, исключая обрывы. В связи с этим современные исследования направлены на поиск способов упрочнения и повышения термической устойчивости алюминиевой катанки.

Для решения данной проблемы наиболее перспективным является создание провода, выполненного из низколегированного алюминиевого сплава с добавкой циркония. Небольшие добавки Zr до 0,4% резко повышают прочность и температуру рекристаллизации (более чем на 100 °С) и мало снижает электропроводность алюминиевого сплава [6].

Равновесная двойная диаграмма состояния Al-Zr в области богатой алюминием представлена на рис. 1.2 Данная система является диаграммой перитектического типа [7, 8, 9]. Цирконий характеризуется малой растворимостью в алюминиевом твердом растворе, предельная растворимость циркония в алюминии при перитектической температуре (температура перитектической горизонтали равна 660,5 °С) составляет 0,25% и при понижении температуры резко снижается до 0,05-0,06%. Цирконий резко повышает температуру ликвидуса сплавов на основе алюминия

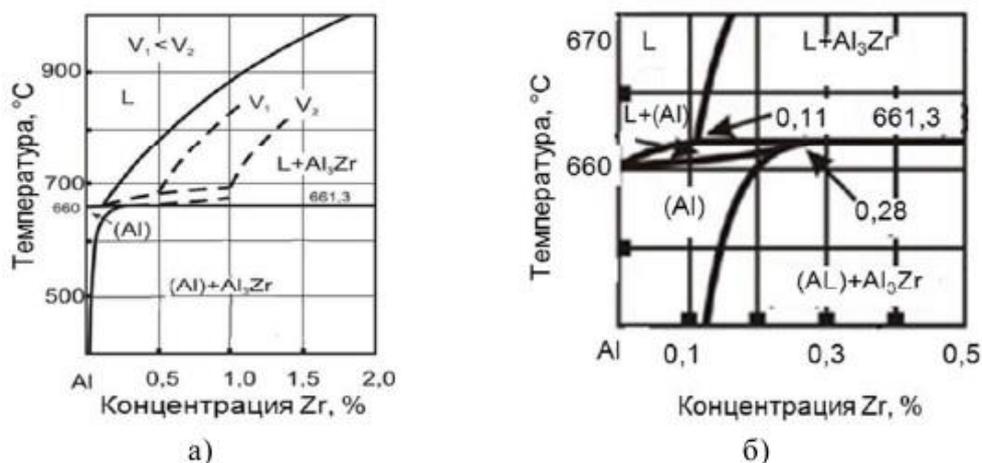


Рис. 1.2 Диаграмма состояния Al-Zr: а) в области до 2% Zr, б) в области до 0,5% Zr

В равновесии с алюминием состоянием находится двойная фаза  $\text{Al}_3\text{Zr}$  (53% Zr). Первичные кристаллы фазы  $\text{Al}_3\text{Zr}$  имеют форму игл на фоне алюминиевого твердого раствора. Соединение  $\text{Al}_3\text{Zr}$  имеет температуру плавления равную  $1577\text{ }^\circ\text{C}$ , тетрагональную кубическую решетку с параметрами ( $a = 0,4014\text{ нм}$ ,  $c = 1,734\text{ нм}$ ). При быстрой кристаллизации сплавов на базе системы Al-Zr происходит концентрационное расширение области алюминиевого твердого раствора, которое позволяет получить структуру без первичных циркониевых кристаллов [10], т.е. с повышением скорости охлаждения расширяется концентрационная область. Затвердевание в этой концентрационной области идет по принципу твердых растворов, при этом наблюдается переход области первичной кристаллизации фазы  $\text{Al}_3\text{Zr}$  непосредственно в область кристаллизации алюминиевого твердого раствора.

$\text{Al}_3\text{Zr}$  может существовать в трех основных формах: в первичной форме, стабильной тетрагональной ( $D0_{23}$ ) модификации и метастабильной кубической ( $L1_2$ ) модификации.

Метастабильная фаза  $\text{Al}_3\text{Zr}$  ( $L1_2$ ) с кубической кристаллической решеткой имеет ту же структуру, что и матрица Al, данная модификация образуется при отжиге из пересыщенного алюминиевого твердого раствора, и полностью когерентна с алюминиевым твердым раствором. Когерентность метастабильных частиц  $\text{Al}_3\text{Zr}$  с алюминиевой матрицей приводит к лучшей термической стабильности и заметному эффекту упрочнения после ТО [11]. Эффективность частиц  $\text{Al}_3\text{Zr}$  сильно зависит от их размера, распределения и расстояние между ними. Сначала эта фаза выделяется в виде округлых частиц, а затем в форме стерженьков с веерным распределением. Структура  $L1_2$  метастабильных частиц  $\text{Al}_3\text{Zr}$  превращается в сложную тетрагональную стабильную форму  $D0_{23}$  после отжига при температурах выше  $500\text{ }^\circ\text{C}$  [12, 13]. Стабильные интерметаллиды  $\text{Al}_3\text{Zr}$  являются полукogerентными с матрицей Al. Рост метастабильных частиц  $\text{Al}_3\text{Zr}$  сопровождается потерей их когерентности, что снижает эффект упрочнения.

Длительные нагревы проволоки из сплава алюминия с цирконием при 150 °С практически не приводят к снижению его прочности. Максимально допустимой температурой для Al-Zr сплава является температура 250 °С. Повышение температуры рекристаллизации Al, легированного Zr, как следует из работы [14], обусловлено тем, что процесс рекристаллизации Al значительно замедляется в результате выпадения мелкодисперсного интерметаллида  $Al_3Zr$ .

### **1.6 Актуальность и значимость исследования**

В настоящее время в электротехнике остро стоит проблема, связанная с ограниченной пропускной способностью линий электропередач, что определяет повышенный интерес к термически стабильным алюминиевым сплавам. Эти сплавы должны сочетать высокую электропроводность и достаточную прочность, сохраняющуюся после нагревов.

Традиционные провода, сделанные из технического алюминия марки А5Е и А7Е не удовлетворяют данным требованиям, поскольку они сильно разупрочняются даже после кратковременных нагревов до 100 °С. Для решения данной проблемы наиболее перспективным является создание проводов, изготовленных из низколегированного алюминиевого сплава с добавкой циркония. Так как данный элемент значительно повышает термостойкость алюминия, другими словами повышает температуру рекристаллизации.

Среди зарубежных компаний, занимающихся разработкой термостойких проводов, следует выделить следующие: 3М (США), J-Power Systems (Япония) и др. В этих проводах используется проволока именно из Al-Zr сплавов. Поскольку в России таких сплавов в настоящее время практически нет, то отсутствие отечественных аналогов позволяет диктовать зарубежным производителям высокие цены на данную продукцию, которые в 4-5 раз выше ее действительной стоимости.

Таким образом, в России остро стоит задача подготовки научной базы для создания сравнительно дешевой термостойкой кабельной продукции, включая технологию её получения.

### **1.7 Постановка задач исследования**

Данный сплав имеет низкие механические и электрические свойства в литом состоянии, поэтому верно подобранная термическая обработка позволяет повысить прочность и электропроводность до требуемых значений. Так как основное применение этих сплавов находят в электротехнической промышленности, термическая обработка заключается в гомогенизационном отжиге.

В связи с этим целью данной работы является:

Оценить возможность повышения механических и электрических свойств алюминиевых сплавов системы Al-Zr за счет термической обработки, установить влияние Si на структуру и свойства алюминиевых сплавов и определить оптимальный состав сплава и температуру отжига.

Для достижения данной цели решались следующие задачи:

1. Изучить структуру, механические и электрические свойства литых Al-Zr сплавов.
2. Изучить влияние отжига на изменение структуры, механических и электрических свойств Al-Zr сплавов.
3. Изучить влияние отжига с использованием ступенчатых режимов на изменение структуры, механических и электрических свойств Al-Zr сплавов.
4. Оценить полученные результаты, и на их основании выявить состав сплава и режим термической обработки, обеспечивающей оптимальное сочетание механических и электрических свойств.

## Глава 2 Описание материала и методик исследования

### 2.1 Описание материала исследования

#### 2.1.1 Характеристика материала

В качестве объекта исследования выступали четыре сплава системы Al-1%Fe-Si-0,3%Zr с содержанием Si от 0 до 1 масс. %. Выплавка сплавов производилась в электрической печи LAC 90/13 PT (LAC, s.r.o., Rajhrad, Czech Republic) в графито-шамотных тиглях для достижения оптимальной скорости кристаллизации во избежание образования грубых первичных кристаллов фазы  $Al_3Zr$ . Результаты химического анализа, проведенного на рентгено-флуоресцентный спектрометр ARL OPTIM'X, приведены в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Химический состав экспериментальных сплавов

| Сплав                 | Содержание элемента, % масс |       |        |       |        |        |       |        |
|-----------------------|-----------------------------|-------|--------|-------|--------|--------|-------|--------|
|                       | Fe                          | Si    | Ti     | Mn    | Cu     | Mg     | Zr    | Al     |
| Al-1%Fe-0.3%Zr        | 0,962                       | 0,065 | 0,0055 | 0,007 | 0,006  | 0,0823 | 0,250 | Основа |
| Al-1%Fe-0.25%Si-.3%Zr | 0,986                       | 0,335 | 0,0107 | 0,008 | 0,0081 | 0,0822 | 0,250 |        |
| Al-1%Fe-0.5%Si-0.3%Zr | 0,977                       | 0,650 | 0,0061 | 0,011 | 0,0111 | 0,0672 | 0,250 |        |
| Al-1%Fe-1%Si-0.3%Zr   | 0,946                       | 1,17  | 0,0107 | 0,016 | 0,0157 | 0,0819 | 0,250 |        |

#### 2.2 Методика термической обработки

Полученные экспериментальные образцы подвергались одноступенчатому отжигу и отжигу по многоступенчатому режиму (таблица 2.2) в интервале температур от 200 °C до 600 °C с шагом 50 °C в электрической печи LT 5/12/B180 Naberthern и выдержкой 3 часа и последующем охлаждении на воздухе.

