

«Утверждаю»

Директор ФТИ УрО РАН,

д.ф.-м.н. Ладьянов В.И.



Отчет

по анализу алюминиевых прутков

Исследования образцов Al-сплавов проводили на представленных ЗАО «Уральский Проект» 10 образцах, представляющие собой прутки  $\varnothing$  16-18 мм. Проведен комплекс исследований, включающий химический анализ, рентгеноструктурный анализ, металлографические исследования, электронно-просвечивающая и растровая микроскопии и ДТА.

Рентгеноструктурный анализ выполнен на дифрактометре Bruker (D8 ADVANCE),  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении. Фазовый анализ проводили с использованием базы данных порошковой дифрактометрии PDF2. Прецизионное определение параметра решетки исследуемого алюминия выполнено экстраполированием используя функцию Нельсона – Райли. Оценка блоков когерентного рассеяния выполнена с использованием пакета программ Mis&A

Металлографические исследования проводили на микроскопе Neophot 21. Вытравливание микроструктуры образцов осуществляли химическим методом с последовательным травлением в двух реактивах - 1) 20% водным раствором HCl и 2) 20% водный раствор HF. Для выявления макроструктуры использовали реактив состава: 30 мл HCl, 25 мл  $\text{HNO}_3$ , 20 мл HF, 10 мл  $\text{H}_2\text{O}$ , 15 мл этилового спирта.

Дифференциальный термический анализ проводили на автоматизированной установке ВТА-983 в защитной атмосфере гелия, прошедшего две стадии очистки медной стружкой и титановой губкой. Исследования проводили в тиглях из  $\text{Al}_2\text{O}_3$  в режиме нагрева и последующего

охлаждения после выдержки при заданной температуре в течении 20 минут. Скорость изменения температуры ( $V_{нагр}=V_{охл}$ ) составляла 20°C/мин.

Полный химический анализ Al выполнен на эмиссионном спектрометре МФС-8. Для определения степени чистоты алюминиевых образцов произвольно были выбраны образцы № 7к, 1.4 и 2.12. Результаты анализа представлены в таблице 1. Видно, что исследуемый сплав алюминия имеет высокую степень чистоты, при этом микролегирован Fe и Si.

Таблица 1.

№ обр.	Zr	Zn	Ti	As	Cu	Fe	Si	Mg	Mn	Ni	Pb	Sn	Cd
2.12	0,0012	0,018	0,002	0,006	0,0049	<b>0,20</b>	<b>0,092</b>	0,005	0,0040	0,002	0,001	0,0019	0,000
1.4	0,0015	0,022	0,0011	следы	0,0049	<b>0,25</b>	<b>0,10</b>	0,0061	0,0054	следы	0,006	0,0023	0,0000
7.к	0,0017	0,023	0,0010		0,0050	<b>0,22</b>	<b>0,10</b>	0,0044	0,0053		0,007	0,0022	0,000

Методом рентгеновской дифракции показано, что все десять анализируемых образцов характеризуются ГЦК структурой Al (рис.1), кроме того присутствует незначительное количество оксидов, которые, наиболее вероятно, имеют пленочный характер (наличие оксидных пленок является неотъемлемым свойством алюминиевых сплавов). Качественный анализ показал присутствие набора оксидов алюминия различного стехиометрического состава (см.вставку рис.1).

Все анализируемые образцы имеют различную степень текстурованности в направлении (200) и, соответственно, в (400). В качестве примера на рис.2 представлена дифрактограмма, соответствующая образцу № 14, для которого обнаружена самая значительная текстурованность структуры, что определяется по соотношению линий от плоскостей (200) и (111).

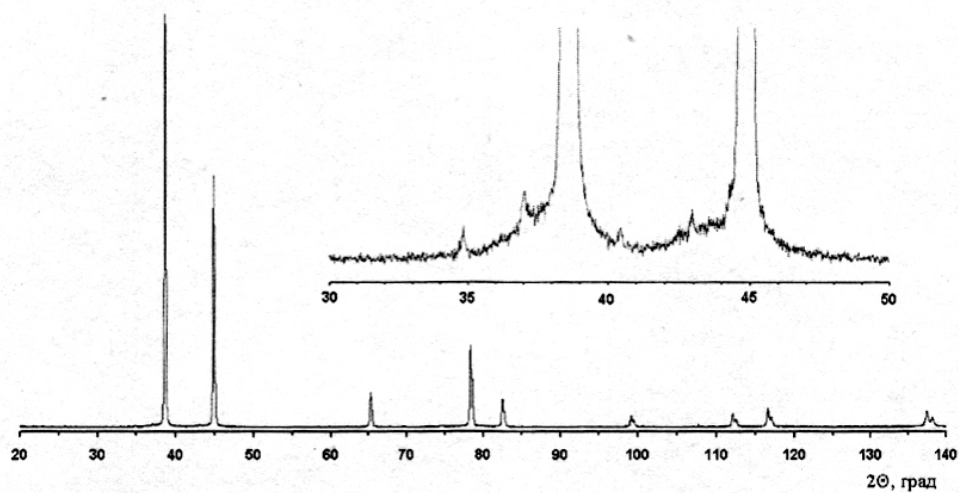


Рис. 1. Характерная дифрактограмма.

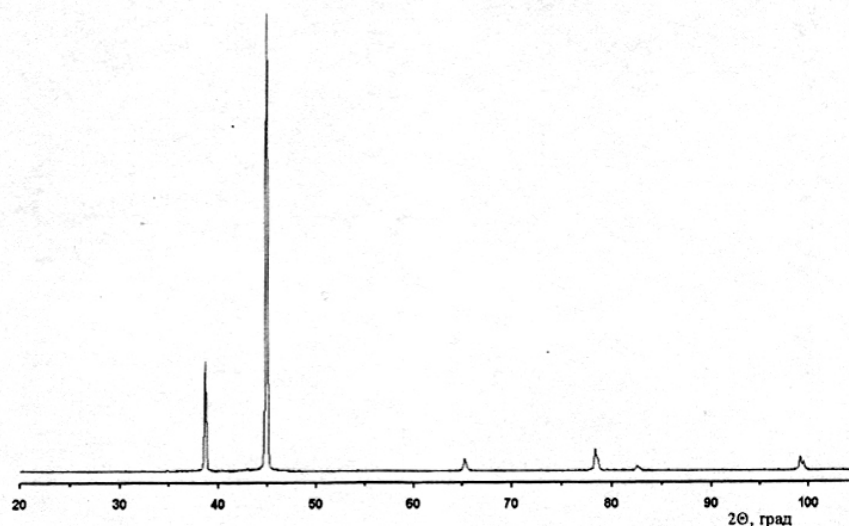


Рис. 2. Рентгенограмма образца № 14.

Результаты расчетов параметра ГЦК-решетки ( $a$ , Å) и диаметров блоков когерентного рассеяния ( $D$ , Å) для всех исследуемых образцов обобщены в таблице 2. Из анализа представленных данных видно, что параметр решетки несколько увеличен по сравнению с справочными данными для чистого Al ( $a = 4,0494$  Å). Увеличенные значения параметра  $a$  объясняется, вероятно, наличием микролегирующих элементов Fe и Si.

Таблица 2.		
Параметр ГЦК-решетки ( $a$ , Å) и диаметр блоков когерентного рассеяния ( $D$ , Å) для всех исследуемых образцов		
образец	$a$ , Å	$D$ , Å
10	$4.0501 \pm 0.0002$	$742 \pm 41$
10.k	$4.0495 \pm 0.0003$	$764 \pm 36$
2.10	$4.0499 \pm 0.0002$	$662 \pm 25$
2.10.sterzen	$4.0506 \pm 0.0002$	$618 \pm 27$
2.3	$4.0505 \pm 0.0003$	$708 \pm 33$
2.12	$4.0512 \pm 0.0003$	$653 \pm 23$
7.k	$4.0496 \pm 0.0002$	$746 \pm 45$
1.4	$4.0510 \pm 0.0003$	$874 \pm 72$
1.k	$4.0502 \pm 0.0003$	$785 \pm 36$
14	$4.0504 \pm 0.0004$	$728 \pm 77$

Полученные методом ДТА термограммы нагрева и охлаждения исследуемых образцов приведены на рис. 3-12. Из рисунков видно, что плавление исследованных слитков протекает в одну стадию в интервале температур  $\sim 40^\circ\text{C}$ . При этом температуры начала (температура солидус  $T_S$ ) и конца плавления (температура ликвидус  $T_L$ ) для всех образцов обобщены в таблице №3. Видно, что  $T_S$  и  $T_L$  всех анализируемых образцов практически совпадают (с учетом ошибки определения температуры, которая в данном методе составляет  $\pm 5^\circ\text{C}$ ). Кристаллизация исследованных образцов начинается в условиях переохлаждения  $\sim 30-40^\circ\text{C}$  и сопровождается одним экзотермическим эффектом.

