

Научная статья

2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (технические науки)

УДК 536.625:539.25:539.651

doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.02.014

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СПЛАВЫ СИСТЕМЫ Al–Mg–Si С ИЗБЫТКОМ КРЕМНИЯ, ЛЕГИРОВАННЫЕ НЕБОЛЬШИМИ СКАНДИЙ-ЦИРКОНИЕВЫМИ ДОБАВКАМИ

Сергей Валерьевич Коновалов<sup>1†</sup>, Евгений Владимирович Арышенский<sup>2</sup>,  
Дмитрий Юрьевич Распосиенко<sup>3</sup>, Владимир Викторович Макаров<sup>4</sup>,  
Михаил Владимирович Солопаев<sup>5</sup>, Максим Александрович Лапшов<sup>6</sup>

<sup>1</sup> Сибирский государственный индустриальный университет, ул. Кирова, 42, 654007, Новокузнецк, Россия

<sup>1, 2, 5, 6</sup> Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Московское шоссе, 34, 443086, Самара, Россия

<sup>3, 4</sup> Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, 620108, Екатеринбург, Россия

<sup>1</sup> [konovalov@sibsiu.ru](mailto:konovalov@sibsiu.ru)<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0003-4809-8660>

<sup>2</sup> [arishenskiy.ev@ssau.ru](mailto:arishenskiy.ev@ssau.ru), <https://orcid.org/0000-0003-3875-7749>

<sup>3</sup> [dmitrijrasp@gmail.com](mailto:dmitrijrasp@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0002-7670-9054>

<sup>4</sup> [makarov@imp.uran.ru](mailto:makarov@imp.uran.ru), <https://orcid.org/0000-0002-7306-3657>

<sup>5</sup> [msolopaev@mail.ru](mailto:msolopaev@mail.ru), <https://orcid.org/0000-0003-3424-3572>

<sup>6</sup> [lapshov.m.syz@gmail.com](mailto:lapshov.m.syz@gmail.com), <https://orcid.org/0000-0002-3767-4004>

**Аннотация.** В работе исследовано влияние термической обработки на физико-механические свойства и наночастицы сплавов системы Al–Mg–Si с малыми скандий-циркониевыми добавками и избытком кремния. Для исследования сплавы были отлиты и подвергнуты термической обработке в температурном диапазоне 360–440 °С, выдержке в интервале от 10 сек до 50 часов. После термической обработки сплавы исследовались с помощью просвечивающей микроскопии, а также в них определялась микротвердость. Исследования позволили установить, что во всех сплавах при отжиге формируются наночастицы (AlSi)<sub>3</sub>Sc. Однако в сплавах с меньшим содержанием скандия (0,05 %) данные частицы появляются на более поздних стадиях термической обработки в результате непрерывного распада пересыщенного твердого раствора. Скандий в данных сплавах на начальных стадиях термической обработки расположен в пересыщенном твердом растворе, что и позволяет происходить непрерывному распаду. В то же время в сплавах с содержанием скандия 0,3 % частицы (AlSi)<sub>3</sub>Sc появляются уже непосредственно после литья и при последующем отжиге лишь увеличиваются в размерах. В начале отжига наблюдается падение микротвердости, происходящее, по всей видимости, в результате перехода упрочняющих частиц β''(Mg<sub>2</sub>Si<sub>6</sub>), образующихся при неизбежном естественном старении в фазу Mg<sub>2</sub>Si. В целом температура 440 °С более благоприятна для отжига, так как частицы (AlSi)<sub>3</sub>Sc формируются в этом случае быстрее.

**Ключевые слова:** алюминиевый сплав, термическая обработка, наночастицы, просвечивающая микроскопия.

**Благодарности:** Исследование выполнено за счет гранта РНФ № 21-19-00548, <https://rscf.ru/project/21-19-00548/>.

**Для цитирования:** Коновалов С.В., Арышенский Е.В., Распосиенко Д.Ю., Макаров В.В., Солопаев М.В., Лапшов М.А. Исследование влияния термической обработки на сплавы системы Al–Mg–Si с избытком кремния, легированные небольшими скандий-циркониевыми добавками // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2023. Т. 20, № 2. С. 269–279. doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.02.014.

Original article

## INVESTIGATION OF THE HEAT TREATMENT EFFECT ON THE ALLOYS OF Al–Mg–Si SYSTEM WITH AN EXCESS OF SILICON ALLOYED WITH SMALL SCANDIUM-ZIRCONIUM ADDITIVES

Sergei V. Konovalov<sup>1†</sup>, Evgenii V. Aryshenskii<sup>2</sup>, Dmitriy Yu. Rasposienko<sup>3</sup>, Vladimir V. Makarov<sup>4</sup>, Mikhail V. Solopaev<sup>5</sup>, Maksim A. Lapshov<sup>6</sup>

<sup>1</sup> Siberian State Industrial University, Kirova Str., 42, Novokuznetsk, 654007, Russia

<sup>1,2,5,6</sup> Samara National Research University, Moskovskoe shosse, 34, Samara, 443086, Russia

<sup>3,4</sup> M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the UB RAS, S. Kovalevskaya Str., 18, Yekaterinburg, 620108, Russia

<sup>1</sup> konovalov@sibsiu.ru<sup>†</sup>, <https://orcid.org/0000-0003-4809-8660>

<sup>2</sup> arishenskiy.ev@ssau.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3875-7749>

<sup>3</sup> dmitrijrasp@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-7670-9054>