Многоступенчатые режимы отжига сплавов Al-Fe-Si-Zr.

| Обозначение  | S200  | S250           | S300           | S350           | S400           | S450           | S500           | S550            | S600            |
|--------------|-------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|----------------|-----------------|-----------------|
| Режим отжига | 200°C | S200+<br>250°C | S250+<br>300°C | S300+<br>350°C | S350+<br>400°C | S400+<br>450°C | S450+<br>500°C | S500+<br>550 °C | S550+<br>600 °C |

На каждой ступени термообработки фиксировались изменения величин твердости и электропроводности.

После предварительной маркировки образцы Al-1%Fe-0,3%Zr помещались в предварительно нагретую до необходимой температуры печь с помощью специального захвата и с использованием защитных перчаток и маски. Время нагрева выбиралось в соответствии с размером образца. По истечении необходимого времени изъятие образцов из печи осуществлялось быстро с соблюдением мер безопасности и с последующим охлаждением на воздухе.

Данным методом был проведен отжиг 136 образцов (по 2 образца на каждый сплав).

## 2.3 Методика микроструктурных исследований

### 2.3.1 Растровая электронная микроскопия

Качественный и количественный анализ микроструктуры методами растровой электронной микроскопии проводили на растровых электронных микроскопах FEI Quanta 200 3D и FEI Quanta 600, оснащенные системами анализа структуры. Подготовку образцов для растровой электронной микроскопии проводили следующим образом. Образцы шлифовали на шлифовально-полировальной установке Struers LaboPol-5 с использованием абразивных бумаг, с постепенным уменьшением зернистости до P1000, затем полировали на хлопчатобумажном сукне MD-MoI с применением алмазных суспензий с размером частиц 6 и 3 мкм. После этого поверхность полировали

на бархатном сукне MD-Nap с применением водной эмульсии OP-S с размером частиц 0,04 мкм.

### **2.3.2 Просвечивающая электронная микроскопия**

Подготовку образцов для анализа тонкой структуры осуществляли методами просвечивающей электронной микроскопии следующим образом. Из исследуемого образца вырезали пластину толщиной 0,3 мкм. Затем на шлифовально-полировальной установке Struers LaboPol-5 с использованием абразивной бумаги P1000 толщина пластины уменьшалась до 0,1 мм и из нее вырезали фольгу диаметром 3 мм. Поверхность фольги полировали с двух сторон электролитическим методом на установке Struers TenuPol-5 в растворе 25% HNO<sub>3</sub> + 75% CH<sub>3</sub>OH при температуре -32 °С до получения маленького отверстия.

Для качественного и количественного анализ тонкой структуры использовали просвечивающий электронный микроскоп JEOL JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ

## **2.4 Методика механических испытаний**

### **2.4.1 Испытания на растяжение**

Для оценки механических свойств алюминиевых сплавов проводили статические испытания на растяжение пропорциональных плоских образцов на универсальной машине Instron 5882 при температуре 20°С и скорости деформирования 2 мм/мин.

Из заготовки вырезались плоские образцы с размерами рабочей части 1,5×3×16 мм (рис. 2.1).

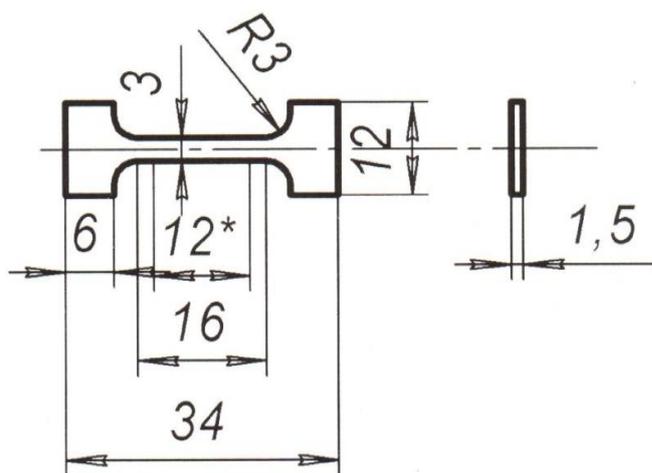


Рис. 2.1 Чертеж образца для механических испытаний на растяжение

По результатам испытания образцов при комнатной температуре оценивали предел текучести ( $\sigma_{0.2}$ ), предел прочности ( $\sigma_B$ ) и относительное удлинение ( $\delta$ ) по методикам, описанным в ГОСТ 1497-84 [15].

Вырезку образцов проводили на станке электроэрозионной резки с толщиной режущей медной проволоки 0,2 мм. При изготовлении образцов принимали меры, исключая возможность изменения свойств, алюминиевых сплавов при нагреве или наклепе, возникающие в результате механической обработки. Глубина резания при последнем проходе не превышала 0,3 мм. Заусенцы на гранях плоских образцов удалялись механическим способом без повреждения поверхности образца, путем зачистки на шлифовальном круге. Значение параметров шероховатости обработанных поверхностей  $R_z$  образцов не превышало 20 мкм – для боковых поверхностей в рабочей части плоского образца. Испытания проводили на двух образцах. Применяли пропорциональные плоские образцы толщиной в рабочей части 1,5 мм с начальной расчетной длиной  $l_0$ .

$$l_0 = 5,65 \sqrt{F_0} \quad (2.1)$$

где  $F_0$  – начальная площадь поперечного сечения рабочей части образца.

Отношение между шириной и толщиной плоских образцов не превышало 8:1. Способ крепления предупреждал проскальзывание образцов в захватах, смятие опорных поверхностей, деформацию головок и разрушение образца в местах перехода от рабочей части к головкам и в головках. Предельные отклонения по толщине плоских образцов не более 0,1 мм. Рабочая длина образцов  $L$  составляла:

$$L = l_0 + 2\sqrt{F_0} \quad (2.2)$$

Механические испытания проводили на универсальной машине Instron 5882 с автоматической регистрацией значений деформирующей нагрузки и удлинения образца. Запись данных осуществлялась на персональный компьютер с помощью специального программного обеспечения, разработанного фирмой Instron.

#### **2.4.2. Измерение микротвердости по Виккерсу**

Для измерения микротвердости по Виккерсу поверхность алюминиевых образцов была специально подвергнута механической обработке. В результате механической обработки на образцах были получены плоскопараллельные зеркальные поверхности без царапин.

Метод измерения микротвердости по Виккерсу заключается во внедрении алмазной четырехгранной пирамидки с углом при вершине  $136^\circ$  (индентора) в исследуемый образец, перпендикулярно его поверхности и измерении сопротивления образца деформации. В ходе испытания подбирается нагрузка и время внедрения индентора .

Измерение микротвердости производилось на цифровом микротвердомере Wolpert Group Micro Vickers Hardness Tester digital auto turret (model 402 MVD) согласно ГОСТ 2999-75 [16].

Плоскопараллельный образец помещается на столик, затем выбирается место для внедрения индентора, причем чистота выбранной поверхности от видимых дефектов играет большую роль в точности определения численных

значений твердости. Затем наносится отпечаток с заданной величиной нагрузки 1Н (HV 0,1) и временем выдержки 10 сек. Диагонали полученного отпечатка измеряются и усредняются, и на их основе подсчитываются значения твердости HV (МПа). Количество отпечатков на одном образце должно быть не менее десяти, для того чтобы в результате последующей статистической обработки полученные результаты были наиболее близки к истинным, с уменьшением погрешности доверительного интервала.

## **2. 5 Техника безопасности**

Во всех лабораториях имеется лабораторное оборудование, которое может представлять потенциальную опасность для жизни и здоровья людей, работающих на нем. Для того, чтобы минимизировать вероятность получения различных травм и повреждений, нужно соблюдать определенные правила при работе с оборудованием, с химическими веществами и электроприборами.

К опасностям, которое предоставляет оборудования относятся: высокая температура (горячая поверхность, которая может вызвать ожоги и быть источником воспламенения), сосуды под давлением (вакуумные камеры и др.) экстремальные холодные температуры, электрические элементы, ультрафиолетовое и инфракрасное излучение, высокий уровень шума и различные вращающиеся части оборудования. При работе с этими устройствами необходимо соблюдать некоторые общие меры предосторожности. Рассмотрим следующее:

Лабораторное оборудование должно проходить регулярное техническое обслуживание, чтобы обеспечить работу оборудования в соответствии с его конструкцией и безопасностью. Исследователи должны регулярно чистить и поддерживать оборудование в соответствии с рекомендациями производителей.

Любое поврежденное или изношенное оборудование должно быть помечено или заблокировано от дальнейшего использования до тех пор, пока

не будет произведен соответствующий ремонт данного оборудования. Опасность для здоровья в этом случае может представлять какой-либо открытый нагревательный элемент, изношенные или поврежденные электрические шнуры, поврежденное или отсутствующее уплотнение на двери или треснувшее стекло.

Все сотрудники, которые работают на оборудовании должны быть обучены работе с каждым оборудованием в лаборатории.

Перед началом работы в лаборатории необходимо знать, где хранятся средства индивидуальной защиты, средства для пожаротушения (огнетушитель и пр.), знать расположение аварийных выходов и следить, чтобы доступ к ним был свободен от посторонних предметов. Работа с химическими веществами должна осуществляться в специальной защитной одежде, запрещается пробовать на вкус химические вещества. Нюхать их следует осторожно, направляя к себе газ или пар движениями рук. После опытов химическую посуду следует незамедлительно промыть и высушить.

Химические вытяжные шкафы являются одним из важнейших элементов оборудования, используемого для защиты работников лаборатории. Стандартный вытяжной шкаф - это химический и огнестойкий корпус с подвижным окном (створкой) спереди, чтобы исследователь мог получить доступ к внутренней его части. Химические вытяжные шкафы захватывают и вытесняют химические выбросы, которые выделяют химические вещества в процессе реакций.