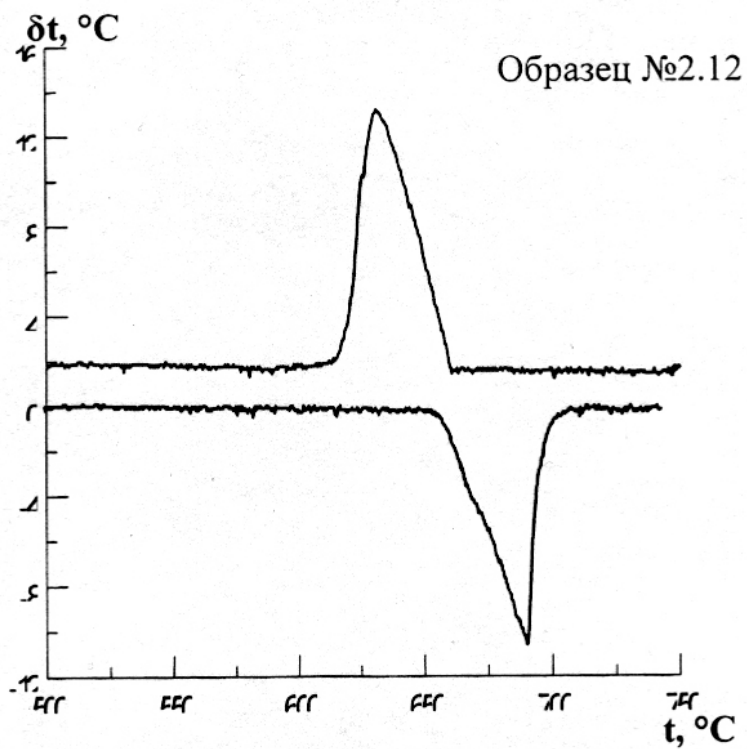


Рис. 3. Термограммы нагрева и охлаждения

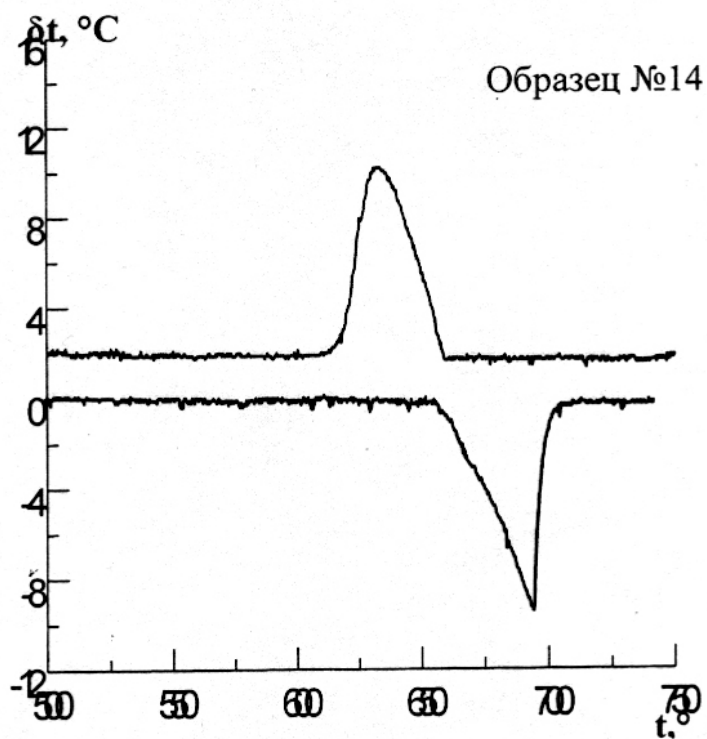


Рис. 4. Термограммы нагрева и охлаждения

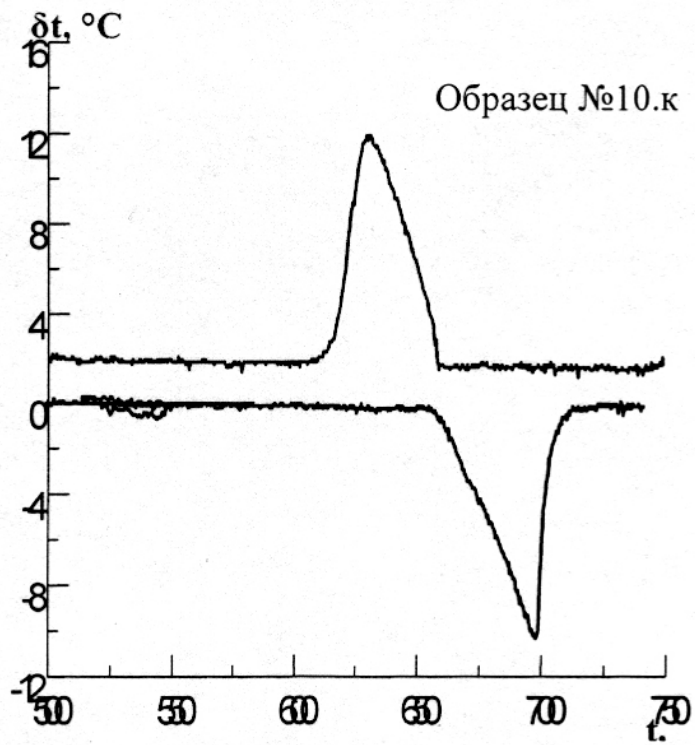


Рис. 5. Термограммы нагрева и охлаждения

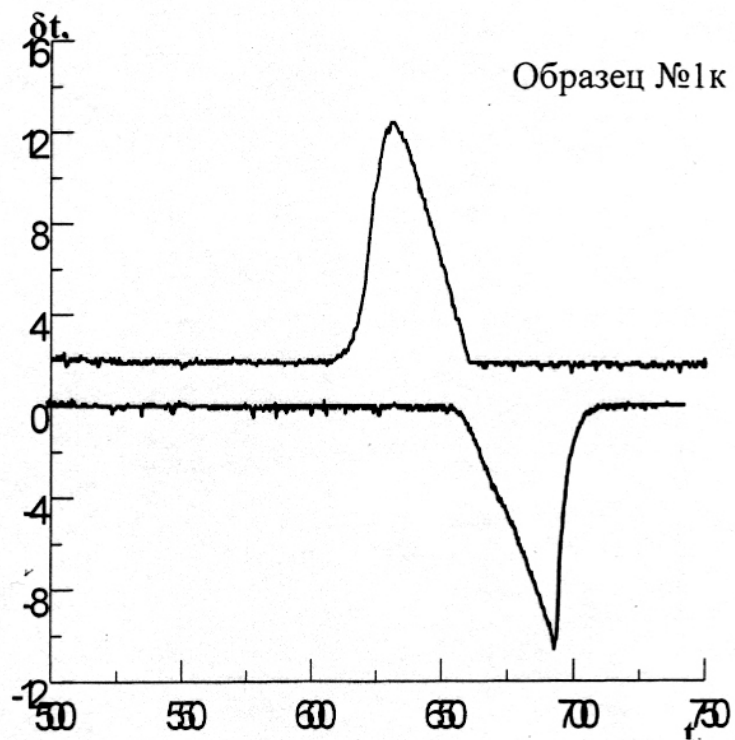


Рис. 6. Термограммы нагрева и охлаждения

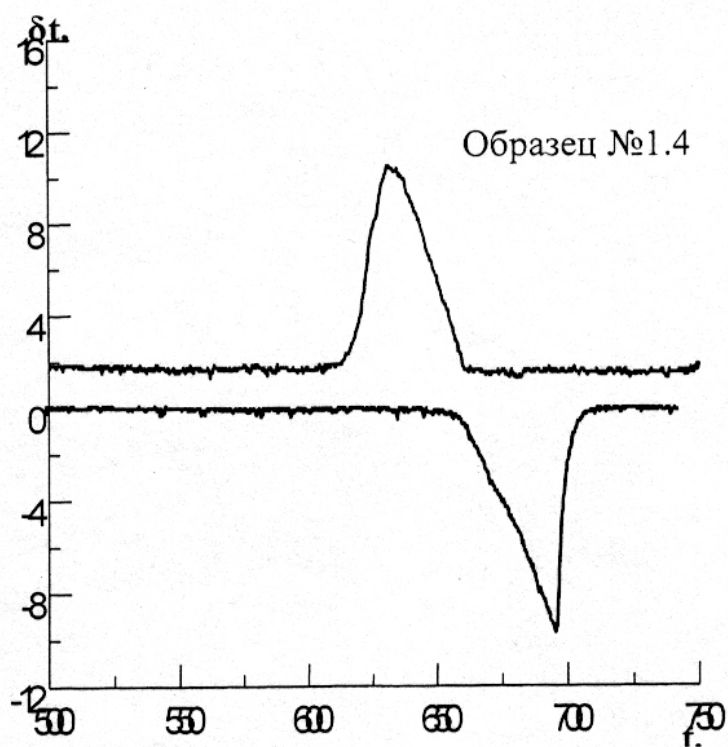


Рис. 7. Термограммы нагрева и охлаждения

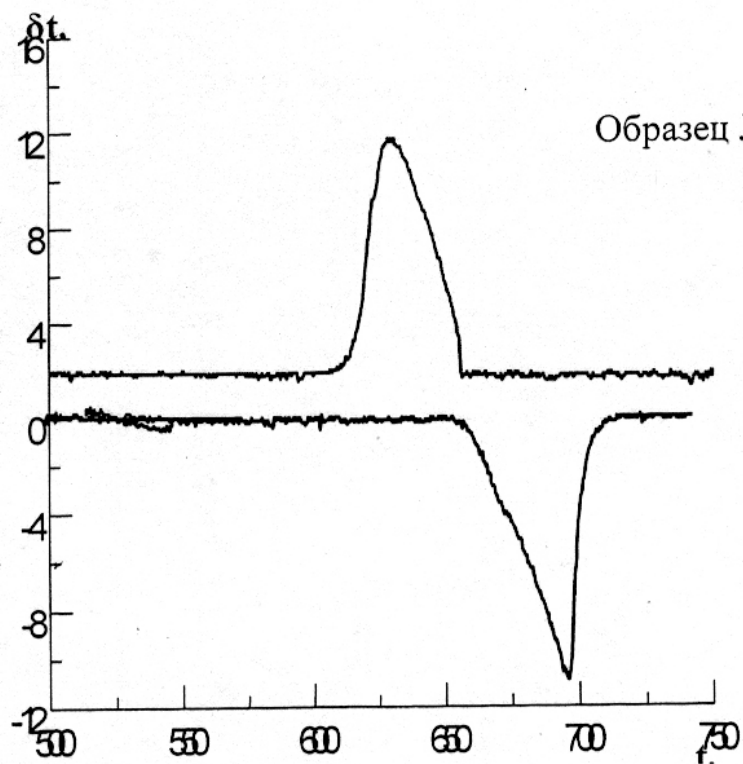


Рис.8. Термограммы нагрева и охлаждения

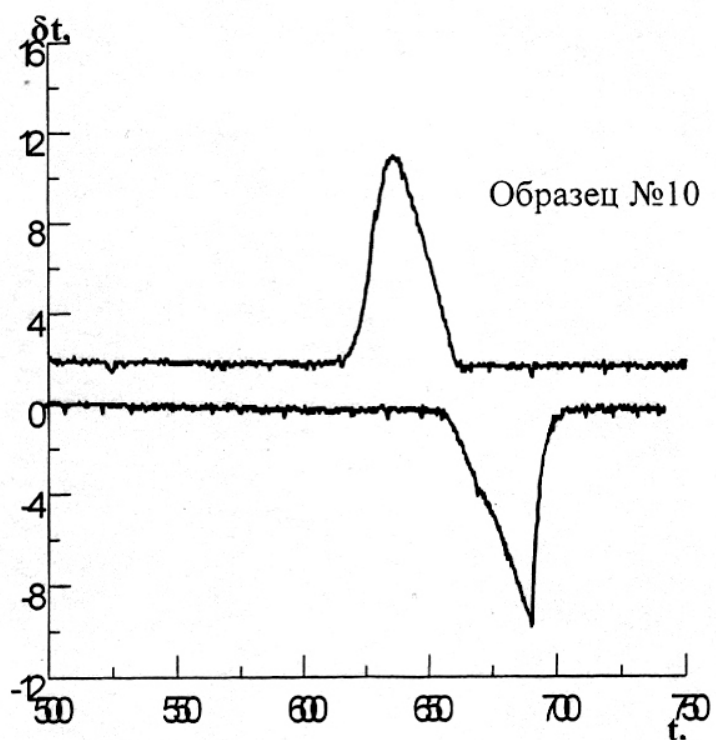


Рис. 9. Термограммы нагрева и охлаждения

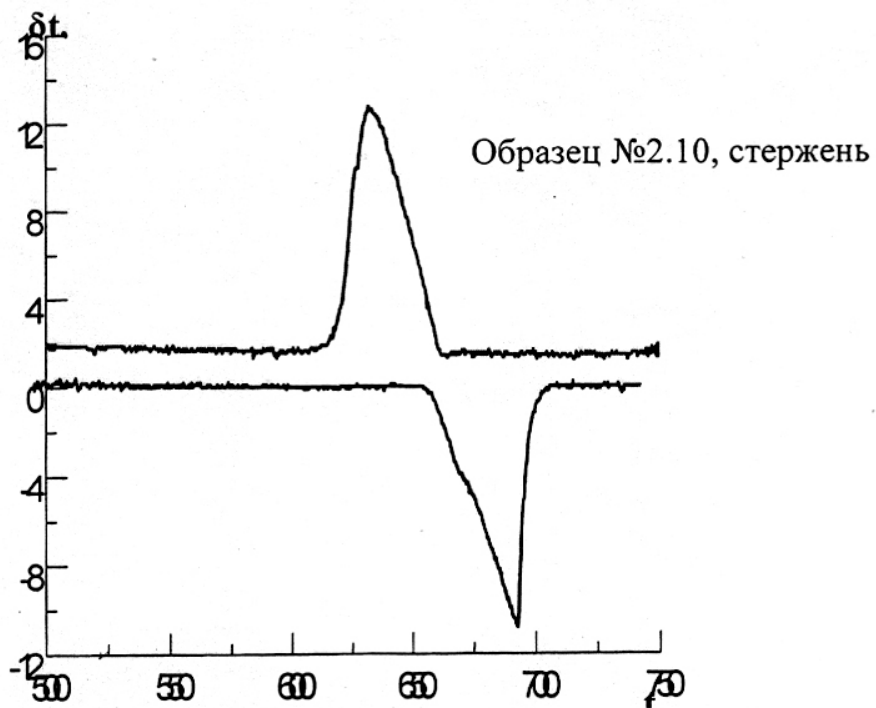


Рис. 10. Термограммы нагрева и охлаждения



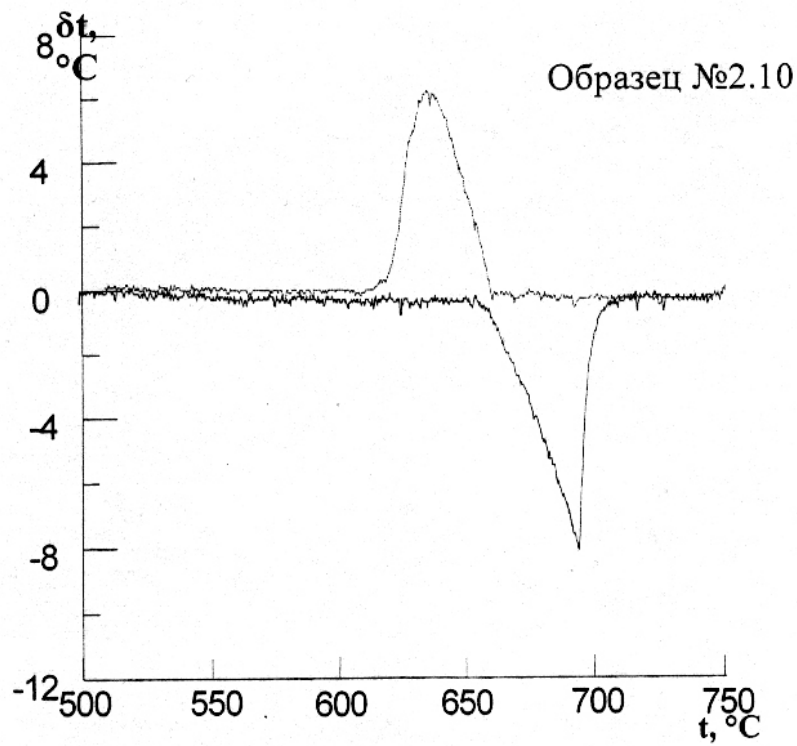


Рис. 11. Термограммы нагрева и охлаждения

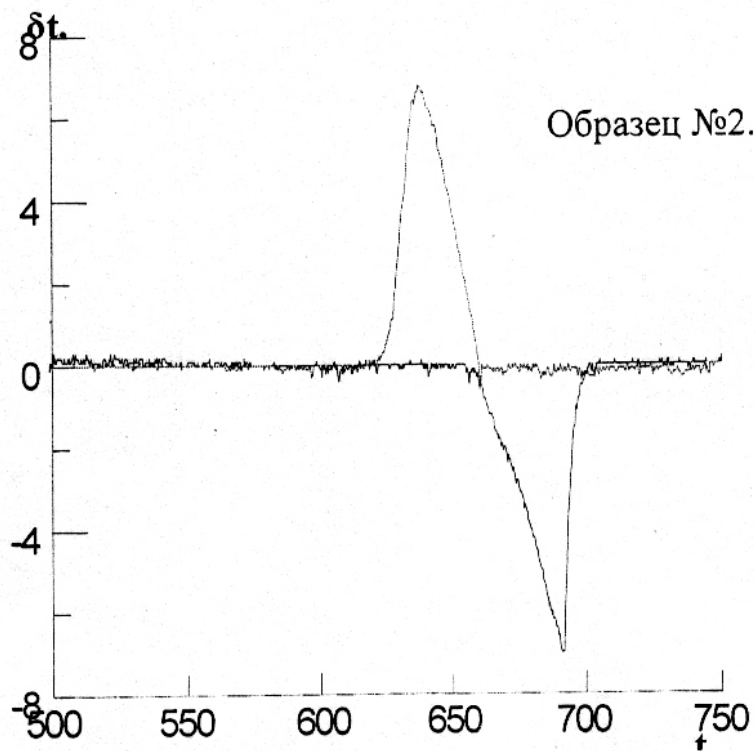


Рис. 12. Термограммы нагрева и охлаждения

Таблица 3

Температуры солидус  $T_s$  и температура ликвидус  $T_L$  для всех образцов

образец	плавление		кристаллизация		$\Delta T_L, ^\circ\text{C}$
	$T_s, ^\circ\text{C}$	$T_L, ^\circ\text{C}$	$T_s, ^\circ\text{C}$	$T_L, ^\circ\text{C}$	