<sup>4</sup> makarov@imp.uran.ru, <https://orcid.org/0000-0002-7306-3657>

<sup>5</sup> msolopaev@mail.ru, <https://orcid.org/0000-0003-3424-3572>

<sup>6</sup> lapshov.m.syz@gmail.com, <https://orcid.org/0000-0002-3767-4004>

**Abstract.** This article is devoted to the investigation of the heat treatment effect on the physical and mechanical properties as well as intermetallic particles in Al–Mg–Si alloys with small scandium-zirconium additives and an excess of silicon. The samples were cast and subjected to heat treatment in the temperature range 360–440 °C, holding time in the range from 10 second to 50 hours. After heat treatment, the alloys were examined using scanning and transmission microscopy; their microhardness and electrical conductivity were also determined. The studies made it possible to establish that (AlSi)<sub>3</sub>Sc nanoparticles are formed in all alloys during annealing. However, in the alloys with a lower content of scandium (0.05 %), these particles appear at later stages of heat treatment as a result of continuous decomposition of a supersaturated solid solution. Scandium in these alloys at the initial stages of heat treatment is located in the supersaturated solid solution, which allows continuous decomposition to occur. At the same time, in alloys with a scandium content of 0.3 %, (AlSi)<sub>3</sub>Sc particles appear immediately after casting, and during subsequent annealing they only increase in size. Some of these particles have an elongated needle shape, some are converted into large equilibrium AlSi<sub>2</sub>Sc<sub>2</sub> losing their coherence, and only a part of them exists in the nanodispersed form. In addition, large scandium-containing particles were found in these alloys. These particles were formed during crystallization seizing scandium from the supersaturated solid solution and interfering with the continuous precipitation of (AlSi)<sub>3</sub>Sc. A drop in microhardness is observed at the beginning of annealing. It apparently occurs as a result of the transition of the strengthening part β'' (Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>), formed during inevitable natural aging, into the Mg<sub>2</sub>Si phase. In general, the temperature of 440 °C is more favorable for annealing, which can be explained by the effect of zirconium heat-stabilizing nanoparticles (AlSi)<sub>3</sub>Sc.

**Keywords:** aluminum alloy, heat treatment, nanoparticles, transmission microscopy.

**Acknowledgements:** This study is funded by a grant of the Russian Science Foundation, project 21-19-00548, <https://rscf.ru/project/21-19-00548/>.

**For citation:** Konovalov, S. V., Aryshenskii, E. V., Rasposienko, D. Yu. Makarov, V. V., Solopaev, M. V. & Lapshov, M. A. (2023). Investigation of the heat treatment effect on the alloys of Al–Mg–Si system with an excess of silicon alloyed with small scandium-zirconium additives. *Fundamental'nye problemy sovremennogo materialovedeniya (Basic Problems of Material Science (BPMS))*, 20(2), 269–279. (In Russ.). doi: 10.25712/ASTU.1811-1416.2023.02.014.

### Введение

Алюминиевые сплавы находят все более широкое применение в различных отраслях современной промышленности благодаря высокой пластичности, коррозионной стойкости и свариваемости в сочетании с приемлемым уровнем прочности [1–3] Одними из самых распространенных являются виды алюминиевых сплавов, принадлежащие к системе Al–Mg–Si

(бxxx-серии), получившие широкое применение в современной промышленности [4]. Основной упрочняющей фазой в данном типе сплавов является метастабильная частица β'' (Mg<sub>5</sub>Si<sub>6</sub>), которая при нагреве превращается в равновесную Mg<sub>2</sub>Si [4]. Стоит отметить, что при соотношении магния к кремнию 1,73 в равновесных условиях они полностью реагируют друг с другом, образуя Mg<sub>2</sub>Si [5]. Избыток кремния существенно улучшает физические

характеристики данных сплавов [6]. Дополнительное повышение прочностных свойств сплавов бxxx-серии можно достичь путем легирования скандием и цирконием [7].

Малые добавки скандия приводят к росту таких характеристик, как удельная прочность, свариваемость, коррозионная стойкость, деформируемость [8, 9]. Увеличение прочностных свойств сплавов Al с малым содержанием Sc обусловлено формированием при их термической обработке наноразмерных упрочняющих частиц  $Al_3Sc$  [10]. Кроме того, скандий способствует измельчению литой структуры [10].

Цирконий, как и другие переходные металлы, обладает резко выраженным модифицирующим действием, за счет чего получил широкое распространение при легировании алюминиевых сплавов [11]. Установлено, что введение циркония в алюминиевые сплавы с добавками скандия позволяет замедлить распад пересыщенного твердого раствора и повышает термостабильность частиц  $Al_3ScZr$  [11, 12].

В то же время легирование сплавов системы Al–Mg–Si осложняется тем, что скандий реагирует с кремнием, образуя тройное соединение  $AlSc_2Si_2$  [13], это значительно снижает количество упрочняющих частиц  $(AlSi)_3Sc$ . Однако последние исследования показали, что образования  $AlSc_2Si_2$  можно избежать при тщательном выборе термической обработки [14]. Это требует тщательного изучения влияния термической обработки на фазовый состав и физико-механические свойства в рассматриваемой группе сплавов. Данное исследование посвящено изучению влияния термической обработки на фазовый состав и физико-механические свойства сплавов с большим избытком кремния при соотношении  $Mg/Si=0,3$ , ранее данный вопрос нигде не рассматривался.

### Методика исследований

Для изучения распада были выбраны сплавы  $0,3Mg_1Si_{0,15}Zr(0,05; 0,1; 0,3 \%)Sc$ . Исследование химического состава проводилось методом атомно-эмиссионной спектрометрии. Погрешность измерений составляла от 0,0015 до 0,03 % в зависимости от содержания элемента.

Литье проводили в стальной кокиль, масса отлитых слитков составляла 4,5 кг. В качестве

шихты для сплава использовались следующие материалы: алюминий марки А85, магний марки МГ90, лигатуры Al–Si<sub>12</sub>, Al–Sc<sub>2</sub> и Al–Zr<sub>5</sub>. Температура литья составляла 720–740°C. Перед заливкой расплавленного металла в литейную форму его рафинировали карналлитовым флюсом, вводимым из расчета 5 г на 1 кг шихты. После этого с поверхности расплавленного металла удалялась окалина, и металл заливался в стальной кристаллизатор при равномерном времени заливки 40 с. После затвердевания слиток извлекался из кристаллизатора и охлаждался в воде.

Для изучения влияния термической обработки на физико-механические свойства был проведен отжиг полученных слитков в муфельной электрической печи при температурах 360 °C и 440 °C с выдержкой 10 сек, 100 сек, 1000 сек, 1 ч, 2 ч, 4 ч, 6 ч, 8 ч, 10 ч, 20 ч и 50 ч. Для всех сочетаний температуры и времени выдержки было произведено охлаждение в воде для фиксации пересыщенного твердого раствора, после чего для них замерялись микротвердость.

Испытания на микротвердость производили на цифровом стационарном твердомере по методу микро-Виккерса на модели HV-1000 (усилия испытания 0,2452 Н). Для того чтобы исключить влияние границ зерен и крупных интерметаллидов, измерения производили в теле зерна.