Хранение большого количества химических бутылок, реагентов или других предметов должно быть в сухом и защищённом от внешних повреждений месте.

Легковоспламеняющиеся жидкости в количествах, должны храниться в емкостях для хранения легковоспламеняющихся жидкостей или в защитных банках. Шкафы, как правило, изготовлены из листовой стали с двухстенной конструкцией или фанеры из фанеры толщиной 1 дюйм. Такие шкафы должны быть отмечены заметными надписями.

Исследовательское лабораторное оборудование требует особого внимания, поскольку оно в большинстве случаев представляет из себя сложный и многофункциональный аппарат, который может работать одновременно под высоким напряжением, различном температурном интервале, а также различными силовыми нагрузками.

Поэтому при работе с таким оборудованием следует придерживаться следующих правил:

1. Перед началом работы следует ознакомиться с руководством по эксплуатации или руководством пользования оборудованием. Оно обязательно будет содержать сведения об опасностях и мерах предосторожности, которые необходимо знать во время работы на данном оборудовании.
2. Руководства по эксплуатации оборудования должны быть расположены в легкодоступном месте в лаборатории.
3. Новые сотрудники или работники должны использовать оборудование под руководством старших научных сотрудников.
4. Не должно производиться каких-либо самовольных ремонтов или обслуживания такого оборудования, о каких-либо неисправностях необходимо незамедлительно сообщать ответственным за данное оборудование инженерам или научным сотрудником.
5. По завершению работы оборудование нужно в обязательном порядке обесточить (если это необходимо по правилам эксплуатации оборудования), проверить визуально на наличие каких-либо повреждений, и произвести соответствующую запись в журнале.

В случае возникновения пожара нужно обесточить оборудование, убрать все огнеопасные вещества от места возгорания и перекрыть активный доступ кислорода в помещение. Пламя следует тушить огнетушителем или песком. В случае большой площади возгорания следует включить противопожарную тревогу и незамедлительно вызвать пожарных.

## Глава 3 Результаты исследований и их обсуждение

### 3.1 Структура и свойства исходных сплавов Al-1%Fe-Si-0.3%Zr

Типичная микроструктура исходных сплавов Al-1%Fe-Si-0,3%Zr с различным содержанием Si в диапазоне от 0 до 1% изображена на рис. 4. Эвтектика, включающая пересыщенную алюминиевую матрицу (Al) и  $Al_6Fe$ -фазы наблюдалась вдоль границ дендритных ячеек в сплаве без Si (а), тогда как эвтектика (Al) +  $Al_8Fe_2Si$  в исследованных алюминиевых сплавах с 0,5-1 % Si (рис. 3.1 в, г) была связана с увеличением содержания Si. В сплаве с 1% Si помимо эвтектики  $Al_8Fe_2Si$ , наблюдаются включения, обогащенные Si. Они уменьшают электропроводность в алюминиевых сплавах.

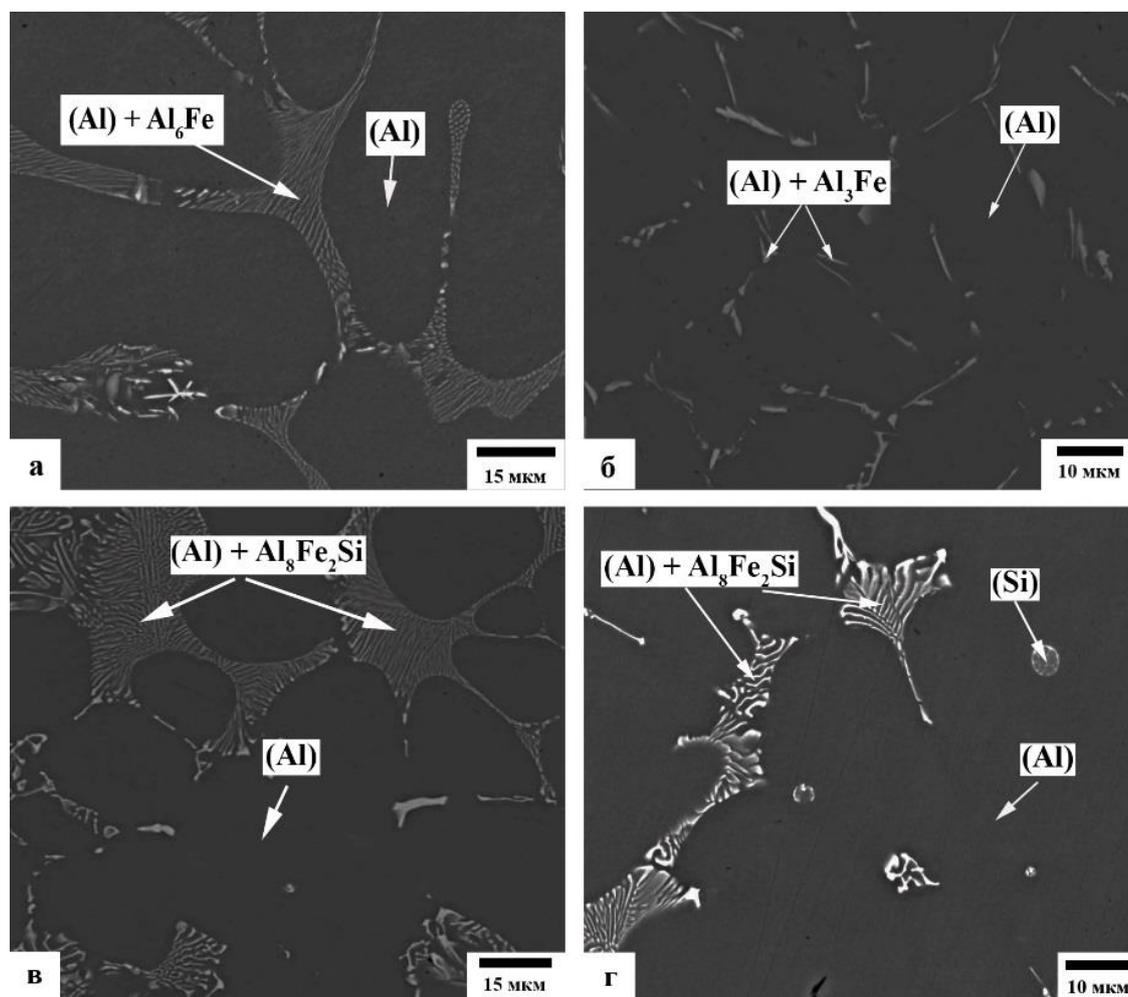


Рис. 3.1 Микроструктура исходных сплавов с различным содержанием Si: (а) Al-1% Fe-0,3% Zr; (б) Al-1% Fe-0,25% Si-0,3% Zr; (в) Al-1% Fe-0,5% Si-0,3% Zr; (г) Al-1% Fe-1% Si-0,3% Zr

В сплаве Al-1%Fe-0,25%Si-0,3%Zr (рис. 4 б) наблюдается вредная иглообразная  $Al_3Fe$ -фаза, которая значительно снижает технологическую пластичность и прочность сплавов [17]. Увеличение содержания Si приводит к уменьшению  $Al_3Fe$ , и увеличению содержания предпочтительной фазы  $Al_8Fe_2Si$  (30%-33% железа, 6%-12% Si).

Во всех сплавах наблюдается отсутствие первичных частиц  $Al_3Zr$ , что говорит о полном растворении Zr в алюминиевой матрице.

### 3.1.1 Электропроводность и результаты механических испытаний исходных Al-Zr сплавов

Кривые растяжения исходных Al-1%Fe-Si-0.3%Zr сплавов с разным содержанием Si представлены на рис. 3.2.

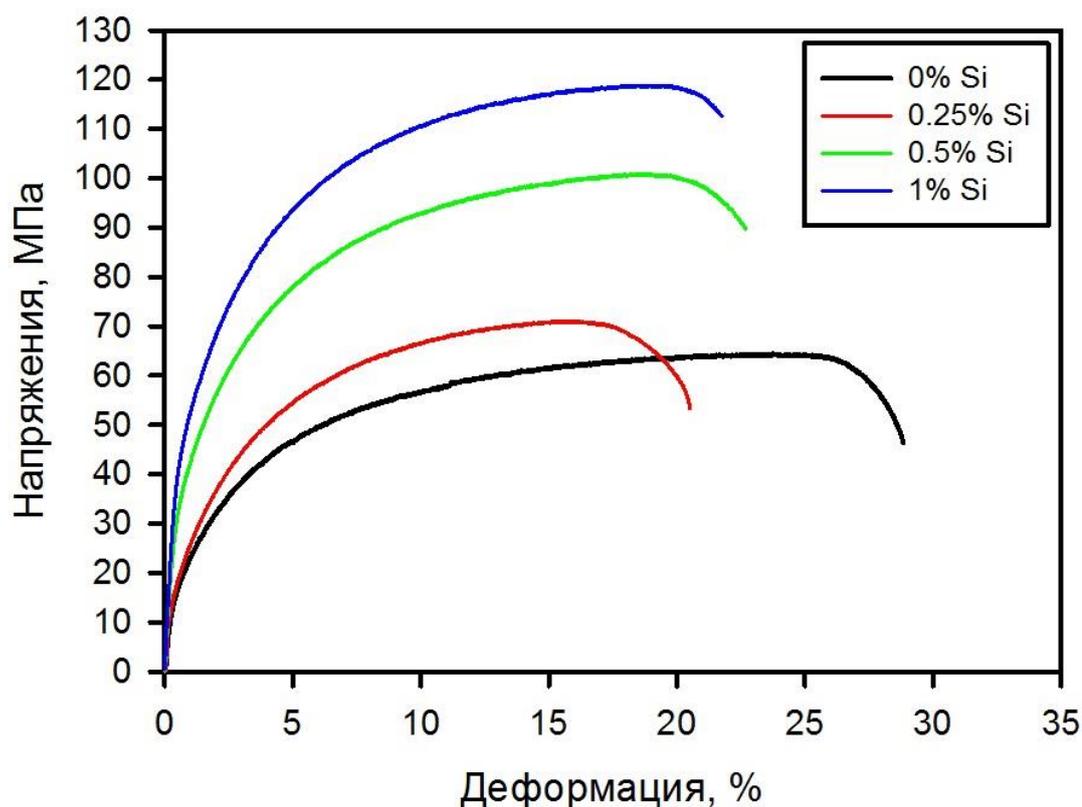


Рис. 3.2 Кривые растяжения исходных Al-1%Fe-Si-0.3%Zr сплавов

Из кривых напряжения-деформация виден рост предела прочности и предела текучести с увеличением содержания Si в данных сплавах. Предел

прочности увеличился с 64 МПа до 120 МПа, предел текучести с 18 МПа до 44 МПа. Относительное удлинение для сплава без Si равно 29%, увеличение содержание Si привело к снижению пластичности на 7-9%.