№ 1 Al (2.12)	651	690	631	661	29
№ 2 Al(14)	656	694	632	660	34
№ 3 Al (7K)	655	698	630	659	39
№ 4 Al (10K)	654	693	631	661	32
№ 5 Al (1.4)	652	696	632	660	36
№ 6 Al (1.K)	656	696	629	656	40
№ 7 Al (10)	655	690	635	663	27
№ 8 Al (2.10 стержень)	654	693	632	662	31
№ 9 Al (2.10)	657	690	634	660	30
№10 Al (2.3.)	654	691	636	663	28

Результаты металлографического анализа представлены на рис.13-22 (макроструктура и микроструктура). Все исследуемые образцы имеют неоднородную макро и микроструктуру, наблюдаются ориентированные в различных направлениях полиэдрические ГЦК-зерна. Присутствие примеси железа в сплавах проявляется металлографически в виде зернограницных выделений  $\text{FeAl}_3$ . При локальном распределении примесей Fe и Si появляется скелетообразная эвтектика  $\text{Al}+\alpha(\text{Al}-\text{Fe}-\text{Si})$ , которая имеет характерный вид, представленный на рис.16,д (единичный случай). Окисная пленка металлографически проявляется в виде мелкодисперсных выделений, которые имеют вид аналогичный зернистому перлиту в сталях (наиболее ярко видно на рис.18-20).