Методом просвечивающей микроскопии изучены наночастицы в сплавах Al–Si–Mg с разным содержанием Sc и Zr после различных режимов термообработки согласно данным, представленным в таблице 1. Изучение проводилось на просвечивающем электронном микроскопе высокого разрешения Tescan G2 30 Twin, оборудованного системой энергодисперсионного рентгеновского анализа EDAX, при ускоряющем напряжении 300 кВ с использованием стандартных методик: светлопольных, темнопольных изображений и микродифракции электронов. Линейные размеры элементов структуры определялись непосредственными измерениями на плоскости наблюдения. Подготовка образцов выполнена с использованием инструментальных методов на приборах Metaserv 250, TenuPol-5, Ultrasonic Disk Cutter, PIPS II.

Таблица 1. Образцы для исследования методом ПЭМ, режимы термической обработки

Table 1. Samples for TEM research, sample numbers, heat treatment modes

Термическая обработка	Химический состав, %				
	Mg	Si	Sc	Zr	Al
440 °C 8 ч	0,29	0,98	0,051	0,152	Остальное
440 °C 100 сек	0,29	0,98	0,051	0,152	
440 °C 8 ч	0,31	1	0,29	0,156	
440 °C 100 сек	0,31	1	0,29	0,156	

### Результаты и их обсуждение

Результаты изменения микротвердости после отжига с температурой 360 °C (рис.1а) показывают незначительное снижение прочностных свойств. Снижение происходит особенно интенсивно в течение первых нескольких минут. Оно объясняется растворением упрочняющих частиц  $\beta''$  ( $Mg_5Si_6$ ), которые были най-

дены в данных сплавах в литом состоянии [15]. Образование этих частиц объясняется тем, что пробоподготовка, необходимая для измерения микротвердости литого материала, занимает определенное время, чаще всего несколько недель. Этого достаточно для активизации процессов естественного старения, которое и вызывает рост прочности литого материала [16].

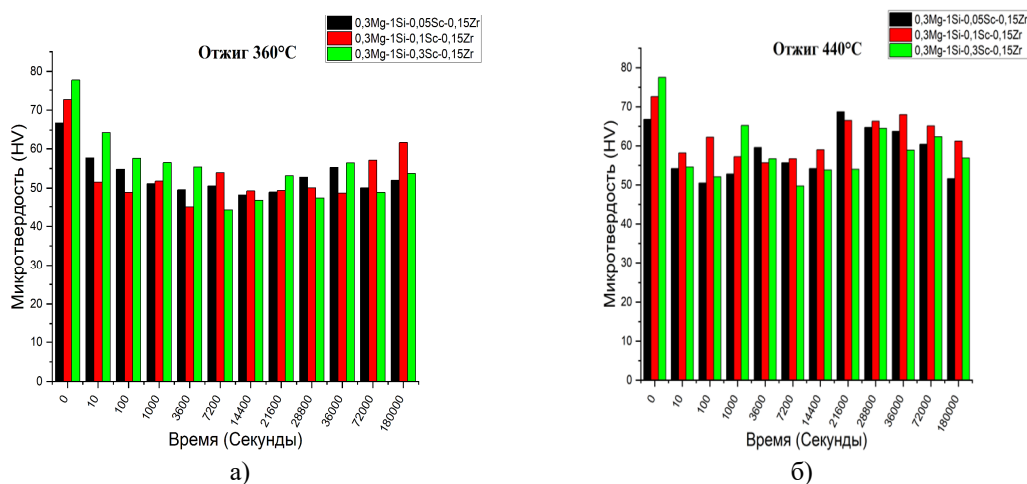


Рис.1. Значения микротвердости сплавов  $0,3Mg_1Si_{0,15}Zr(0,05; 0,1; 0,3 \%)Sc$ : (а) – после отжига при 360 °C; (б) – после отжига при 440 °C

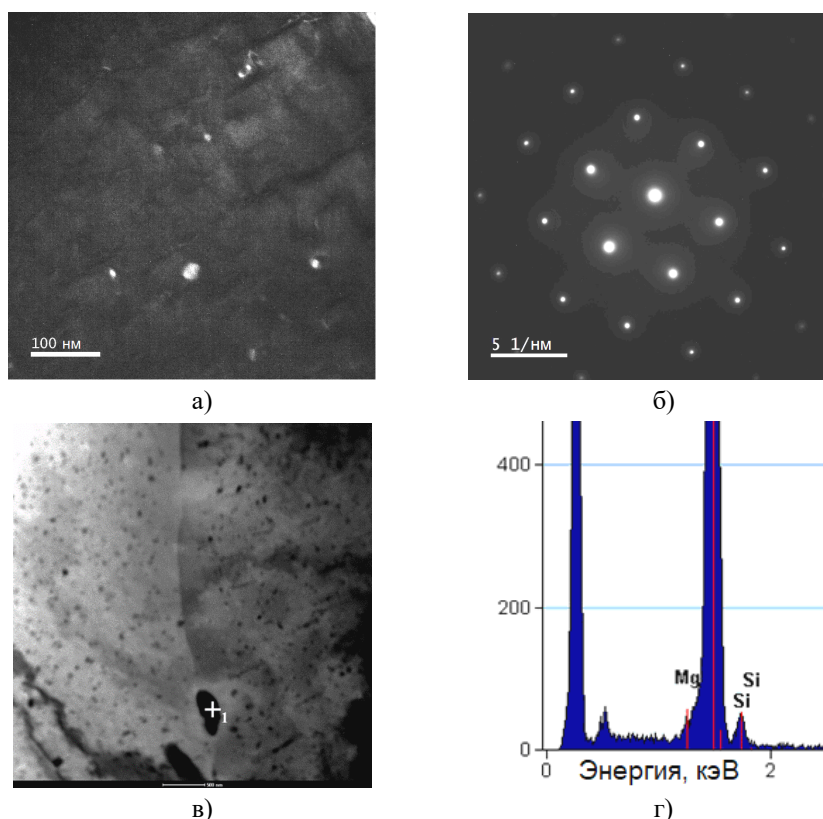
Fig.1. Microhardness values of alloys  $0,3Mg_1Si_{0,15}Zr(0,05; 0,1; 0,3 \%)Sc$ : (a) – after annealing at 360 °C; (b) – after annealing at 440 °C

После отжига при температуре 440 °C (рис.1б), как и в случае отжига при 360 °C, происходит кратковременное падение прочностных свойств. Однако оно меньше, чем при выдержке 360 °C, а новый рост микротвердости начинается уже после выдержки в течение 6-8 часов. Рост вызван тем, что на формирование наночастиц при повышенной температуре требуется намного меньшее время, чем при 360 °C. Стоит отметить, что в сплавах с содержанием скандия 0,05 % микротвердость после термической обработки не уступает той, что наблюдается в сплаве с содержанием скандия 0,3 %. Это объясняется тем, что большая часть скандия в сплаве  $0,3Mg_1Si_{0,3}Sc_{0,15}Zr$  расходуется на образовании частиц  $(AlSi)_3ScZr$  при прерывистом распаде пересыщенного твердого раствора, проис-