На рис. 3.3 приведена зависимость электропроводности и твердости от содержания Si в исследованных сплавах.

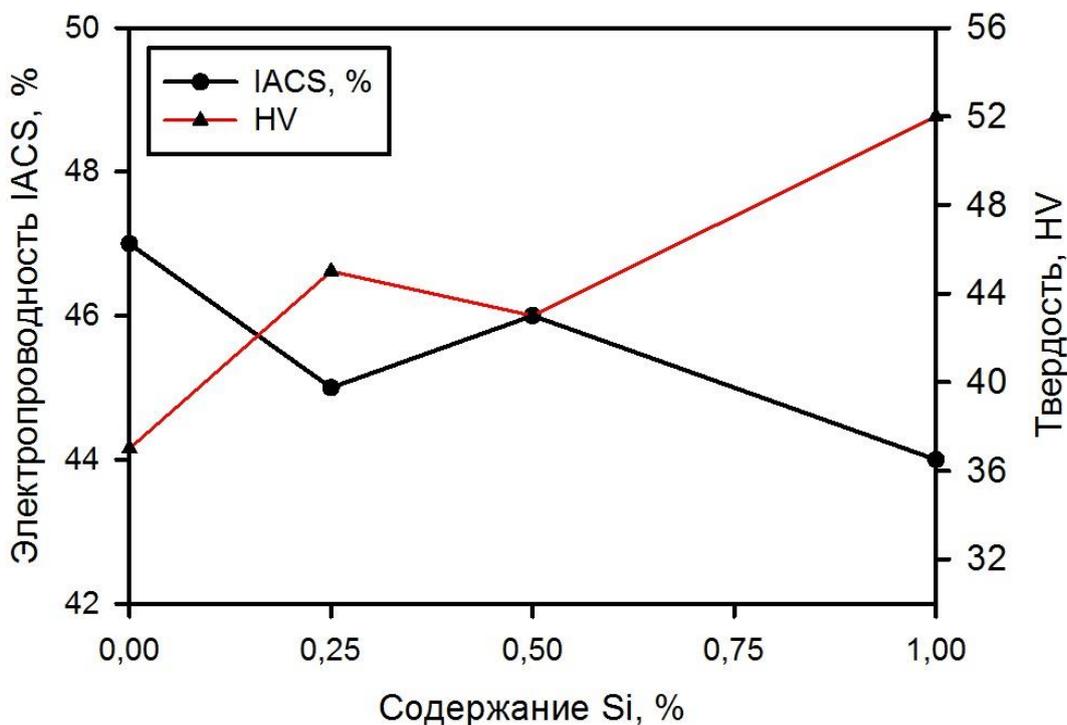


Рис. 3.3 Зависимость твердости и электропроводности от содержания Si

Из графика видно, что увеличение содержание Si привело к снижению электропроводности с 47% IACS до 44% IACS в исследованных алюминиевых сплавах. Связано это с тем, что увеличение содержание Si приводит к увеличению его содержания в твердом растворе, что в свою очередь вызывает искажение кристаллической, а также появлению точечных дефектов, которые являются препятствием для движения электронов, что приводит к большему рассеиванию их в матрице, а, следовательно, уменьшению электропроводности. Повышение содержание Si в твердом растворе приводит к увеличению твердости с 37 HV до 52 HV в исследованных сплава, за счет твердорастворного упрочнения.

### 3.2 Структура и свойства Al-1%Fe-Si-0.3%Zr сплавов после отжига

На рис. 3.4 представлена микроструктура исследованных сплавов после одноступенчатого отжига при температуре 500 °С, 400 °С, 450 °С и 400 °С для сплавов с содержанием Si 0%, 0.25%, 0,5 и 1% соответственно. После данных температур отжига, эти сплавы показывают максимальные прочностные характеристики, полученные в ходе механических испытаний на растяжения.

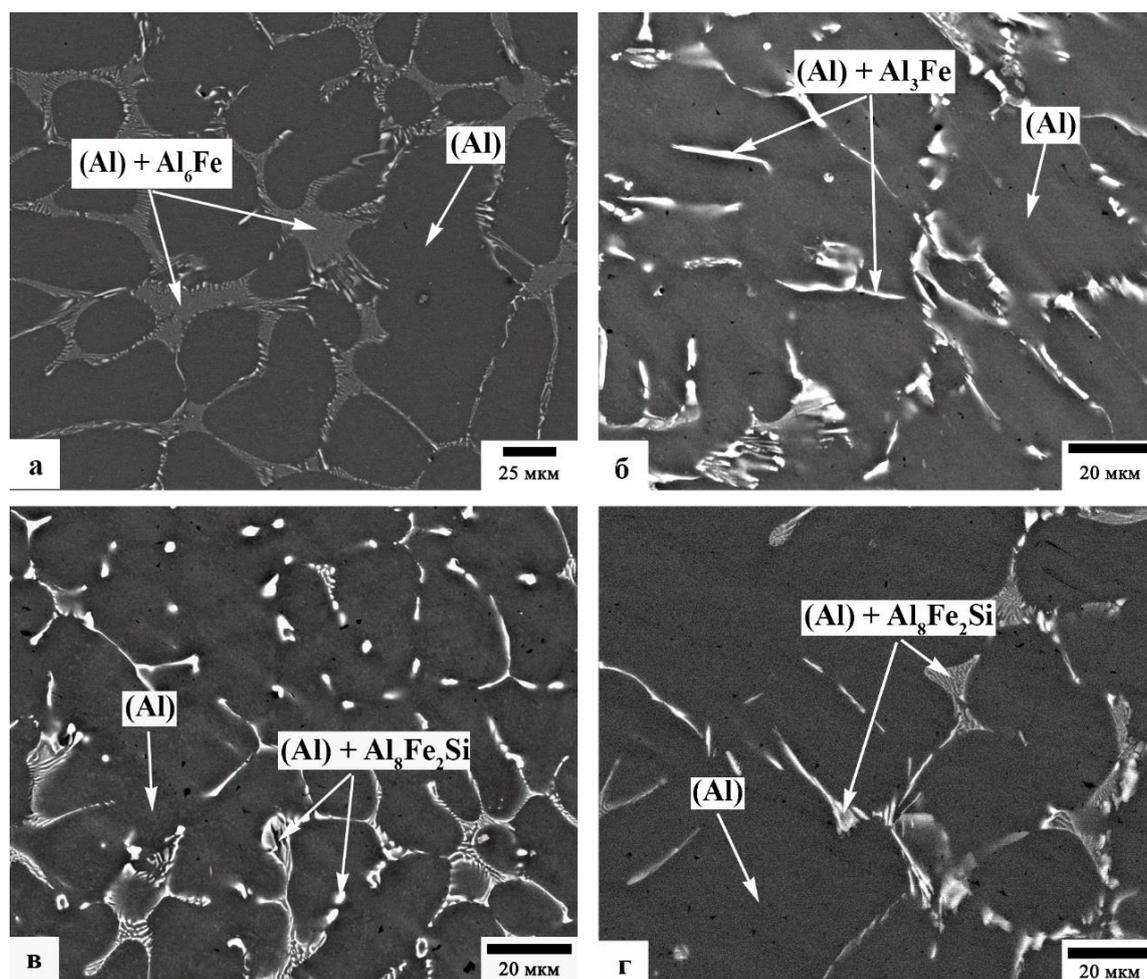


Рис. 3.4 Микроструктура отожженных сплавов с различным содержанием Si: (а) Al-1% Fe-0,3% Zr отжиг 500 °С; (б) Al-1% Fe-0,25% Si-0,3% Zr отжиг 400 °С; (в) Al-1% Fe-0,5% Si-3% Zr отжиг 450 °С; (г) Al-1% Fe-1% Si-0,3% Zr отжиг 400 °С

По фотографиям, полученным с помощью растровой электронной микроскопии, можно сказать, что микроструктура отожженных сплавов практически не отличается от исходной микроструктуры. Элементный анализ

показал отсутствие Si включений в сплаве с содержанием Si-1% (рис. 3.4 г) по сравнению с исходной структурой. В сплаве с содержанием Si-0.25% после отжига 450 °С, наблюдается увеличение объёмной доли Al<sub>3</sub>Fe-фазы на 7%.

### 3.2.1 Электропроводность и результаты механических испытаний, отожженных Al-Zr сплавов

Результаты механических испытаний, алюминиевых сплавов без Si, после отжигов показаны в таблице 3.1.