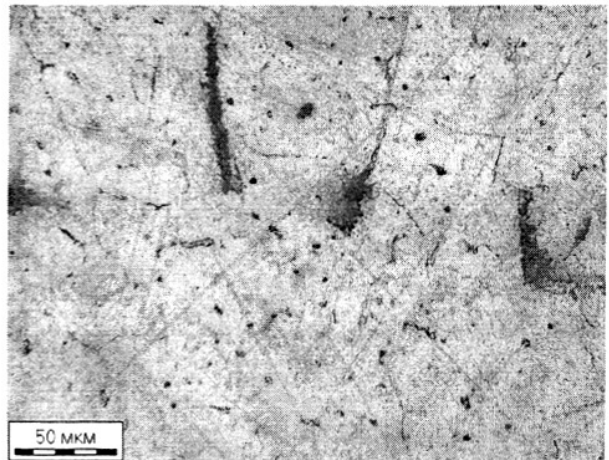
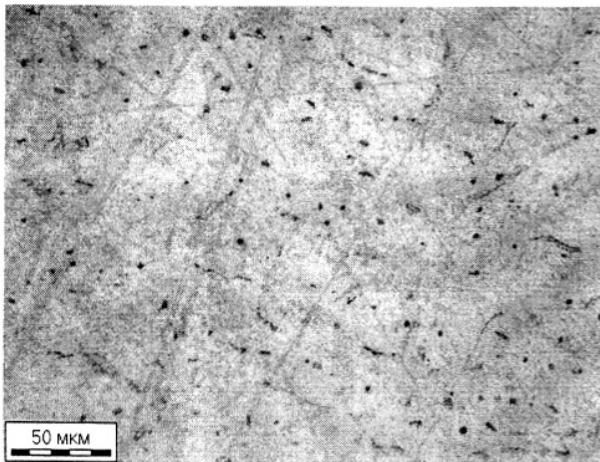
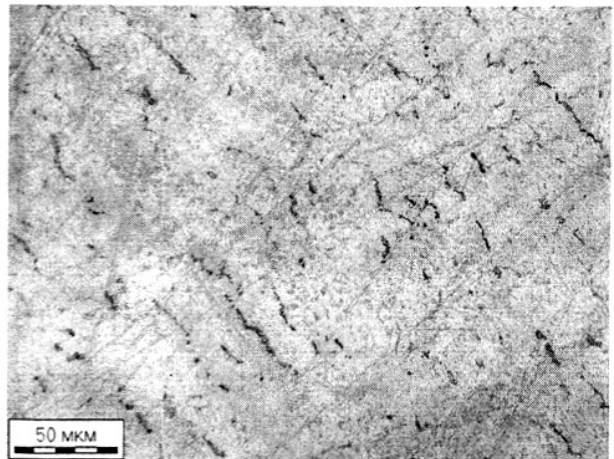
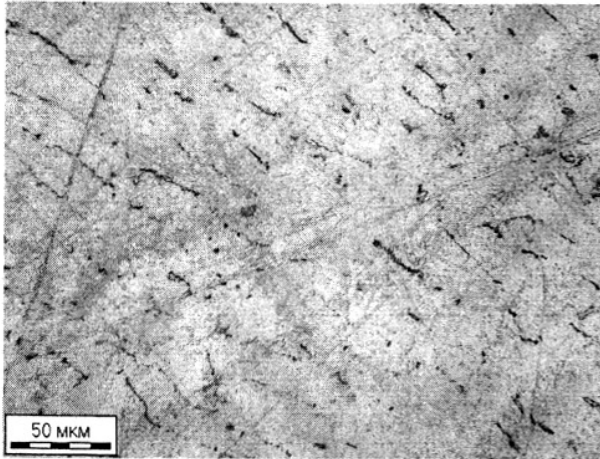
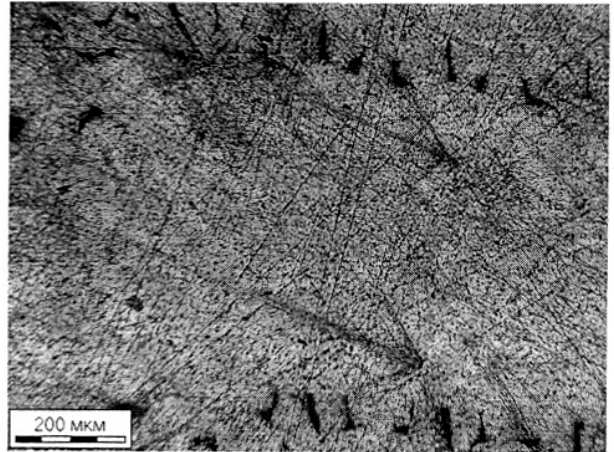
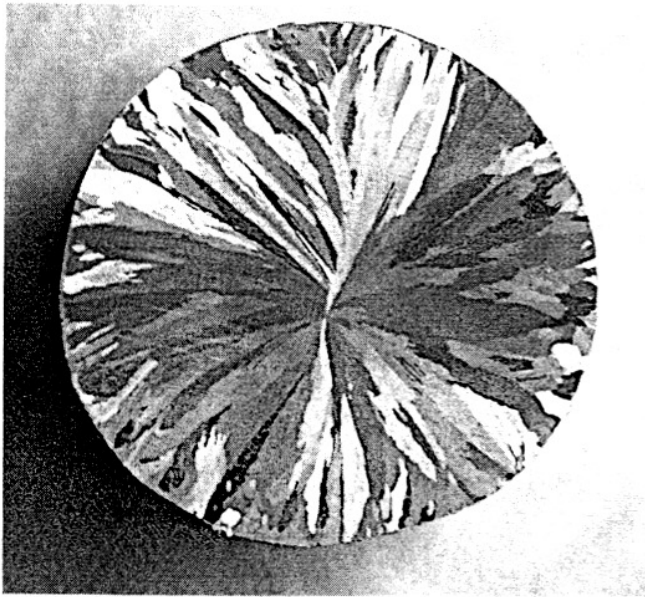


Рис.13. Макро- (а) и микроструктура (б-е) образца 1.к.

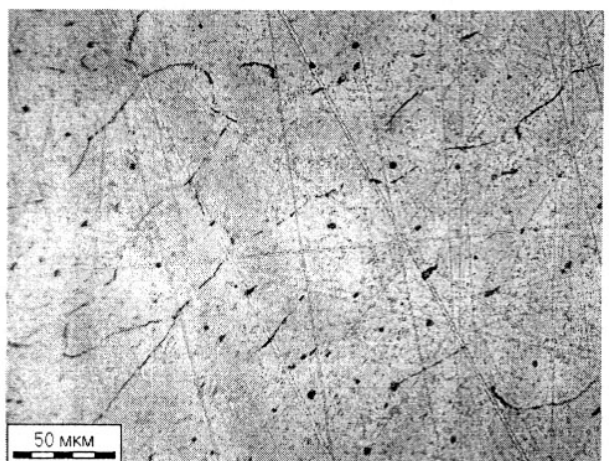
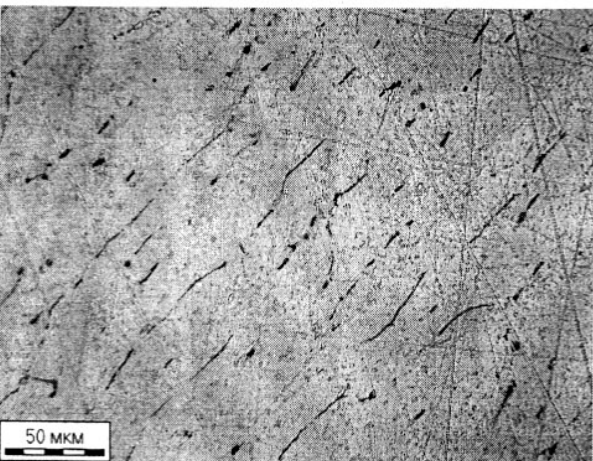
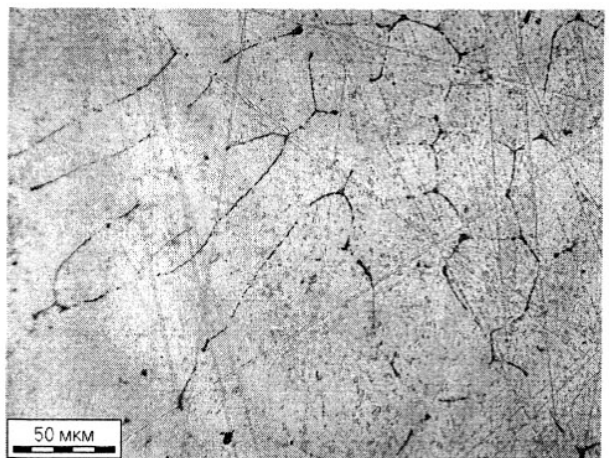
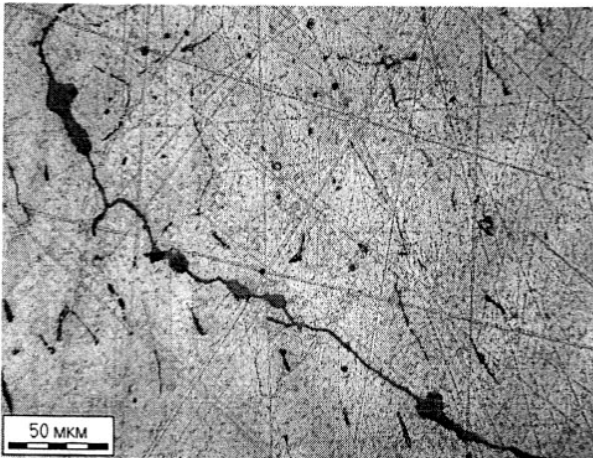
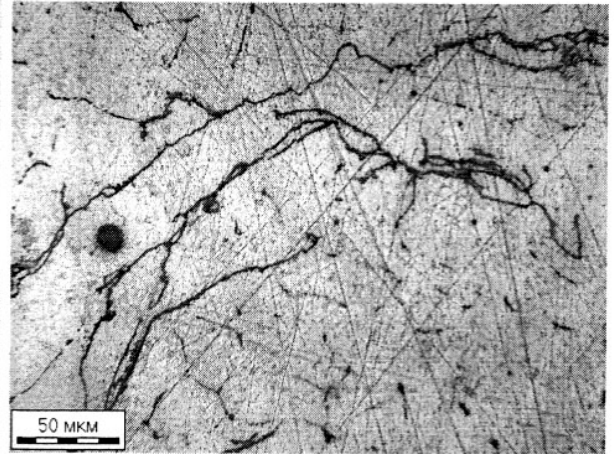
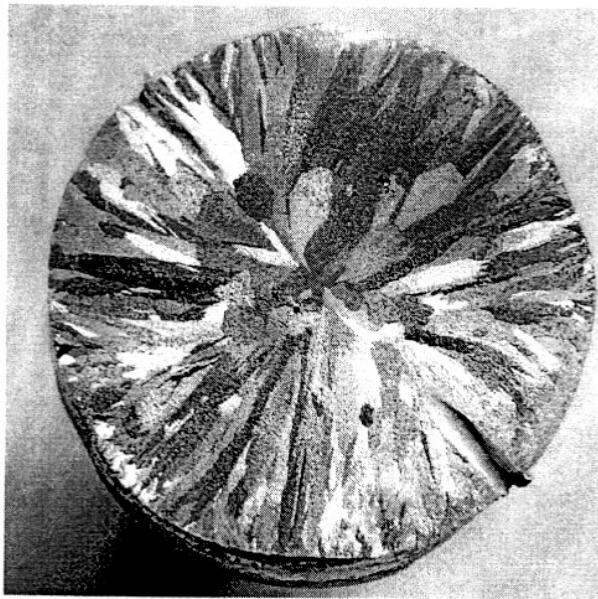


Рис.14. Макро- (а) и микроструктура (б-д) образца 7.к.