ходящего при остывании слитка. Образовавшиеся таким образом частицы вызывают не такое большое упрочнение по сравнению с теми, что сформировались при непрерывном распаде пересыщенного твердого раствора [17]. Последний, как будет показано далее, является основным механизмом образования частиц  $(AlSi)_3ScZr$  в сплаве  $0,3Mg_1Si_{0,05}Sc_{0,15}Zr$ . В то же время в сплаве  $0,3Mg_1Si_{0,05}Sc_{0,15}Zr$  частицы формируются именно по такому механизму, что также будет показано ниже. При дальнейшей выдержке прочностные свойства во всех исследуемых сплавах начинают снижаться. Данный процесс может быть вызван огрублением частиц  $(AlSi)_3ScZr$ , образовавшихся как при остывании после литья, так и в ходе отжига.

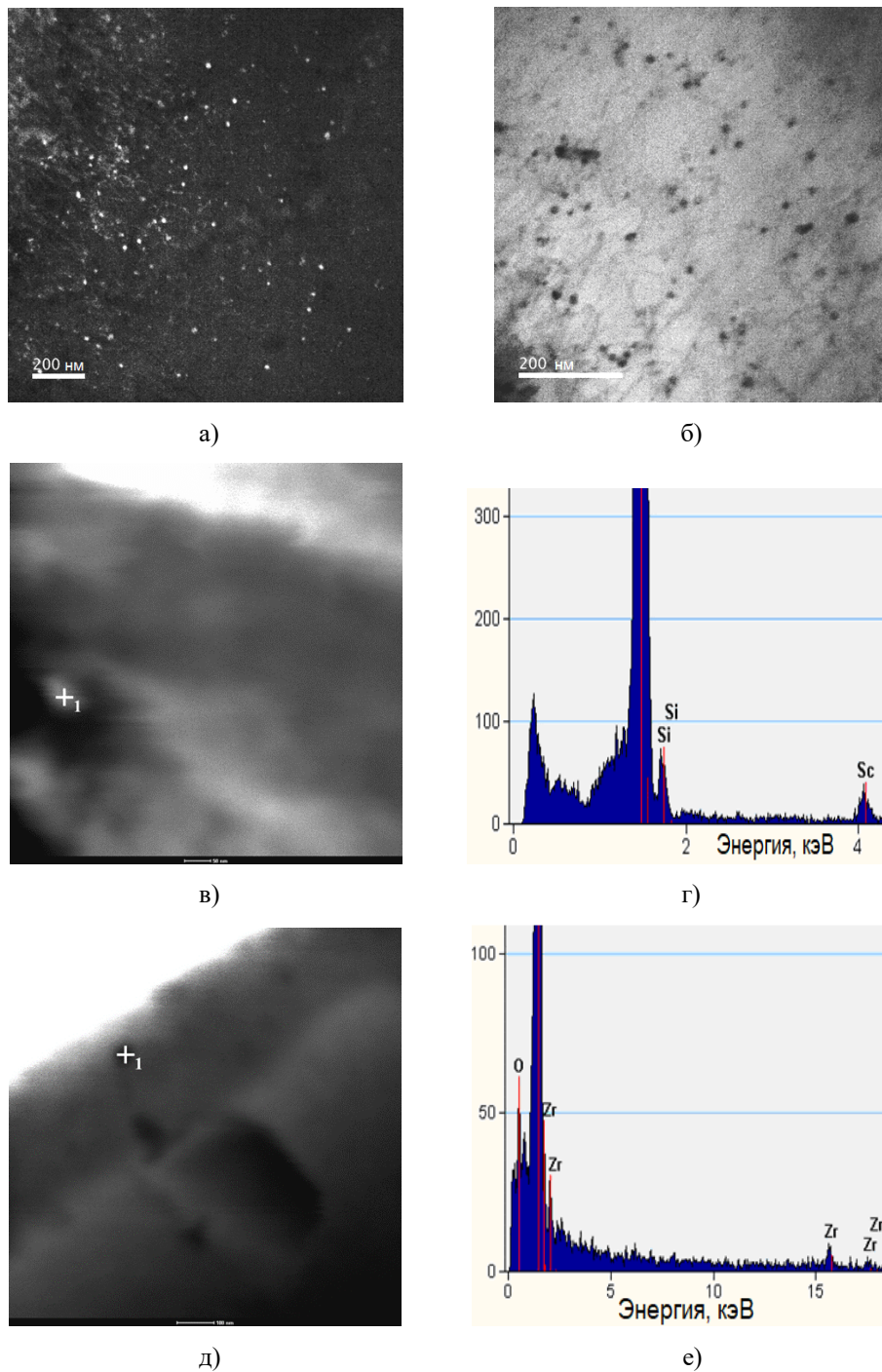
После термической обработки при температуре 440 °C и 100-секундной выдержке в сплаве  $0,3\text{Mg}_1\text{Si}_{0,05}\text{Sc}_{0,15}\text{Zr}$  были обнаружены единичные слабоконтрастные выделения равноосной формы диаметром до 10 нм (рис.2а). Анализ показал, что данные дисперсные частицы могут быть отнесены к фазе  $\text{Al}_3\text{Sc}$ , так как их темнопольные изображения удавалось получить только в рефлексах  $(200)_{\text{Al}}$ , которые в силу почти одинаковых межплоскостных расстояний фаз всегда совпадают с рефлексами  $(200)_{\text{Al}_3\text{Sc}}$ . Отсутствие сверхструктурных рефлексов типа  $(100)_{\text{Al}_3\text{Sc}}$  и  $(110)_{\text{Al}_3\text{Sc}}$  на соответствующих электронограммах объясняется высокой дисперсностью частиц и их малой объемной долей. Кроме того, были обнаружены равноосные частицы, диаметр которых составляет от 30 до 50 нм, а также пластины, длина и ширина которых составляют 80-300 нм и до 90 нм соответственно. Данные частицы в основном содержат кремний, однако в них обнаружен и магний. Как уже ранее отмечалось, в данных сплавах в литом со-