Таблица 3.1

Механические свойства сплава Al-1%Fe-0.3%Zr

| Температура отжига, °С | $\sigma_b$ , МПа | $\sigma_{0.2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|------------------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое                  | 64               | 18                   | 29,0         |
| 200                    | 62               | 19                   | 24,5         |
| 250                    | 74               | 26                   | 26,0         |
| 300                    | 83               | 27                   | 24,5         |
| 350                    | 71               | 21                   | 21,0         |
| 400                    | 66               | 20                   | 27,0         |
| 450                    | 78               | 25                   | 25,0         |
| 500                    | 83               | 33                   | 27,0         |
| 550                    | 82               | 30                   | 30,0         |
| 600                    | 80               | 31                   | 31,0         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 64 МПа до 83 МПа, предела текучести с 18 МПа до 33 МПа. Пиковые показатели наблюдаются после отжига 500 °С, дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к снижению прочностных свойств.

Результаты механических испытаний, алюминиевых сплавов с содержанием Si-0.25%, показаны в таблице 3.2.

Таблица 3.2

Механические свойства сплава Al-1%Fe-0.25%Si-0.3%Zr

| Температура отжига, °С | $\sigma_B$ , МПа | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|------------------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое                  | 75               | 22                   | 20,0         |
| 200                    | 75               | 21                   | 23,5         |
| 250                    | 85               | 27                   | 21,5         |
| 300                    | 90               | 35                   | 20,5         |
| 350                    | 95               | 42                   | 18,0         |
| 400                    | 115              | 58                   | 18,5         |
| 450                    | 110              | 55                   | 17,5         |
| 500                    | 105              | 47                   | 16,5         |
| 550                    | 85               | 28                   | 22,5         |
| 600                    | 85               | 25                   | 27,0         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 75 МПа до 115 МПа, предела текучести с 22 МПа до 58 МПа. Пиковые показатели наблюдаются после отжига 400 °С.

Результаты механических испытаний, алюминиевых сплавов с содержанием Si-0.5%, после отжигов показаны в таблице 3.3.

Таблица 3.3

Механические свойства сплава Al-1%Fe-0.5%Si-0.3%Zr

| Температура отжига, °С | $\sigma_B$ , МПа | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|------------------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое                  | 105              | 38                   | 22,5         |
| 200                    | 100              | 34                   | 25,0         |
| 250                    | 90               | 26                   | 21,5         |
| 300                    | 100              | 44                   | 17,0         |
| 350                    | 110              | 52                   | 18,0         |
| 400                    | 120              | 55                   | 18,0         |
| 450                    | 120              | 47                   | 17,5         |
| 500                    | 105              | 45                   | 21,0         |
| 550                    | 85               | 23                   | 24,5         |
| 600                    | 95               | 27                   | 25,0         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 105 МПа до 120 МПа, предела текучести с 38 МПа до 55 МПа.

Пиковые показатели наблюдаются после отжига 400 °С, дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к снижению прочностных свойств.

Результаты механических испытаний, алюминиевых сплавов с содержанием Si-1%, после отжигов показаны в таблице 3.4.

Таблица 3.4

Механические свойства сплава Al-1%Fe-1%Si-0.3%Zr

| Температура отжига, °С | $\sigma_B$ , МПа | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|------------------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое                  | 125              | 49                   | 20,0         |
| 200                    | 125              | 45                   | 21,5         |
| 250                    | 110              | 41                   | 19,5         |
| 300                    | 130              | 53                   | 21,5         |
| 350                    | 115              | 54                   | 18,5         |
| 400                    | 145              | 84                   | 14,0         |
| 450                    | 125              | 62                   | 15,5         |
| 500                    | 140              | 58                   | 17,0         |
| 550                    | 100              | 27                   | 18,5         |
| 600                    | 110              | 30                   | 21,0         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 125 МПа до 145 МПа, предела текучести с 49 МПа до 84 МПа. Удлинение уменьшилось на 6 %. Пиковые показатели наблюдаются после отжига 400 °С, дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к снижению пределов прочности и текучести, и рост относительного удлинения.

На рис. 3.5 представлены результаты измерений твердости сплавов после отжигов.

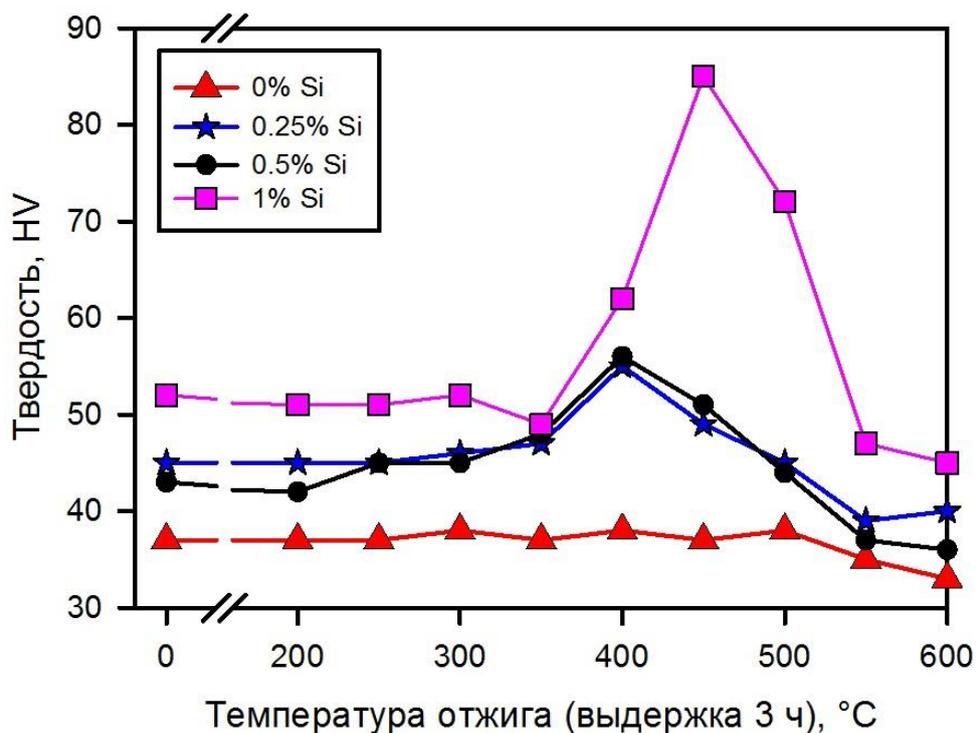


Рис. 3.5 Температурная зависимость твердости

Из графика видно, что отжиг сплава без Si, практически не влияет на показатели твердости. В сплавах с содержанием Si - 0.25% и 0,5% наблюдается рост твердости с 45 HV до 55 HV после отжига при температуре 400 °C, далее твердость снижается. Максимальное значение твердости в 85 HV было зафиксировано у сплава с содержанием Si-1% после отжига при температуре 450 °C.

На рис. 3.6 показаны результаты измерений электропроводности отожженных сплавов.

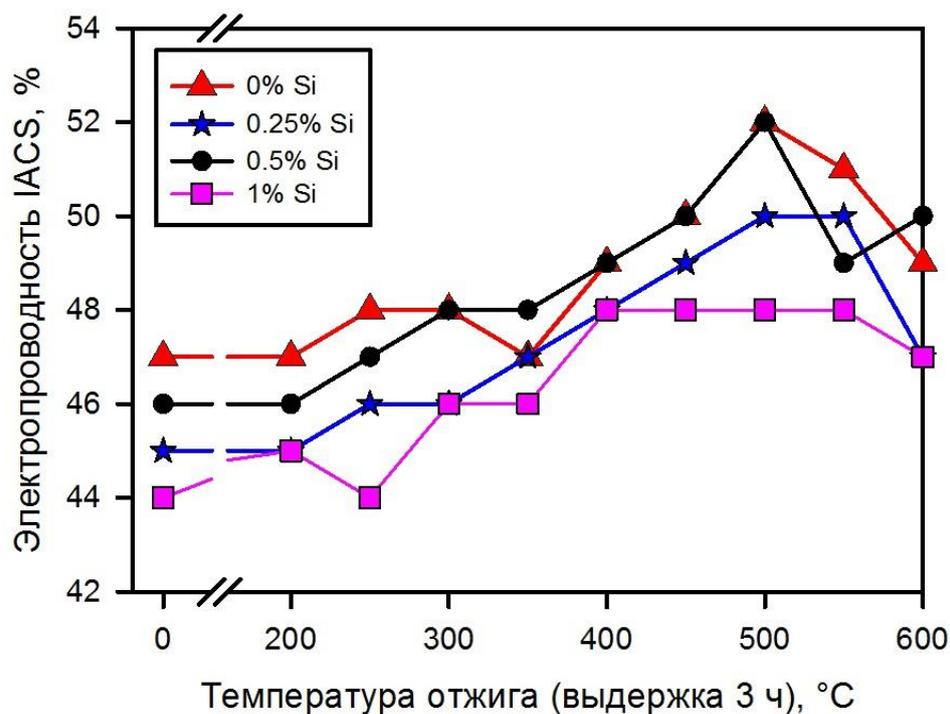


Рис. 3.6 Температурная зависимость электропроводности

Из графика видно, что отжиг приводит к росту электропроводности во всех алюминиевых сплавах. Максимальные значения электропроводности наблюдаются после отжига в интервале температур 400-550 °С. Далее электропроводность изменяется в пределах погрешности измерительного прибора.

### 3.3 Структура и свойства Al-1%Fe-Si-0.3%Zr сплавов после отжига по многоступенчатому режиму

На рис. 10 показаны стабильные частицы  $D0_{23}$   $Al_3Zr$  образованные преимущественно в центре дендритных ячеек, в результате трансформации из метастабильных частиц  $Al_3Zr$  ( $L1_2$ ) во время термообработки по режиму S600.