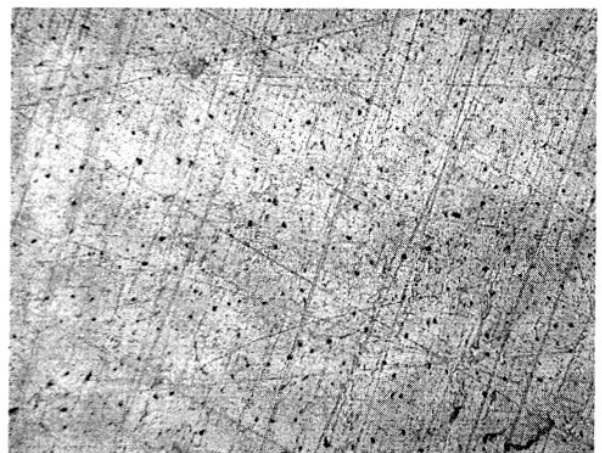
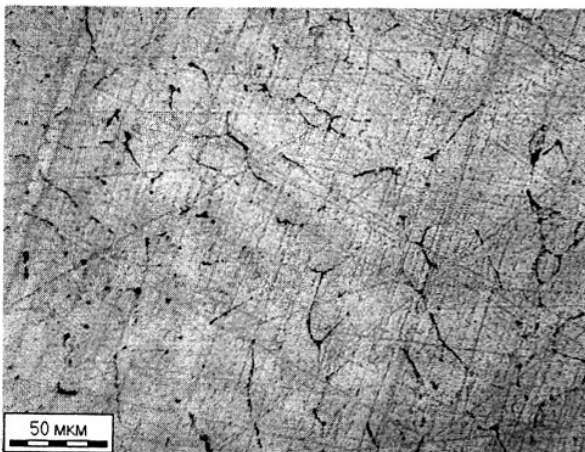
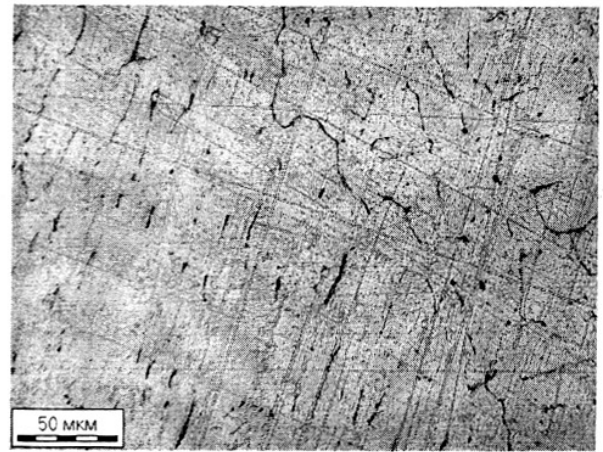
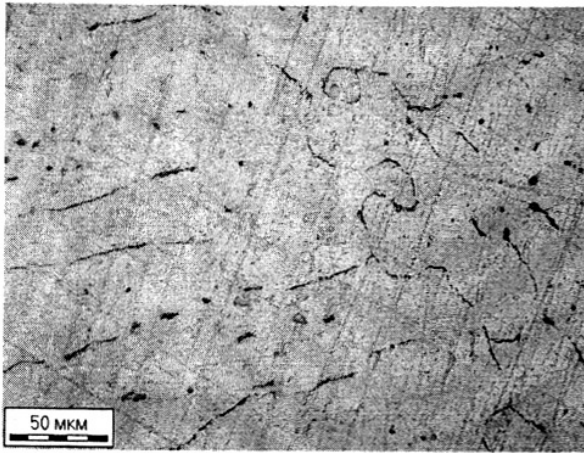
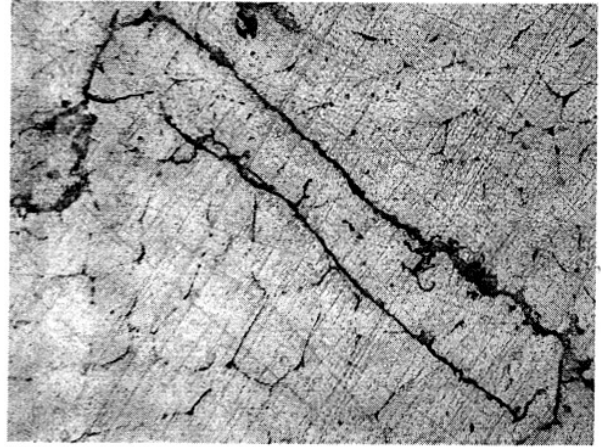
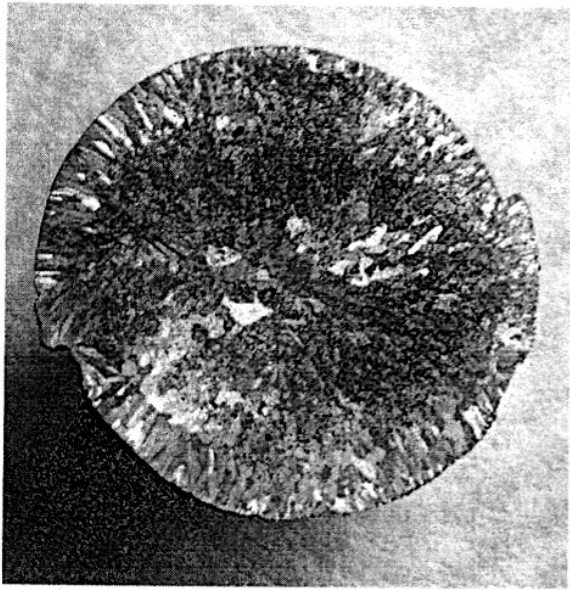


Рис.15. Макро- (а) и микроструктура (б-д) образца 10к.

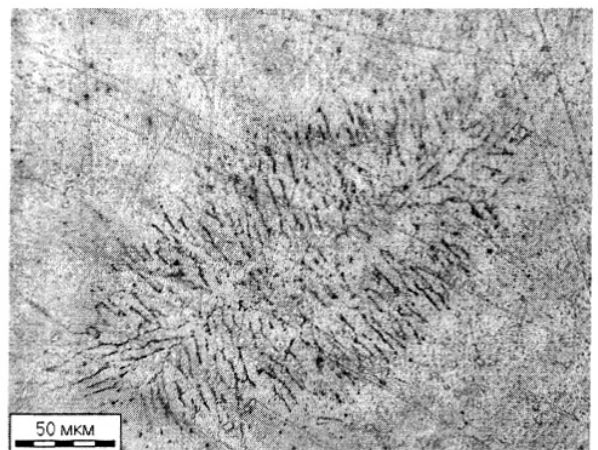
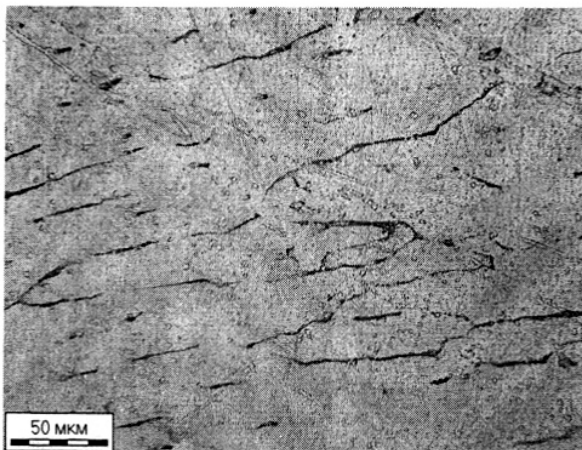
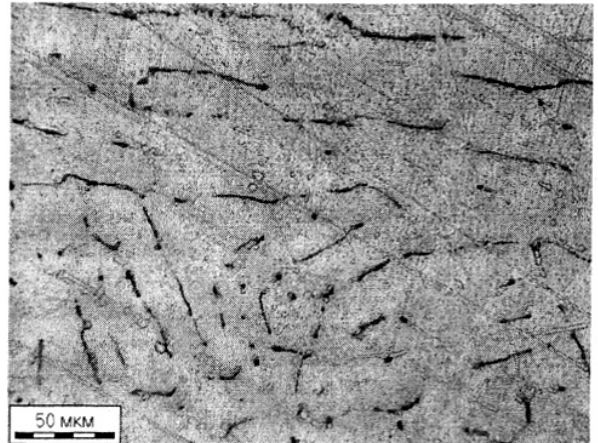
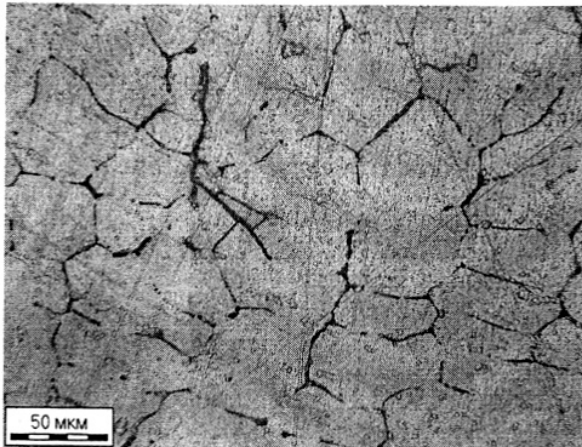
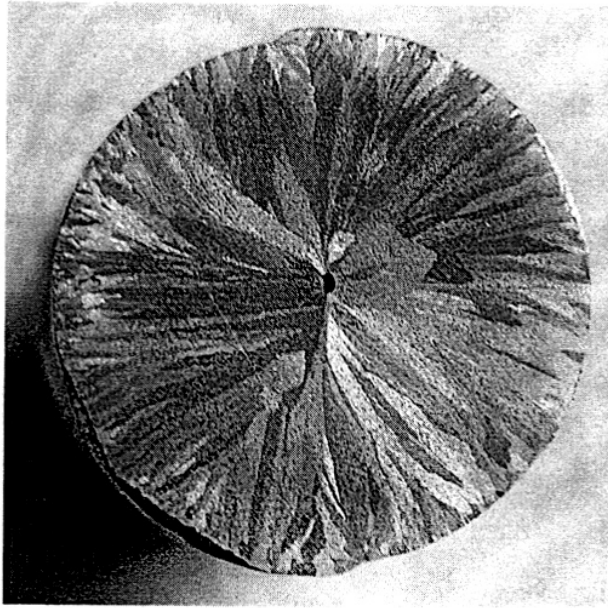


Рис.16. Макро- (а) и микроструктура (б-д) образца 2.12.