стоянии были обнаружены частицы  $\beta''(\text{Mg}_5\text{Si}_6)$ , по всей видимости, возникающие в результате естественного старения. Данные частицы при высокой температуре отжига быстро растут, теряя свою когерентность, и превращаются в крупные частицы типа  $\text{Mg}_2\text{Si}$  (рис.2в) При температуре 440 °C согласно диаграмме, предложенной в [15], данные частицы в сплаве  $0,3\text{Mg}_1\text{Si}_{0,05}\text{Sc}_{0,15}\text{Zr}$  начинают растворяться. В то же время кремниевые частицы могут существовать при температурах свыше 520 °C. Таким образом, падение микротвердости можно объяснить превращением частиц  $\beta''(\text{Mg}_5\text{Si}_6)$  в  $\text{Mg}_2\text{Si}$  и последующим их растворением. Стоит отметить, что из-за низкого содержания скандия скорость распада пересыщенного твердого раствора будет не такой быстрой [10], следовательно, частицы типа  $\text{Al}_3\text{Sc}$  не будут успевать выделяться при остывании слитка. Поэтому упрочняющие частицы типа  $\text{Al}_3\text{Sc}$  только начинают формироваться и не оказывают значительного влияния на микротвердость.



**Рис.2.** Сплав  $0,3\text{Mg}_1\text{Si}_{0,05}\text{Sc}_{0,15}\text{Zr}$  после 100-секундного отжига при нагреве 440 °C – светлопольное изображение: (а) – в рефлексе  $(200)_{\text{Al}_3\text{Sc}}$ ; (б) – ось зоны  $[110]_{\text{Al}}$ ; (в) – в режиме сканирования на просвет (STEM); (г) – EDS анализ в точке 1 на рисунке (в)

**Fig.2.** Alloy  $0,3\text{Mg}_1\text{Si}_{0,05}\text{Sc}_{0,15}\text{Zr}$  after 100-second annealing at 440 °C heating – light-field image: (a) – in the reflex  $(200)_{\text{Al}_3\text{Sc}}$ ; (b) – the axis of the zone  $[110]_{\text{Al}}$ ; (c) – in the lumen scanning mode (STEM); (d) – EDS analysis at point 1 in Figure (c)

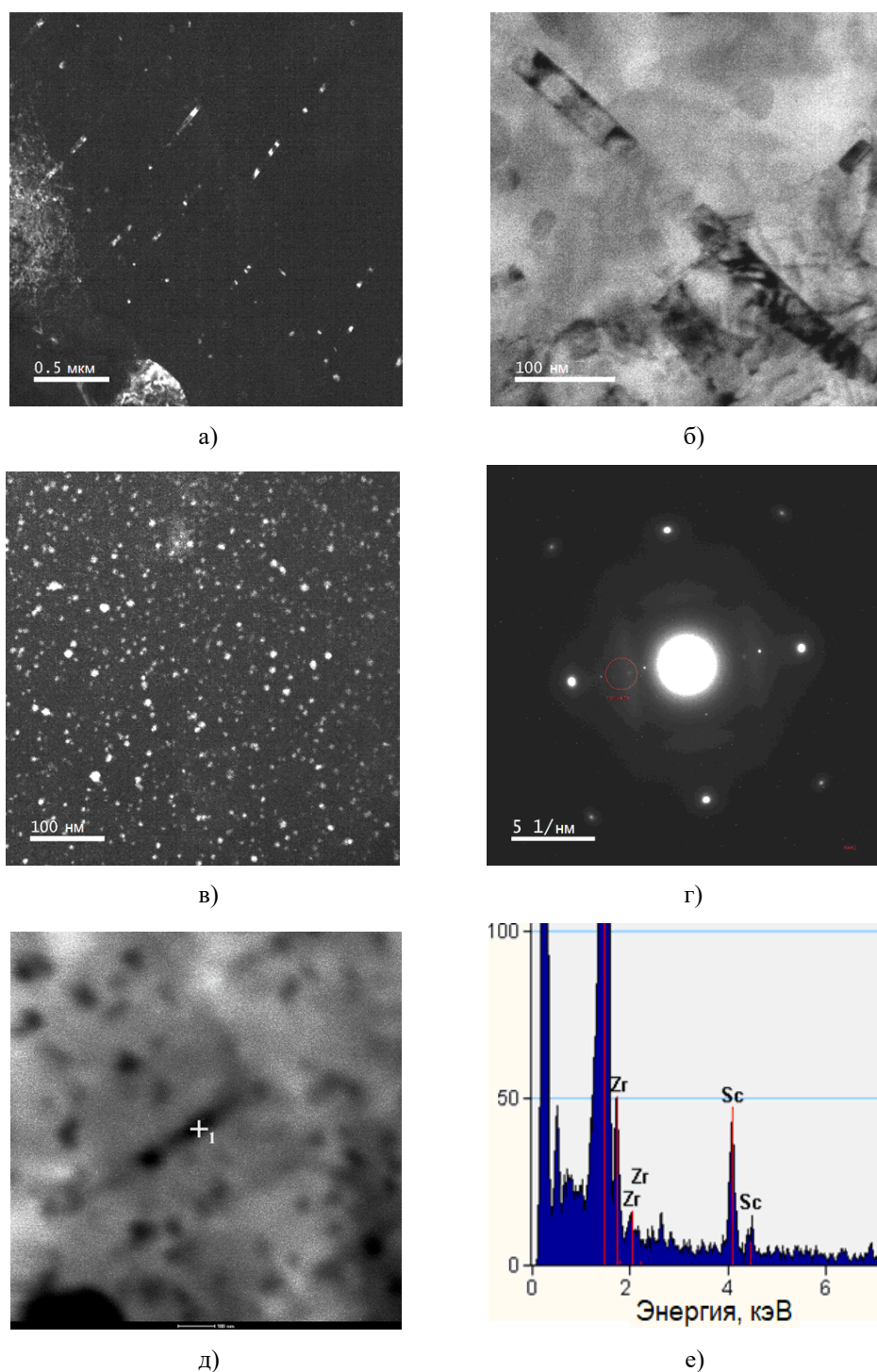


**Рис.3.** Сплав  $0.3\text{Mg}_1\text{Si}_{0.05}\text{Sc}_{0.15}\text{Zr}$  после 8 часового отжига при нагреве  $440\text{ }^\circ\text{C}$ : (а), (в) – светлопольные изображения; (б), (д) – темнопольные изображения в рефлексе  $(110)_{\text{Al}_3\text{Sc}}$ ; спектр характеристического излучения: (г) – в точке 1 на рисунке (в); (е) – в точке 1 на рисунке (д)

**Fig.3.** Alloy  $0.3\text{Mg}_1\text{Si}_{0.05}\text{Sc}_{0.15}\text{Zr}$  after 8 hour annealing at  $440\text{ }^\circ\text{C}$  heating: (a), (c) – light-field images; (b), (e) – dark-field images in reflex  $(110)_{\text{Al}_3\text{Sc}}$ ; spectrum of characteristic radiation: (d) – at point 1 in Figure (c); (e) – at point 1 in figure (c)

Увеличение продолжительности отжига приводит к интенсификации распада пересыщенного твердого раствора. Средний диаметр частиц  $(\text{AlSi})_3\text{Sc}$  увеличивается до 15-20 нм

(рис.3а), значительно возрастает их объемная доля и плотность распределения в пространстве (рис.4).