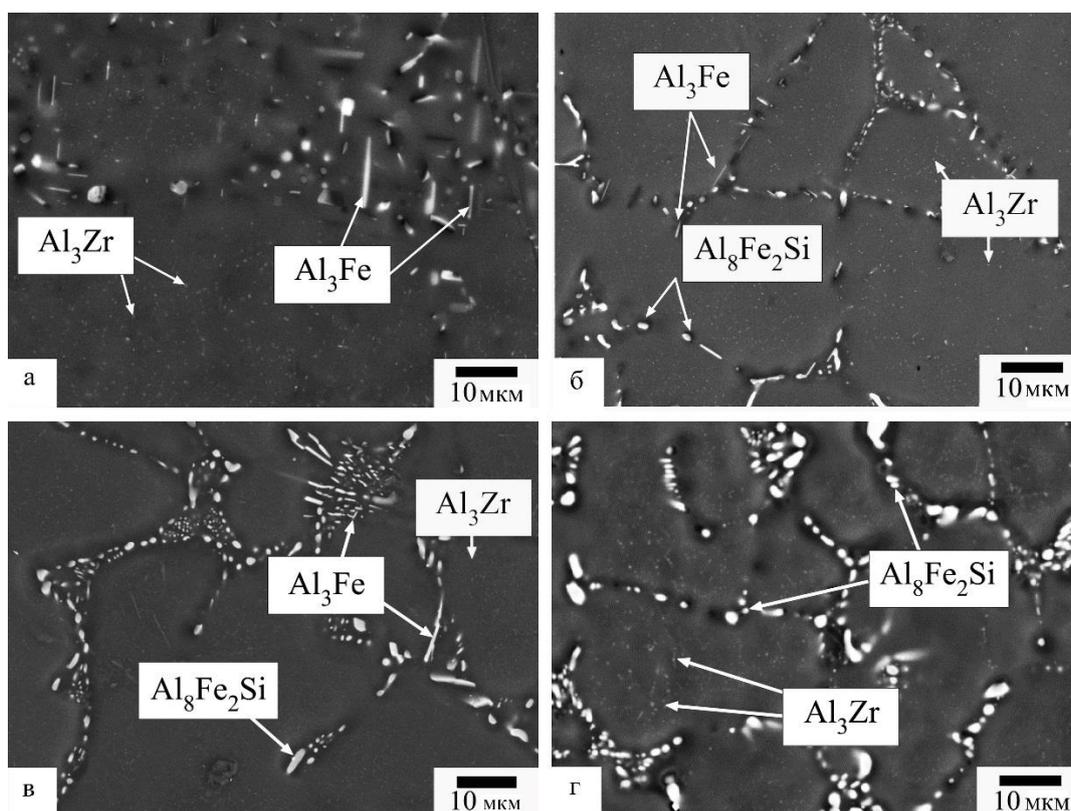


Рис. 3.7 Микроструктура сплавов Al-1% Fe-Si-0,3% Zr, отожженных на S600 с различным содержанием Si: (а) Al-1% Fe-0,3% Zr; (б) Al-1% Fe-0,25% Si-0,3% Zr; (в) Al-1% Fe-0,5% Si-0,3% Zr; (г) Al-1% Fe-1% Si-0,3% Zr

В сплаве без Si (рис. 3.7 а) фаза  $Al_6Fe$  трансформировалась в  $Al_3Fe$  фазу иглообразной формы.  $Al_3Fe$ -фаза в сплаве с содержанием Si-0,25% трансформировалась в фазу  $Al_8Fe_2Si$  после отжига по режиму S600 (рис. 3.7 б).

Типичные тонкие структуры сплава Al-1%Fe-0,25% Si-0,3% Zr показаны на рис. 3.8 и рис. 3.9 для условия пикового старения S450 и состоянии перестаривания S600 соответственно. Высокое увеличение микрофотографий сплавов Al-1%Fe-0,25%Si-0,3%Zr показывают, что небольшие сфероидальные когерентные включения  $Al_3Zr$  ( $L_{12}$ ) ограничиваются дендритными ячейками, которые окружены бессыточными междендритными каналами. Все мелкие частицы  $Al_3Zr$  ( $L_{12}$ ) внутри отмеченного красного круга на рис. 3.8 характеризуются кубической структурой с  $a = 4,09$  и средним размером около 10 нм. Ориентационная

связь между матрицей и  $\text{Al}_3\text{Zr}$  ( $L_{12}$ ) образуется кубическим кубом:  $(020) \text{Al} \parallel (020) \text{Al}_3\text{Zr}$ ,  $(002) \text{Al} \parallel (002) \text{Al}_3\text{Zr}$ ,  $[022] \text{Al} \parallel \text{Al}_3\text{Zr}$ .

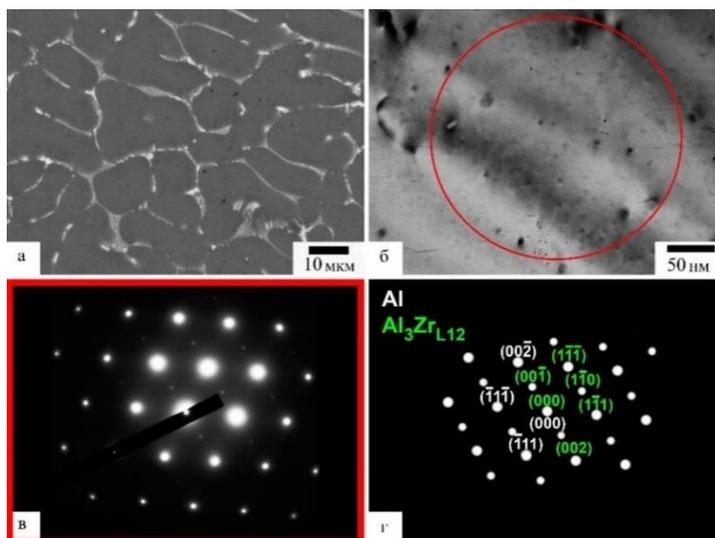


Рис. 3.8 Микрофотографии трансмиссионного электронного микроскопа (ТЭМ) Al-1% Fe-0,25% Si-0,3% Zr, отожженные на S450 с когерентными наночастицами  $L_{12} \text{Al}_3\text{Zr}$ : (а) сканирующий электронный микроскоп (СЭМ); б) ПЭМ; (в) дифракция; (г) схематическая дифракционная картина с индексами

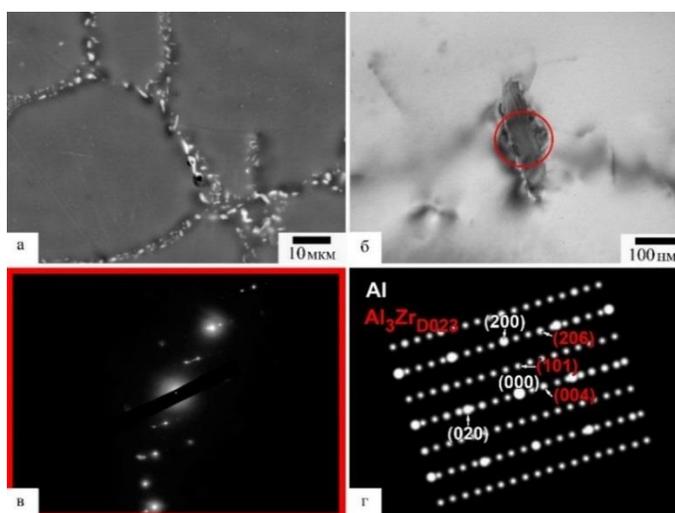


Рис. 3.9 Микрофотографии трансмиссионного электронного микроскопа (ТЭМ) Al-1% Fe-0,25% Si-0,3% Zr, отожженные на S600 с некогерентными частицами  $D_{023} \text{Al}_3\text{Zr}$  (а) сканирующий электронный микроскоп (СЭМ); б) ПЭМ; (в) дифракция; (г) схематическая дифракционная картина с индексами

Отжиг на S600 (рис. 3.9) приводит к росту частиц в направлении [002], а кубический  $L1_2$  превращается в стабильную сложную тетрагональную  $D0_{23}$ -фазу с параметрами ячейки  $a = b = 0.3999$  нм,  $c = 1.7283$  нм.  $Al_3Zr$  ( $D0_{23}$ ) характеризуется некогерентными границами и имеет ориентационное соотношение с матрицей:  $(002) Al \parallel (020) Al_3Zr$ ,  $(020) Al \parallel (002) Al_3Zr$ ,  $[100] Al \parallel [001] Al_3Zr$ . Хорошая корреляция двойного межплоскостного расстояния (002) в алюминии ( $d(002) Al = 0,2025$  нм) и межплоскостного расстояния (001) в фазе  $Al_3Zr$  ( $D0_{23}$ ) ( $d(004) Al_3Zr = 0,4321$  нм) обеспечивает рост частиц вдоль направления матрицы [002], размер частиц  $Al_3Zr$  ( $D0_{23}$ ) составляет 250 нм с толщиной 50 нм.

### 3.3.1 Электропроводность и результаты механических испытаний Al-Zr сплавов после многоступенчатого отжига

Результаты механических испытаний, алюминиевых сплавов без Si, после отжига по многоступенчатому режиму показаны в таблице 3.5.

Таблица 3.5

Механические свойства сплава Al-1%Fe-0.3%Zr

| Режим отжига | $\sigma_b$ , МПа | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|--------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое        | 64               | 18                   | 29,0         |
| S250         | 68               | 20                   | 22,5         |
| S300         | 83               | 33                   | 21,5         |
| S350         | 89               | 41                   | 21,0         |
| S400         | 115              | 63                   | 18,5         |
| S450         | 93               | 40                   | 16,0         |
| S500         | 105              | 47                   | 17,0         |
| S550         | 74               | 21                   | 17,5         |
| S600         | 70               | 21                   | 24,5         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 64 МПа до 115 МПа, предела текучести с 18 МПа до 63 МПа. Относительное удлинение уменьшилось на 11,5%. Пиковые показатели наблюдаются после отжига по режиму S400, дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к снижению показателей пределов прочности

и текучести, относительное удлинение восстанавливается до исходного состояния.