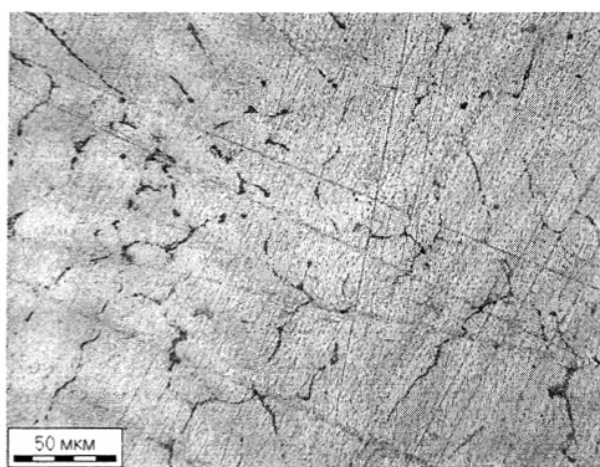
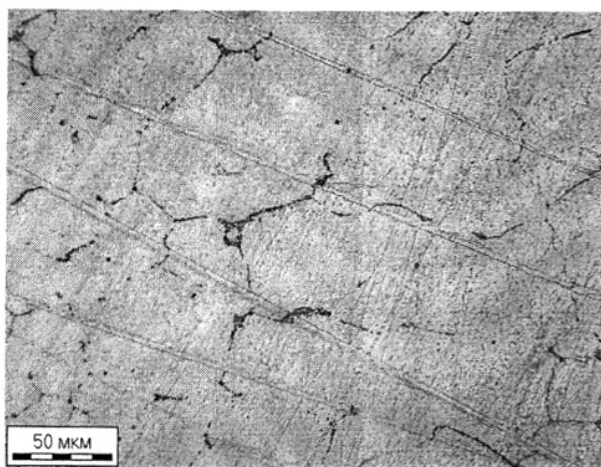
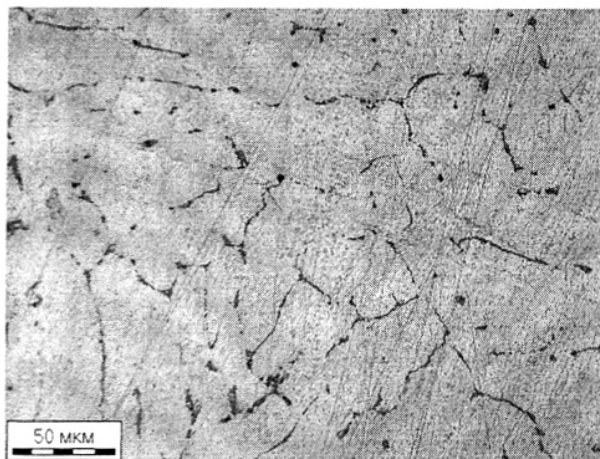
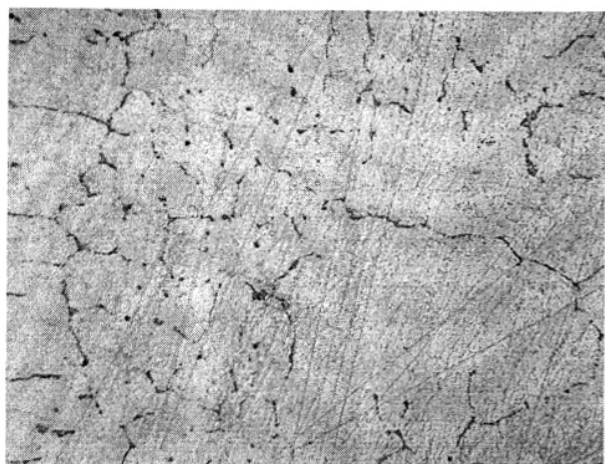
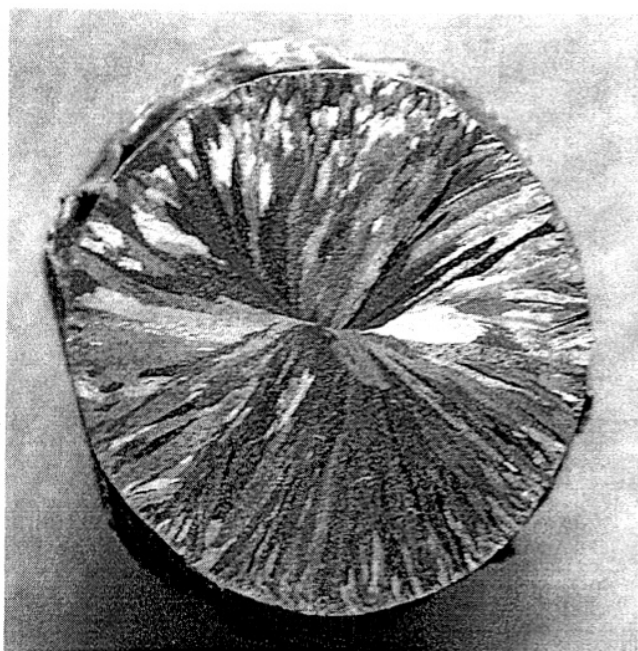


Рис.17. Макро- (а) и микроструктура (б-д) образца 10.

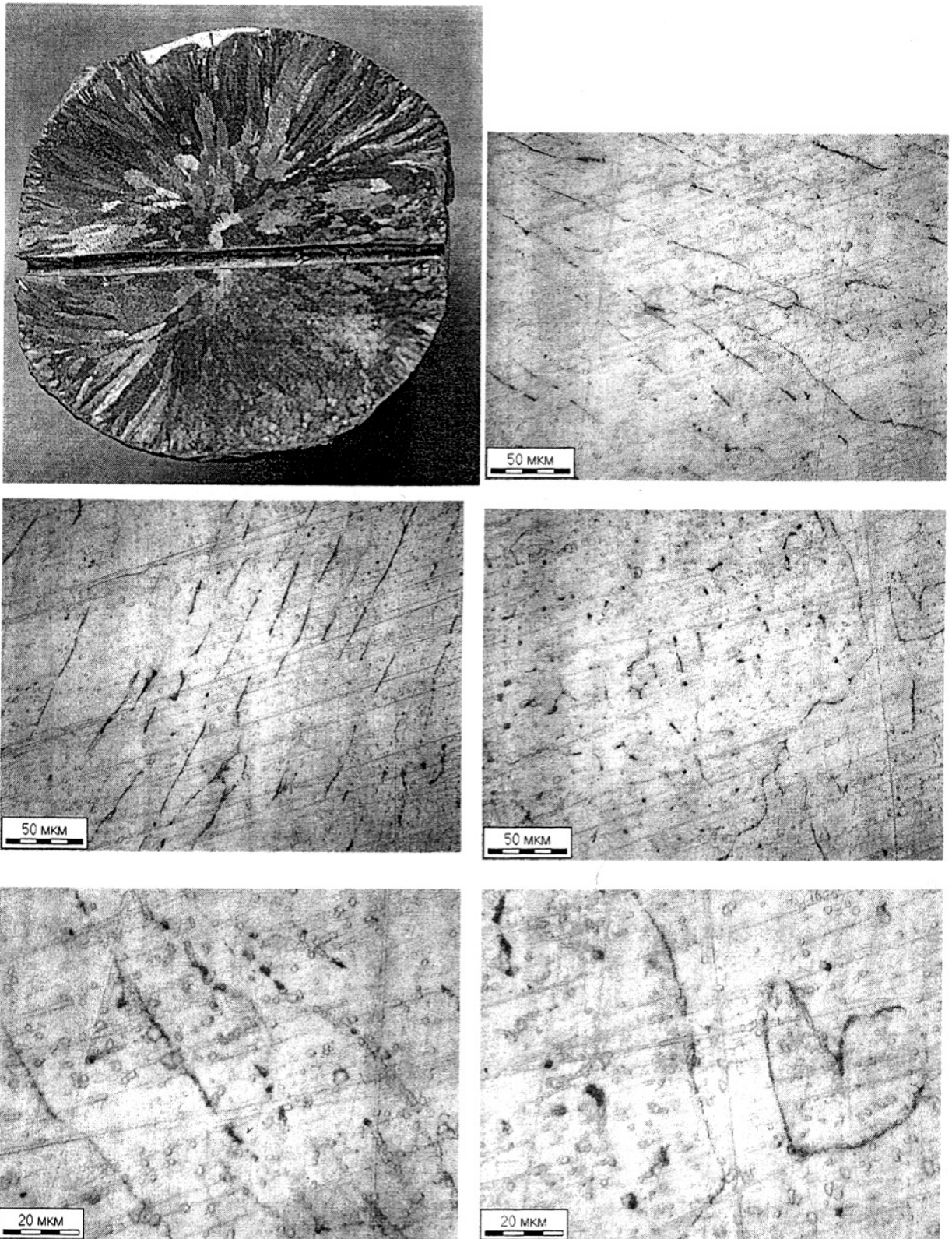


Рис.18. Макро- (а) и микроструктура (б-е) образца 14.