**Рис.4.** Сплав  $0.3\text{Mg}_1\text{Si}_{0.3}\text{Sc}_{0.15}\text{Zr}$  после 100 секундного отжига при нагреве  $440\text{ }^\circ\text{C}$ : (а)– темнопольные изображения; (б) – светлопольные изображения в рефлексе  $(110)_{\text{Al}_3\text{Si}}$ ; (в) – темнопольные изображения в рефлексе  $(110)_{\text{Al}_3\text{Si}}$ ; (г) – микроэлектронграмма:  $[2\bar{3}3]_{\text{Al}}$ ; (д) – светлопольное изображение в режиме сканирования на просвет (STEM); (е) – спектр характеристического излучения в точке 1 на рисунке д;

**Fig.4.** Alloy  $0.3\text{Mg}_1\text{Si}_{0.3}\text{Sc}_{0.15}\text{Zr}$  after 100 seconds annealing at  $440\text{ }^\circ\text{C}$  heating: (a) – dark-field images; (b) – light-field images in reflex  $(110)_{\text{Al}_3\text{Si}}$ ; (c) – dark-field images in reflex  $(110)_{\text{Al}_3\text{Si}}$ ; (d) – microelectronogram:  $[2\bar{3}3]_{\text{Al}}$ ; (e) – light-field image in the lumen scanning mode (STEM); (e) is the spectrum of characteristic radiation at point 1 in figure d

Хотя общее количество частиц значительно меньше, чем, например, в сплаве с содержанием Sc 0,09 и 0,047 % Zr [18] и в сплаве с содержанием 0,2% Sc – 0,15 % Zr [10], что объясняется меньшей долей скандия. Учитывая, что 20 нм – это пороговое значение, после которого они теряют когерентность [17], а также то, что после 10 часов выдержки происходит снижение микротвердости, можно предположить достижение максимального потенциала, с помощью которого можно добиться упрочнения данными частицами. Необходимо отметить, что в частицах практически отсутствует цирконий (рис.3в,г), однако обнаружены более крупные частицы типа  $Al_3Zr$  (рис.3д,е). Примечательно, что они не имеют в своем составе кремний, это может говорить о том, что он уже израсходован на формирование как упрочняющих частиц  $(AlSi)_3Sc$ , так и крупных первичных интерметаллидных частиц типа  $(AlSi)_3Sc$ , обнаруженных в данных сплавах в литом состоянии [15]. Еще одно из возможных объяснений заключается в том, что фаза  $Al_3Zr$  является метастабильной [19], а кроме того, она формируется более длительно, чем  $Al_3Sc$ . Поэтому при дальнейшей выдержке возможна ее трансформация по механизму  $Al_3Zr \rightarrow (AlSi)_3Zr \rightarrow Zr_2Si$  (равновесную фазу согласно расчетам, произведенным в [15]). В то же время для изучения причин отсутствия циркония в частицах типа  $(AlSi)_3Sc$  и кремния в частицах типа  $Al_3Zr$  необходимы дальнейшие исследования особенностей образования их зародышей с помощью атомной томографии. Стоит также отметить, что из-за своих достаточно больших размеров вклад  $Al_3Zr$  в увеличение прочности будет минималь-

ным, что хорошо видно на рис.1б, согласно которому при дальнейшей выдержке, несмотря на наличие этих частиц, происходит лишь падение микротвердости.

Увеличение содержания Sc в исследуемом сплаве привело к значительным изменениям в кинетике и механизме образования выделений  $Al_3Sc$ . В данном состоянии присутствуют два типа содержащих скандий частиц. Первый тип частиц – это протяженные иглы длиной до 1 мкм и диаметром 20-30 нм (рис.4а,в), содержащие кроме кремния еще скандий и цирконий (рис.4е). Вторым типом скандий-содержащих частиц являются высокодисперсные равноосные частицы  $Al_3Sc$  диаметром до 10 нм (рис.4в,д). Следует отметить, что оба типа выделений в большом количестве были найдены в данном сплаве в литом состоянии [15]. Это говорит о том, что наблюдаемые частицы образовались не в ходе отжига, а при остывании заготовки после литья.

Отжиг сплава  $0,3Mg_1Si_{0,3}Sc_{0,15}Zr$  при температуре 440 °С происходит в течение 8 ч и приводит к коагуляции частиц фаз, содержащих Sc: диаметр игольчатых выделений возрастает до 40 нм (рис.5а), их протяженность составляет несколько микрон, диаметр равноосных частиц возрастает до 20 нм (рис.5б). Увеличение размеров выделений приводит к уменьшению их плотности распределения в пространстве при сохранении высокой объемной доли. На изображениях микроструктуры образца наблюдаются равноосные частицы, выстроенные в цепочки, что, по-видимому, может быть связано с гетерогенным зарождением фазы  $Al_3Sc$  на дислокациях.