Результаты механических испытаний алюминиевых сплавов после отжига по многоступенчатому режиму с содержанием Si-0.25%, показаны в таблице 3.6

Таблица 3.6

Механические свойства сплава Al-1%Fe-0.25%Si-0.3%Zr

| Режим отжига | $\sigma_B$ , МПа | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|--------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое        | 75               | 22                   | 20,0         |
| S250         | 76               | 23                   | 19,0         |
| S300         | 78               | 27                   | 17,5         |
| S350         | 130              | 76                   | 13,5         |
| S400         | 145              | 100                  | 13,5         |
| S450         | 105              | 55                   | 14,0         |
| S500         | 96               | 44                   | 15,0         |
| S550         | 88               | 36                   | 20,0         |
| S600         | 85               | 26                   | 21,0         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 75 МПа до 145 МПа, предела текучести с 22 МПа до 100 МПа. Относительное удлинение уменьшилось на 6,5%. Пиковые показатели наблюдаются после отжига по режиму S400, дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к снижению показателей пределов прочности и текучести, относительное удлинение восстанавливается до исходного состояния

Результаты механических испытаний алюминиевых сплавов с содержанием Si-0.5%, после отжига по многоступенчатому режиму показаны в таблице 3.7.

Таблица 3.7

Механические свойства сплава Al-1%Fe-0.5%Si-0.3%Zr

| Режим отжига | $\sigma_B$ , МПа | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|--------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое        | 105              | 38                   | 22,5         |
| S250         | 110              | 46                   | 20,0         |
| S300         | 84               | 29                   | 17,5         |
| S350         | 110              | 54                   | 13,5         |
| S400         | 150              | 105                  | 13,5         |
| S450         | 145              | 93                   | 13,0         |
| S500         | 115              | 53                   | 16,5         |
| S550         | 105              | 36                   | 19,0         |
| S600         | 105              | 34                   | 25,0         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 105 МПа до 150 МПа, предела текучести с 38 МПа до 105 МПа. Относительное удлинение уменьшилось на 9%. Пиковые показатели наблюдаются после отжига по режиму S400, дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к снижению показателей пределов прочности и текучести, относительное удлинение восстанавливается до исходного состояния

Результаты механических испытаний, алюминиевых сплавов с содержанием Si-1%, показаны в таблице 3.8.

Таблица 3.8

Механические свойства сплава Al-1%Fe-1%Si-0.3%Zr

| Режим отжига | $\sigma_B$ , МПа | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\delta$ , % |
|--------------|------------------|----------------------|--------------|
| Литое        | 125              | 49                   | 20,0         |
| S250         | 135              | 66                   | 18,0         |
| S300         | 140              | 76                   | 17,5         |
| S350         | 150              | 93                   | 15,0         |
| S400         | 170              | 120                  | 11,5         |
| S450         | 140              | 83                   | 11,0         |
| S500         | 140              | 60                   | 17,0         |
| S550         | 105              | 29                   | 19,0         |
| S600         | 110              | 29                   | 21,5         |

Увеличение температуры отжига привело к увеличению предела прочности с 125 МПа до 170 МПа, предела текучести с 49 МПа до 120 МПа. Относительное удлинение уменьшилось на 8,5%. Пиковые показатели наблюдаются после отжига по режиму S400, дальнейшее увеличение температуры отжига приводит к снижению показателей пределов прочности и текучести, относительное удлинение восстанавливается до исходного состояния.

На рис. 3.10 представлены результаты измерений твердости сплавов после отжига по многоступенчатому режиму.

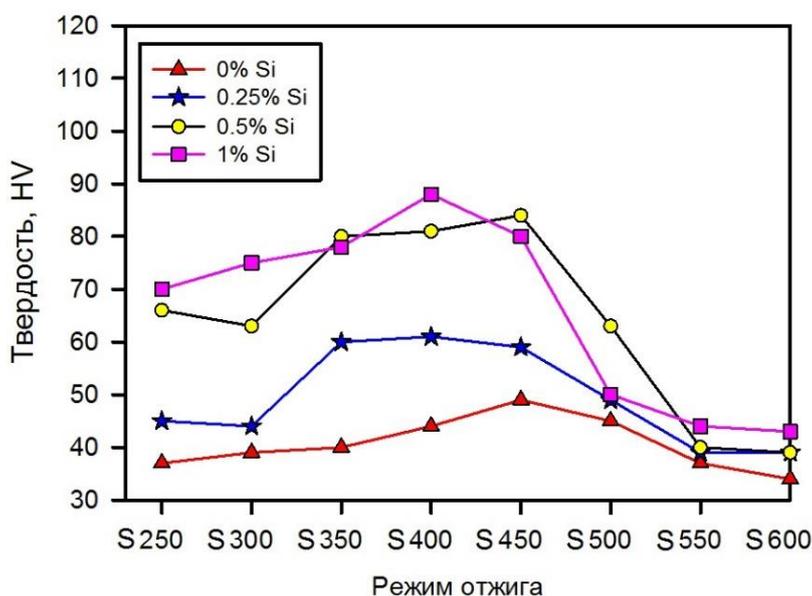


Рис. 3.10 Зависимость твёрдости от режима отжига

Из графика видно, что отжиг по многоступенчатому режиму привел к увеличению твердости во всех исследованных сплавах в определенном температурном интервале. В сплаве без Si, максимальное значение твердости составляет 49 HV, после отжига по режиму S450. В остальных сплавах пиковые значения наблюдаются после режима S400. Увеличение температуры отжига свыше 450 °C, привело к снижению твердости во всех исследованных сплавах.

На рис. 3.11 показаны результаты измерений электропроводности сплавов после отжига по многоступенчатому режиму.

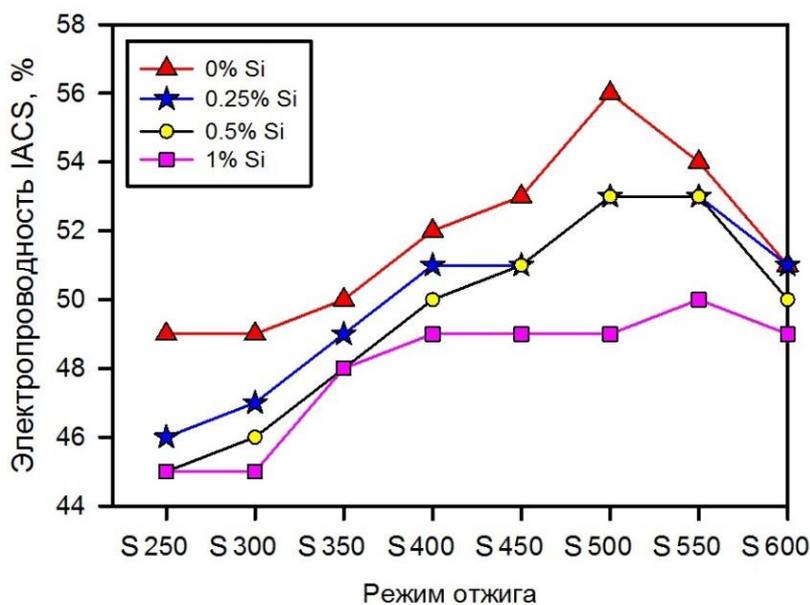


Рис. 3.11 Зависимость электропроводности от режима отжига

Из графика видно, что отжиг приводит к росту электропроводности во всех алюминиевых сплавах. Максимальные значения электропроводности наблюдаются после отжига по режимам S450-S550. Максимальное значение электропроводности сплава без Si наблюдалось после отжига по режиму S500 и равно 56% IACS. В сплавах с содержанием Si: 0.25%, 0.5% и 1% пиковая электропроводность наблюдалась по режиму отжига S500 и составляет 53%, 53% и 49% IACS соответственно. После отжига по режиму S600 показатели электропроводности снижаются.

### 3.4 Обсуждение результатов исследования

На рис. 3.7 показано, что отжиг способствовал фазовому превращению метастабильной фазы  $Al_6Fe$  или  $\alpha-AlFeSi$  в равновесную фазу  $Al_3Fe$ . Исследование на СЭМ изученных сплавов Al-Zr показывает, что Fe-содержащие интерметаллиды в сплавах Al-Fe-Si являются одновременно так называемыми  $\alpha$ -фазами, образующими китайскую морфологию, а иногда и полиэдральные кристаллы, как показано в [18, 19]. Большая часть Fe сочетается как с алюминием, так и с Si с образованием вторичных интерметаллических фаз из-за низкой растворимости железа в алюминии.

(т. е. не более 0,05% при 650 °С). Равновесная фаза  $Al_3Fe$  может формироваться при медленных скоростях затвердевания. Однако, в зависимости от состава сплава, скорости охлаждения и наличия химических элементов, широкий спектр промежуточных интерметаллических фаз, таких как  $Al_mFe$ ,  $Al_9Fe$ ,  $Al_6Fe$ ,  $Al_xFe$  и  $\alpha-AlFeSi$  ( $Al_8Fe_2Si$ ), могут быть образованы в процессе литья, и считаться метастабильными фазами, богатыми Fe [20, 21].

Увеличение содержания Si привело к уменьшению электропроводности в исходных алюминиевых сплавах. Напротив, повышение содержания Si привело к увеличению твердости, как показано на рис. 3.3. Высокое содержание Si привело к образованию Si-включений в исходной структуре (рис. 3.1 г). Таким образом, добавление Si в сплав Al-1%Fe-0.3%Zr приводит к увеличению твердости, а электропроводность уменьшается, как видно из рис. 3.3.