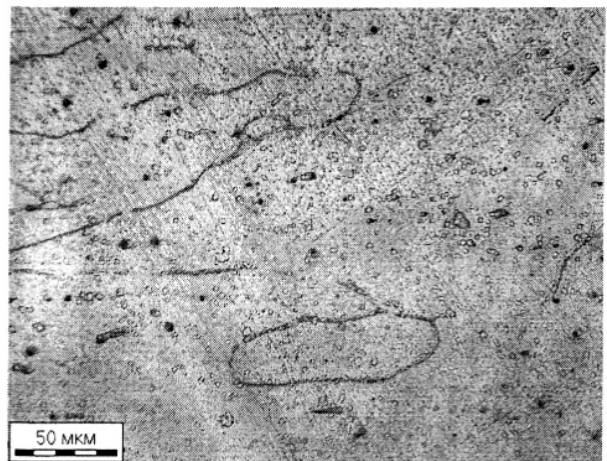
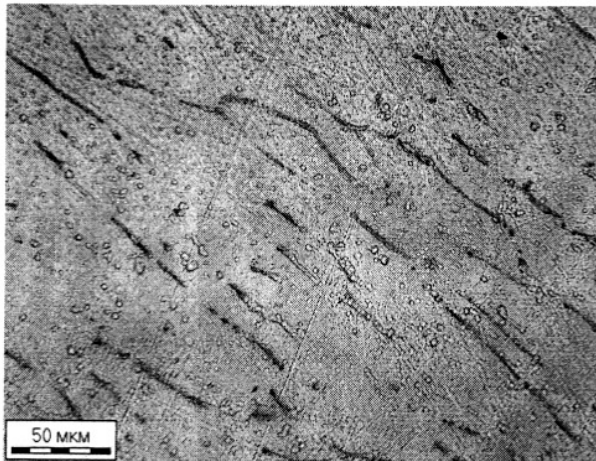
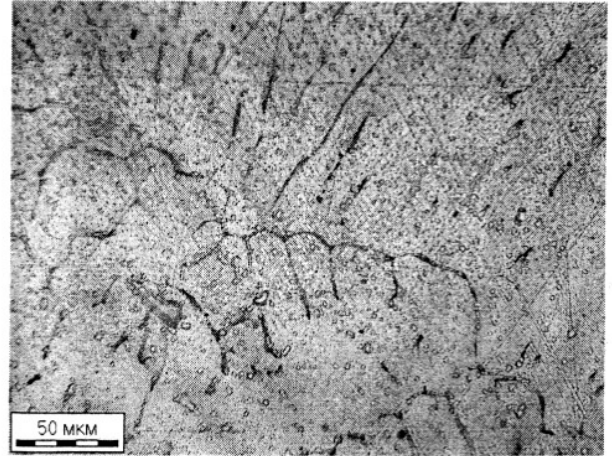
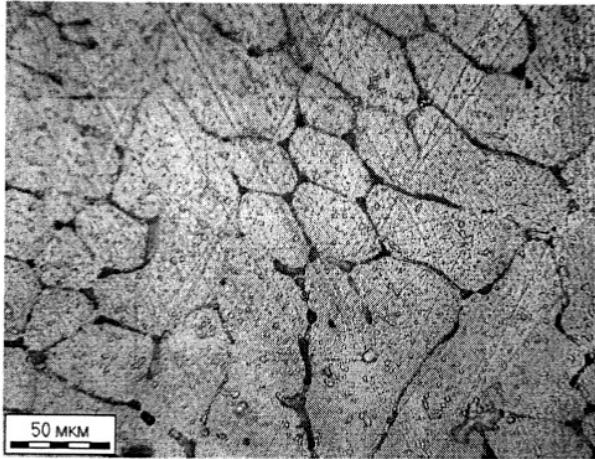
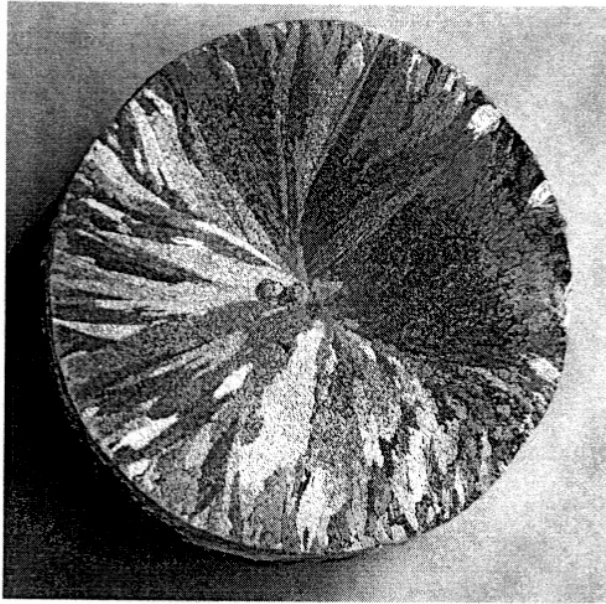


Рис.19. Макро- (а) и микроструктура (б-д) образца 1.4.

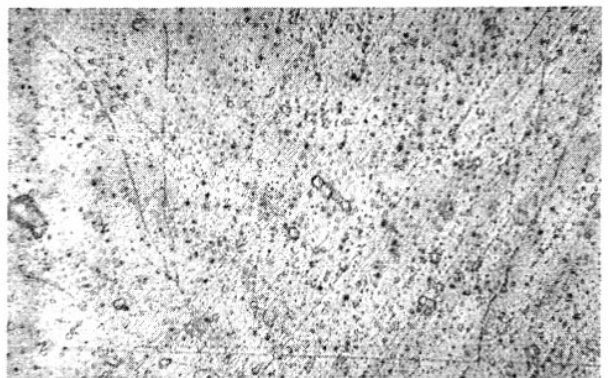
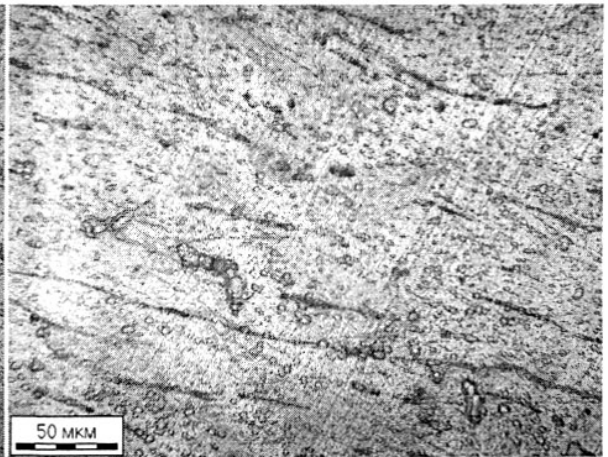
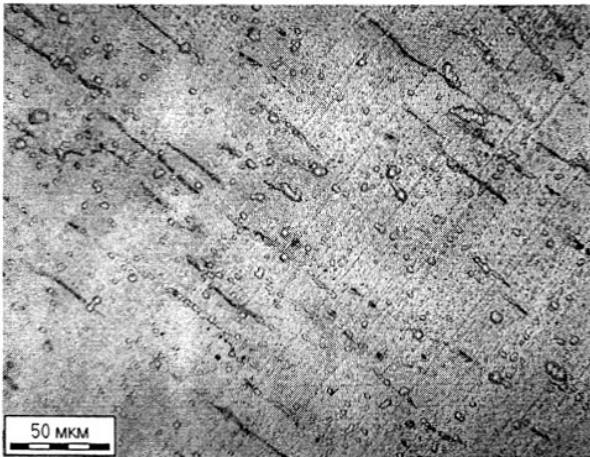
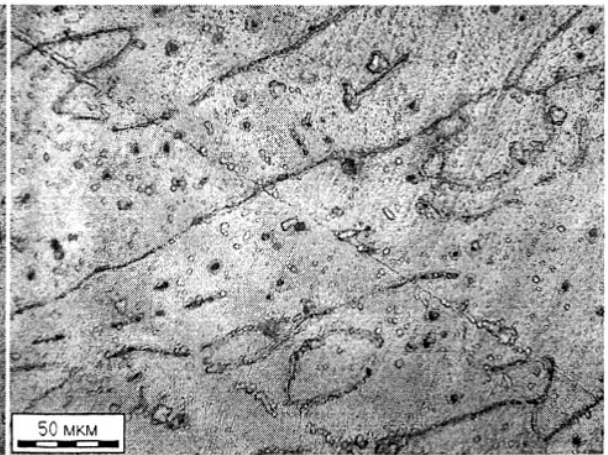
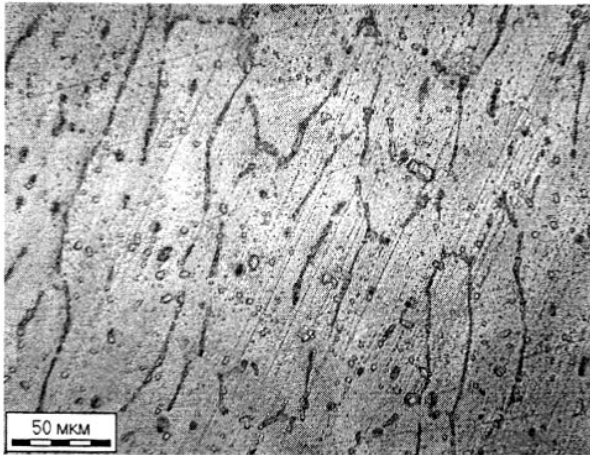
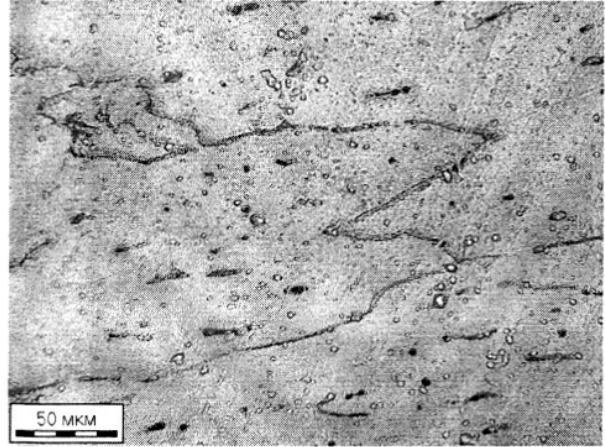
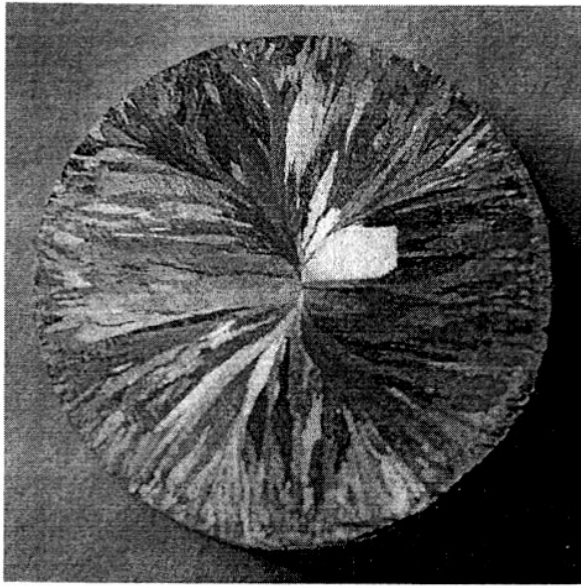


Рис.20. Макро- (а) и микроструктура (б-ж) образца 2.3.