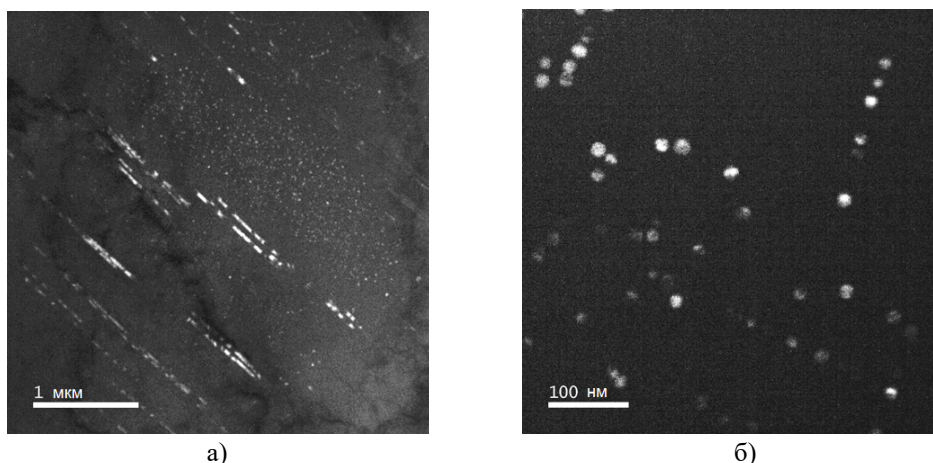


Рис.5. Сплав  $0,3Mg_1Si_{0,3}Sc_{0,15}Zr$  после 8-часовой выдержки при нагреве 440 °С: (а), (б) – темнопольные изображения в рефлекс  $(110)_{Al_3Sc}$

Fig.5. Alloy  $0,3Mg_1Si_{0,3}Sc_{0,15}Zr$  after 8-hour exposure at 440 °C heating: (a), (b) – dark-field images in reflex  $(110)_{Al_3Sc}$



## Выводы

Исследования микротвердости показали, что в начале термической обработки происходит падение микротвердости, что может быть связано с превращением в равновесную форму частиц  $\beta''$  ( $Mg_5Si_6$ ). Установлено, что содержание скандия сильно влияет на изменение фазового состава и физико-механических свойств при термической обработке сплавов системы Al–Mg–Si–Sc–Zr с избыточным содержанием кремния. В  $_{0,3}Mg_1Si_{0,05}Sc_{0,15}Zr$  в начале термической обработки практически не происходит формирования наночастиц  $(AlSi)_3Sc$ . В ходе последующей выдержки в данных сплавах появляются равноосные когерентные частицы типа  $(AlSi)_3Sc$ . В сплаве  $_{0,3}Mg_1Si_{0,3}Sc_{0,15}Zr$  частицы  $(AlSi)_3Sc$  присутствуют уже в литом состоянии, сформировавшись в результате прерывистого распада при остывании слитка. При термической обработке данные частицы увеличивается в размерах. Таким образом, если исключить эффект растворения частиц  $\beta''$  ( $Mg_5Si_6$ ), образовавшихся в ходе естественного старения между литьем и измерением микротвердости, скандиевые добавки способны улучшать механические свойства в данных сплавах.

## Список литературы

1. Savchenkov S., Kosov Y., Bazhin V., Krylov K., Kawalla R. Microstructural Master Alloys Features of Aluminum-Erbium System // *Crystals*. 2021. V. 11, N 11. P. 1353.
2. Alattar A.L., Bazhin V.Y. Development properties of aluminum matrix composites reinforced by particles of boron carbide // *In Journal of Physics: Conference Series*. 2021. V. 1990, N 1. P. 012018.
3. Gutema E.M., Bazhin V.Y. Hardness of aluminum metal matrix composite reinforced with magnesium coated particles of silicon carbide-squeeze casting // *In Innovation-Based Development of the Mineral Resources Sector: Challenges and Prospects*. 2018. P. 383–390.
4. Edwards G.A., Stiller K., Dunlop G.L., Couper M.J. The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys // *Acta materialia*. 1998. V. 46, N 11. P. 3893–3904.
5. Колачев Б.А., Елагин В.И., Ливанов В.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. МИСиС, 2005. 432 с.
6. Meyruey G., Massardier V., Lefebvre W., Perez M. Over-ageing of an Al–Mg–Si alloy with silicon excess // *Materials Science and Engineering: A*. 2018. V. 730. P. 92–105.
7. Lityńska-Dobrzyńska L. Effect of heat treatment on the sequence of phases formation in Al–Mg–Si alloy with Sc and Zr additions // *Archives of Metallurgy and Materials* 2006. V. 51, N 4. P. 555–560.
8. Madhusudhan Reddy G., Mukhopadhyay A.K., Sambasiva Rao A. Influence of scandium on weldability of 7010 aluminium alloy // *Science and Technology of Welding and Joining*. 2005. V. 10, N 4. P. 432–441.
9. Елагин В.И., Захаров В.В., Ростова Т.Д. Перспективы легирования алюминиевых сплавов скандием // *Цветные металлы*. 1982. Т. 7. С. 96–99.
10. Zakharov V.V. Combined alloying of aluminum alloys with scandium and zirconium // *Metal Science and Heat Treatment*. 2014. V. 56, N 5. P. 281–286.
11. Wang F., Qiu, D., Liu, Z.L., Taylor, J.A., Easton, M.A., Zhang, M.X. The grain refinement mechanism of cast aluminium by zirconium // *Acta Materiala*. 2013. V. 61, N 15. P. 5636–5645.
12. Sukhanov A.V., Rokhlin L.L., Bochvar N.R. Construction of Al-based solid-solution range boundaries in the Al–Sc–Si system at 550 and 500 °C. // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2011. V. 11. P. 1064–1068.
13. Rokhlin L.L., Bochvar N.R., Leonova N.P., Sukhanov A.V. Effect of additional doping with scandium and scandium with zirconium on strength properties of the alloys of Al–Mg<sub>2</sub>Si system // *Inorg. Mater*. 2016. V. 15. P. 1467–1471.
14. Gao Y.H., Kuang J., Zhang J.Y., Liu G., Sun J. Tailoring precipitation strategy to optimize microstructural evolution, aging hardening and creep resistance in an Al–Cu–Sc alloy by isochronal aging // *Materials Science and Engineering: A*. 2020. V. 795. P. 139943.
15. Aryshenskii E., Lapshov M., Hirsch J., Konovalov S., Bazhenov V., Drits A., Zaitsev D. Influence of the small Sc and Zr additions on the as-cast microstructure of Al–Mg–Si alloys with excess silicon // *Metals*. 2021. V. 11, N 11. P. 1797.
16. Falahati A., Lang P., Kozeschnik E. Precipitation in Al-alloy 6016 – the role of excess vacancies // *Materials Science Forum*. 2012. V. 706. P. 317–322.

17. Røyset J., Ryum N. Scandium in aluminium alloys // *International Materials Reviews*. 2005. V. 50. N 1. P. 19–44.

18. Fuller C.B., Seidman D.N., Dunand D.C. Mechanical properties of Al (Sc, Zr) alloys at ambient and elevated temperatures // *Acta materialia*. 2003. V. 51, N 16. P. 4803–4814.

19. Nes E. Precipitation of the metastable cubic Al<sub>3</sub>Zr-phase in subperitectic Al–Zr alloys // *Acta Metallurgica*. 1972. V. 20, N 4. P. 499–506.