Известно, что Zr существует в разнообразных формах на разных этапах обработки и термообработки, т. е. в матрице, грубой первичной фазе  $Al_3Zr$ , метастабильной фазе  $Al_3Zr$  ( $L1_2$ ), а также в равновесной фазе  $Al_3Zr$  ( $D0_{23}$ ) [22]. Увеличение содержания Zr более 0,3% приводит к образованию первичных частиц  $Al_3Zr$  в литой структуре и отрицательно влияет на свойства сплавов (23, 24). Кроме того, появление первичного  $Al_3Zr$  также может быть связано с такими недостатками режима получения сплава, как температура литья и скорость охлаждения.

Из фотографий, полученных с помощью СЭМ и ПЭМ рис. 3.8 видно, что небольшие сфероидальные когерентные  $Al_3Zr$  ( $L1_2$ ) осаждаются в дендритных ячейках после термической обработки.

На рис. 3.7 ясно видно, что включения  $Al_3Zr$  образуются на междендритных каналах, которые являются результатом сегрегации Zr на ядрах дендрита. Таким образом, дендритно-распределенные включения  $Al_3Zr$  также являются значительной проблемой в коммерческих деформированных сплавах, где Zr добавляют в качестве ингибитора перекристаллизации.

Сильная реакция затвердевания Zr-содержащего сплава обусловлена осаждением небольших (10 нм) когерентных частиц  $Al_3Zr$  ( $L1_2$ ) (рис. 3.8). Уменьшение твердости с повышением температуры отжига можно объяснить затвердеванием осаждения из-за механизма Орована. Напряжение сдвига, необходимое для перемещения дислокации вокруг частицы, обратно пропорционально расстоянию от края до края между частицами, которое было впервые описано Орованом, как показано в уравнении (3.1) [25]:

Пример уравнения:

$$\Delta\tau = \frac{G_B}{L} \quad (3.1)$$

где  $G_B$  - вектор Бюргера,  $L$  - расстояние между двумя частицами.

Согласно уравнению (1) усиливающий эффект от метастабильных наноразмерных дисперсий  $Al_3Zr$  ( $L1_2$ ) со средним размером 10 нм был в 17 раз выше по сравнению со стабильными некогерентными пластинчатыми частицами  $Al_3Zr$  ( $D0_{23}$ ) с длиной, равной 200 нм, и толщиной около 50 нм (рис. 3.9). Kendig et al. также сообщает, что максимальное упрочнение достигается с размером частицы  $Al_3Zr$  при 5-10 нм [26].

По полученным результатам можно сказать, что оптимальное сочетание прочности, твердости и электропроводности достигается при температуре отжига 450 °С для сплава с содержанием Si-0.5%, а после отжига по многоступенчатому режиму оптимальным будет содержание Si 0,25% и отжиг по режиму S400.

## **Выводы**

В данной работе было исследовано влияние температуры отжига и химического состава на микроструктуру, электропроводность и прочностные свойства сплавов Al-Fe-Si-Zr с различным содержанием Si от 0 % до 1 %, и фиксированным содержанием Fe 1% и Zr 0.3%. Были получены следующие результаты:

1. Увеличение содержания Si приводит к увеличению содержания Si в твердом растворе и отрицательно влияет на электропроводность сплавов и увеличивает прочностные свойства. Увеличение содержание Si в литых сплавах, привело к повышению прочности с 64 МПа до 125 МПа, твердость также увеличилась с 37 HV до 52 HV, электропроводность снизилась с 47 % до 44%.

2. Отжиг в интервале температур 200 до 550 °С прел к росту электропроводности во всех исследованных сплавах. Механические свойства также возрастают с увеличением температуры отжига, максимальные значения прочности наблюдаются при температуре отжига 500 °С, 450 °С и 400 °С, для сплавов с содержанием Si: 0, 0.25-0.5 и 1% соответственно. Твердость сплава без Si практически не менялась в процессе отжига. Для сплавов с 0,25-0,5 % Si наивысшая твердость наблюдается после отжига 400 °С. Пиковая твердость зафиксирована для сплава с 1% Si после отжига 500 °С и равна 85 HV.

3. Отжиг по многоступенчатому режиму от S250 до S550 привел к большему увеличению электропроводности во всех исследованных сплавах по сравнению с одноступенчатым отжигом. Механические свойства также возрастают с увеличением температуры отжига, максимальные значения наблюдаются после отжига по режиму S400, для сплавов с содержанием Si: 0%, 0.25%, 0.5% и 1% и составляют 115 МПа, 145 МПа, 150 МПа и 170 МПа соответственно. Твердость алюминиевых сплавов растет с S250 до S450. Пиковая твердость зафиксирована для сплава с 1% Si после отжига по режиму S400 и равна 88 HV.

4. Оптимальное сочетание прочности, твердости и электропроводности достигается при температуре отжига 450 °С у сплава с содержанием Si-0.5%, а после ступенчатого режима оптимальным будет содержание Si 0,25% и отжиг по режиму S400.

## Список литературы

1. Белов Н.А., Алабин А.Н, Прохоров А.Ю, Скворцов Н.В. Влияние промежуточного отжига на электросопротивление проволоки низколегированных алюминиевых сплавов системы Al–Zr–Fe–Si. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2012.
2. Воронцова Л.А., Маслов В. В., Пешков И. Б. *Алюминий и алюминиевые сплавы в электротехнических изделиях*. М.: Энергия. 1971.
3. Мондельфо Л. Ф. *Структура и свойства алюминиевых сплавов*. Пер. с англ. М., *Металлургия*. 1979, 483 с.
4. Захаров М. В., Лисовская Т.Д., Влияние различных элементов на электропроводность, твердость и температуру рекристаллизации алюминия марки АВ000, *Известия вузов «Цветная металлургия»*, 1965. №3.
5. Беспалов В. М. *Исследование совмещенных процессов обработки сплавов системы Al-Zr для получения длинномерных деформированных полуфабрикатов электрического назначения.*, Красноярск, 2014.
6. Матвеева И. А. *Исследование и разработка технологии производства алюминиевой катанки с добавкой циркония способом непрерывного литья и прокатки с целью получения из нее термостойких проводов ЛЭП.*, Москва, 2014.
7. Золоторевский В. С., Белов Н. А. *Металловедение литейных алюминиевых сплавов*. – М.: МИСиС, 2005, 376 с.
8. Белов Н. А., Алабин А. Н., Истомина-Кастровский В. В., Степанова Е. Г. Влияние отжига на структуру и механические свойства холоднокатаных листов Al-Zr сплавов, *Изв. вузов. Цв. металлургия*, 2006, № 2. С. 60-65.
9. Белов Н. А., Алабин А. Н., Толеуова А. Сравнительный анализ термостойких проводниковых сплавов на базе системы Al-PЗМ и Al-

- Zr, *Металловедение и термическая обработка металлов*, 2011 №9. С.54-58.
10. Белов Н. А. Оптимизация структуры и состава конструкционных литейных алюминиевых сплавов эвтектического типа. Дисс. докт. тех. Наук, - М., 1994, 328 с.
  11. Morozova A., Mogucheva A., Bukin D., Lukianova O., Korotkova N., Belov N., Kaibyshev R. Effect of Si and Zr on the Microstructure and Properties of Al-Fe-Si-Zr Alloys, *Metals*. 2017.
  12. Ryum, N. Precipitation and recrystallization in an Al-0.5 wt % Zr-alloy. *Acta Metall.* 1969, 17, 269-278.
  13. Knipling, K. E., Dunand, D. C.; Seidman, D. N. Precipitation evolution in Al-Zr and Al-Ti alloys during aging at 450-600 C. *Acta Mater.* 2008, 56, 1182-1195.
  14. Каваниси Р., Миякэ Я. Влияние добавок циркония, а также основных примесей железа и кремния на физико-механические свойства алюминия, «Хитати Херон», 1962 т. 44, № 4.
  15. ГОСТ 1497–84. Государственный стандарт союза ССР, *Металлы. Методы испытаний на растяжение. (ИСО 6892–84, СТ СЭВ 471-88)*, ИПК издательство стандартов, Москва.
  16. ГОСТ 2999-75. *Металлы и сплавы. Метод измерения твердости по Виккерсу*, 30 с.
  17. Belov N. A., Aksenov A. A., Eskin D. G., *Iron in Aluminium Alloys: Impurity and Alloying Element*; Taylor and Francis: London, UK, 2002.
  18. Shakiba M., Parson N., Chen X. G., Effect of homogenization treatment and silicon content on the microstructure and hot workability of dilute Al-Fe-Si alloys. *Mater. Sci. Eng. A* 2014, 619, 18-189.
  19. Taylor J. A. Iron-Containing intermetallic phases in Al-Si based casting alloys. *Procedia Mater. Sci.* 2012, 19-33.

20. Liu P., Thorvaldsson T., Dunlop G. L. Formation of intermetallic compounds during solidification of dilute Al-Fe-Si alloys. *Mater. Sci. Technol.* 1986, 1009-1018.
21. Skjerpe P. Intermetallic phases formed during DC-casting of an Al-0.25 Wt Pct Fe-0.13 Wt Pct Si alloys. *Metall. Mater. Trans. A.* 1987, 189-200.
22. Zhang J., Ding D., Zhang W., Kang S., Xu X., Gao Y., Chen G., Chen W., You X. Effect of Zr addition on microstructure and properties of Al-Mn-Sn-Zn based alloy. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 2014.
23. He Y., Zhang X., Cao Z. Effect of minor Sc and Zr addition on grain refinement of as-cast Al-Zn-Mg-Cu alloys. *Chin. Foundry* 2009, 214-218.
24. Garcia D. A., Dye D., Jackson M., Grimes R., Dashwood R. J. Development of microstructure and properties during the multiple extrusion and consolidation of Al-4Mg-1Zr. *Mater. Sci. Eng.* 2010.
25. Hull D., Bacon D. J. *Introduction to Dislocations*; Butterworth-Heineman: Oxford, UK, 1984.
26. Kending K., Miracle D. Strengthening mechanisms of an Al-Mg-Sc-Zr Alloy. *Acta Mater.* 2002.