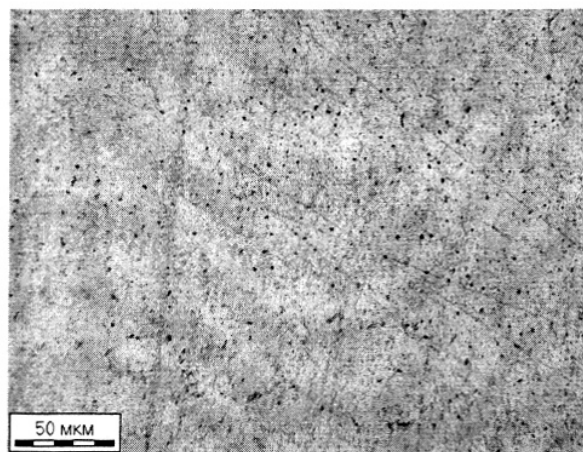
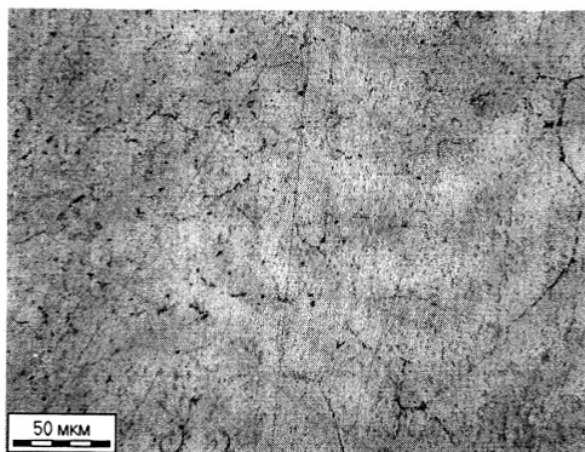
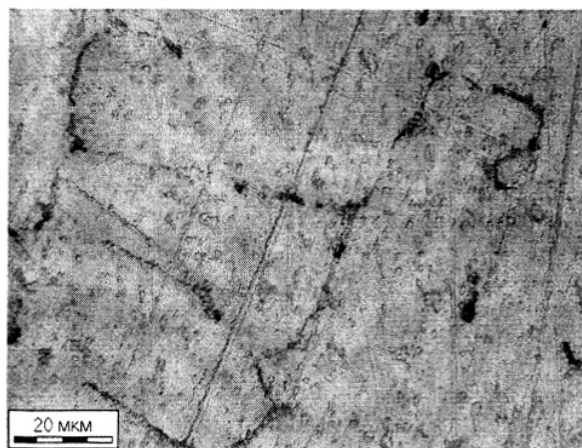
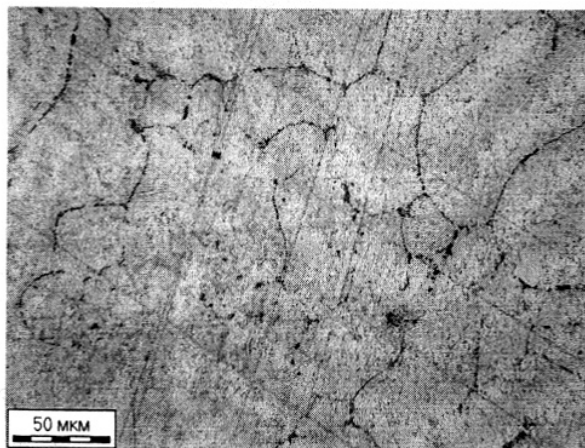
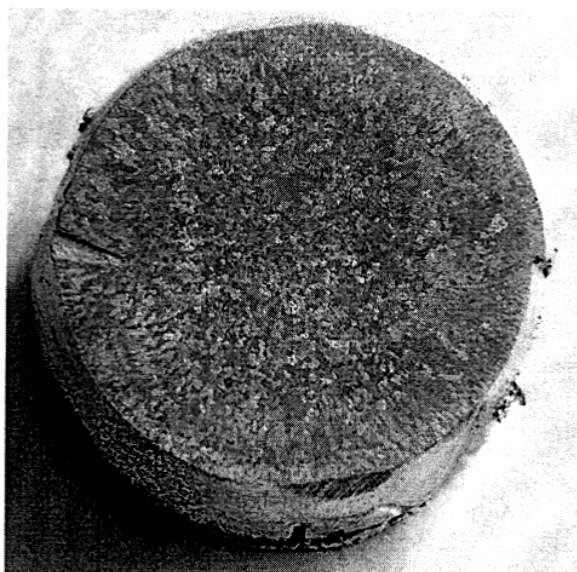


Рис.21. Макро- (а) и микроструктура (б-д) образца 2.10.

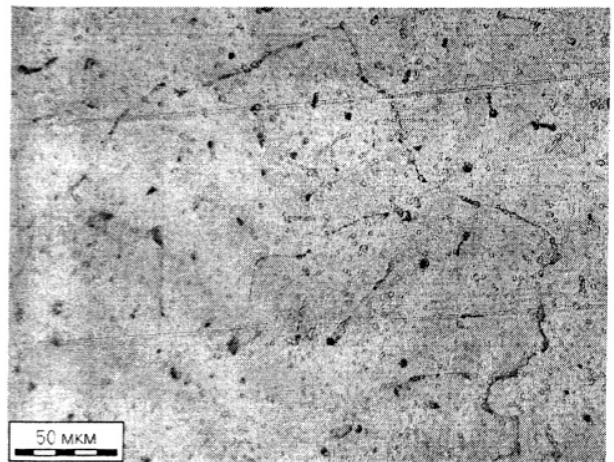
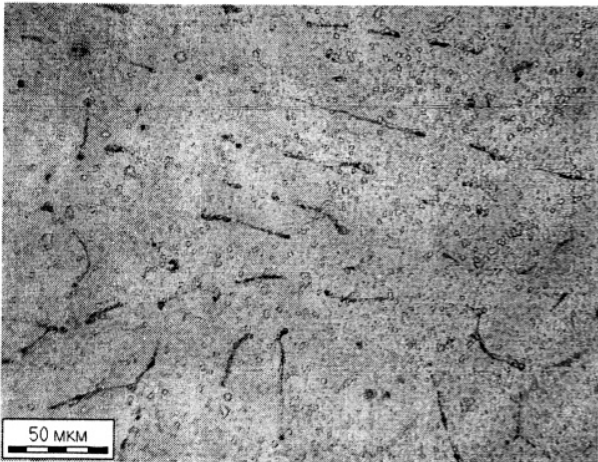
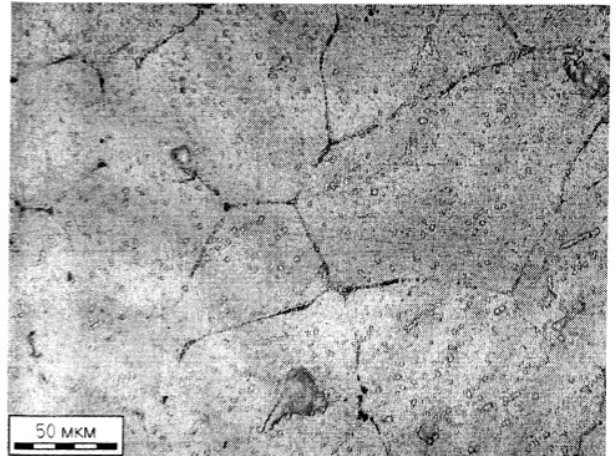
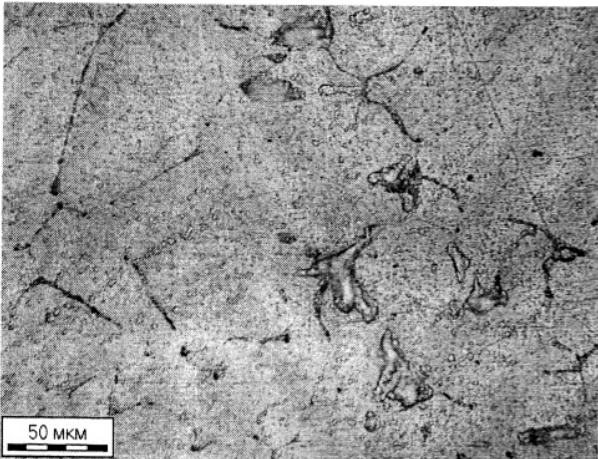
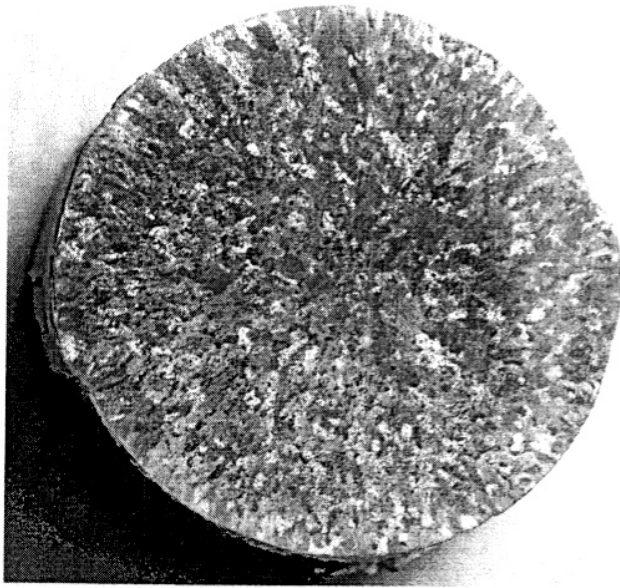
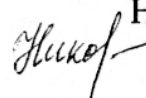


Рис.22. Макро- (а) и микроструктура (б-д) образца 2.10.

Наиболее равномерно распределенную макро- и микроструктуру имеет образец №2.10 (стержень) с размером зерна ~10-30 мкм. Указанный образец при выплавке испытывал электромагнитное воздействие через цирконий (Орск-М (Модификатор Zr), частотный ряд: 9,339кГц; 214,1Гц, амплитуда =10В+ пост. ток U=10В).

Таким образом, проведенный комплекс исследований показал возможность модифицирования структуры сплавов алюминия, путем целенаправленного воздействия на расплав металла. Требуется дальнейшие исследования с целью выбора наиболее оптимальных условий электромагнитного воздействия и количественного подбора вводимых модификаторов. Кроме того, необходим анализ физических (электропроводность и др.) и механических свойств получаемых сплавов.

Отв.исполнитель, к.т.н., ст.н.с. ФТИ УрО РАН



Никонова Р.М.