### Информация об авторах

С. В. Коновалов – доктор технических наук, профессор, проректор по научной и инновационной деятельности Сибирского государственного индустриального университета, главный научный сотрудник ОНИЛ-4 Самарского университета.

Е. В. Арышенский – кандидат технических наук, доцент, научный руководитель ОНИЛ №4 Самарского университета.

Д. Ю. Распосиенко – кандидат технических наук, старший научный сотрудник лаборатории цветных сплавов Института физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН.

В. В. Макаров – научный сотрудник лаборатории цветных сплавов Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН.

М. В. Солопаев – лаборант ОНИЛ №4 Самарского университета, студент группы 1419-150301D Самарского университета.

М. А. Лапишов – инженер ОНИЛ №4 Самарского университета, аспирант группы AI\_02.06.01 Самарского университета.

### References

1. Savchenkov, S., Kosov, Y., Bazhin, V., Krylov, K. & Kawalla, R. (2021). Microstructural Master Alloys Features of Aluminum-Erbium System. *Crystals*, 11(11), 1353.

2. Alattar, A. L. & Bazhin, V. Y. (2021). Development properties of aluminum matrix composites reinforced by particles of boron carbide. *In Journal of Physics: Conference Series*, 1990(1), 012018.

3. Gutema, E. M. & Bazhin, V. Y. (2018). Hardness of aluminum metal matrix composite reinforced with magnesium coated particles of silicon carbide-squeeze casting. In *Innovation-Based Development of the Mineral Resources Sector: Challenges and Prospects*, 383–390.

4. Edwards, G. A., Stiller, K., Dunlop, G. L. & Couper, M. J. (1998). The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys. *Acta materialia*, 46(11), 3893–3904.

5. Kolachev, B. A., Elagin, V. I. & Livanov, V. A. Metallurgy and heat treatment of non-ferrous metals and alloys. MISIS. 2005. P. 432. (In Russ.).

6. Meyruey, G., Massardier, V., Lefebvre, W. & Perez, M. (2018). Over-ageing of an Al–Mg–Si alloy with silicon excess. *Materials Science and Engineering: A*, 730, 92–105.

7. Lityńska-Dobrzyńska, L. (2006). Effect of heat treatment on the sequence of phases formation in Al–Mg–Si alloy with Sc and Zr additions. *Archives of Metallurgy and Materials*, 51(4), 555–560.

8. Madhusudhan Reddy, G., Mukhopadhyay, A. K. & Sambasiva Rao, A. (2005). Influence of scandium on weldability of 7010 aluminium alloy. *Science and Technology of Welding and Joining*, 10(4), 432–441.

9. Elagin, V. I., Zakharov, V. V. & Rostova, T. D. (1982). Prospects in alloying of aluminium alloys with scandium. *Tsvetnye metally*, 96–99. (In Russ.).

10. Zakharov, V. V. (2014). Combined alloying of aluminum alloys with scandium and zirconium. *Metal Science and Heat Treatment*, 56(5), 281–286.

11. Wang, F., Qiu, D., Liu, Z. L., Taylor, J. A., Easton, M. A. & Zhang, M. X. (2013). The grain refinement mechanism of cast aluminium by zirconium. *Acta materialia*, 61(15), 5636–5645.

12. Sukhanov, A. V., Rokhlin, L. L. & Bochvar, N. R. (2011). Construction of Al-based solid-solution range boundaries in the Al–Sc–Si system at 550 and 500 °C. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2011(11), 1064–1068.

13. Rokhlin, L. L., Bochvar, N. R., Leonova, N. P. & Sukhanov, A. V. (2016). Effect of additional doping with scandium and scandium with zirconium on strength properties of the alloys of Al–Mg<sub>2</sub>Si system. *Inorganic Materials*, 52(15), 1467–1471.

14. Gao, Y. H., Kuang, J., Zhang, J. Y., Liu, G. & Sun, J. (2020). Tailoring precipitation strategy to optimize microstructural evolution, aging hardening and creep resistance in an Al–Cu–Sc alloy by isochronal aging. *Materials Science and Engineering: A*, 795, 139943.

15. Aryshenskii, E., Lapshov, M., Hirsch, J., Konovalov, S., Bazhenov, V., Drits, A. & Zaitsev, D. (2021). Influence of the small Sc and Zr addi-

tions on the as-cast microstructure of Al–Mg–Si alloys with excess silicon. *Metals*, 11(11), 1797.

16. Falahati, A., Lang, P. & Kozeschnik, E. (2012). Precipitation in Al-alloy 6016 – the role of excess vacancies. In *Materials Science Forum*, 706, pp. 317–322.

17. Røyset, J. & Ryum, N. (2005). Scandium in aluminium alloys. *International Materials Reviews*, 50(1), 19–44.

18. Fuller, C. B., Seidman, D. N. & Dunand, D. C. (2003). Mechanical properties of Al (Sc, Zr) alloys at ambient and elevated temperatures. *Acta materialia*, 51(16), 4803–4814.

19. Nes, E. (1972). Precipitation of the metastable cubic Al<sub>3</sub>Zr-phase in subperitectic Al–Zr alloys. *Acta Metallurgica*, 20(4), 499–506.

#### **Information about the authors**

*S. V. Konovalov – Doctor of Technical Sciences, Professor, Vice-Rector for Scientific and In-*

*novative Activities of the Siberian State Industrial University; Chief Researcher of ONIL–4 of Samara University.*

*E. V. Aryshensky – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Scientific Supervisor ONIL No. 4 of Samara University.*

*D. Yu. Rasposienko – Candidate of Technical Sciences, Senior Researcher at the Laboratory of Non-ferrous Alloys of the Institute of Metal Physics named after M.N. Mikheev of UB RAS.*

*V. V. Makarov – Researcher at the Laboratory of Non-ferrous Alloys of the Institute of Metal Physics named after M.N. Mikheev of UB RAS.*

*M. V. Solopaev – Laboratory Assistant of ONIL No. 4, Student of group 1419-150301D of Samara University.*

*M. A. Lapshov – Engineer of ONIL No.4, Post-Graduate Student of group AI\_02.06.01 of Samara University.*

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.  
The authors declare that there is no conflict of interest.

Статья поступила в редакцию 10.04.2023; одобрена после рецензирования 24.04.2023; принята к публикации 10.05.2023.

The article was received by the editorial board on 10 Apr. 23; approved after reviewing 24 Apr. 23; accepted for publication 10 May 23.