

ФИЗИКА ПРОЧНОСТИ И ПЛАСТИЧНОСТИ

PACS numbers: 61.44.Br, 62.20.fg, 62.20.Qr, 62.23.Pq, 81.07.Wx, 81.20.Hy, 81.40.Ef

Термостабильность структуры и механических свойств наноквазикристаллического $Al_{94}Fe_3Cr_3$ -сплава, консолидированного экструзией

А. В. Бякова, А. И. Юркова*, А. А. Власов

*Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН Украины,
ул. Кржижановского, 3,
03680, ГСП, Киев-142, Украина
*НТУУ «Киевский политехнический институт»,
просп. Победы, 37,
03056 Киев, Украина*

Методами фазового рентгеноструктурного анализа и дифференциальной сканирующей калориметрии изучена эволюция структуры композиционного $Al_{94}Fe_3Cr_3$ -сплава с наноразмерными частицами метастабильной икосаэдрической квазикристаллической фазы (i-фазы) под влиянием давления и температуры в условиях тёплой деформации экструзией. Установлено ускоряющее влияние давления на кинетику растворения частиц i-фазы, сопровождаемое выделением из твёрдого раствора α -Al кристаллических интерметаллидных фаз. Обнаруженные особенности влияния давления на структурно-фазовые превращения связываются с ускорением протекания диффузионных процессов в условиях формирования стабильной ячеистой структуры. С учётом особенностей фазовых и структурных превращений изучена термостабильность механических свойств сплава после экструзии.

Методами фазового рентгеноструктурного аналізу та диференційної сканівної калориметрії вивчено еволюцію структури композиційного $Al_{94}Fe_3Cr_3$ -стопу з нанорозмірними частинками метастабільної ікосаедричної квазикристалічної фази (i-фази) під дією тиску та температури в умовах теплої деформації екструзією. Встановлено пришвидшувальний вплив тиску на кінетику розчинення частинок i-фази, який супроводжується виділенням з твердого розчину α -Al кристалічних інтерметалідних фаз. Виявлені особливості впливу тиску на структурно-фазові перетворення пов'язуються з пришвидшенням перебігу дифузійних процесів в умовах формування сталої коміркової структури. З урахуванням особливостей фазових і структурних перетворень вивчено термостабільність механічних властивостей стопу після екструзії.

Structural evolution of composite aluminium alloys with nanosize particles of metastable icosahedral quasi-crystalline phase (i-phase) under influence of pressure and temperature in the condition of warm deformation by extrusion is studied. Feedstock quasi-crystalline powder of Al-based alloy with nominal composition of $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ is chosen for experimentations and fabricates by water-atomisation technique using inhibited high-pressure water with $\text{pH} = 3.5$. Consolidation of powdered Al-based alloy is performed by hot extrusion process at the temperature of 380°C . Structural characterisation of as-extruded rod is performed by X-ray diffraction (XRD) analysis using $\text{CuK}\alpha$ -radiation, scanning and transmission electron microscopies. Differential scanning calorimetry (DSC) is employed to investigate structural stability of as-extruded rod at elevated temperatures. Mechanical characteristics (Young's modulus, E , hardness number, HV , and yield stress, $\sigma_{0.2}$) of as-extruded rod are tested and determined by employing the novel test method procedures of indentation technique. The combined effect of elevated temperature and excessive pressure used in hot extrusion process is thought to be the cause for partial decomposition of metastable nanoquasi-crystalline particles. The crucial role of plastic deformation in terms of its influence on the thermostability of structure and mechanical properties of final products is revealed. By means of phase XRD analysis and DSC, the accelerating influence of pressure on kinetics of dissolution of i-phase particles is found, which is accompanied with decomposition of α -Al solid solution and simultaneous formation of crystalline intermetallic phases. The uncovered features of the effect of pressure on the phase and structural transformations are connected with the acceleration of diffusion processes under formation of stable cellular structure. Taking into account the features of phase and structural transformations, the thermostability of mechanical properties of as-extruded alloy is studied. Strain hardening of $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ alloy during extrusion results in high microhardness numbers, HV , which exceeds by 78% those for powders of corresponding alloy. Strength properties including hardness number, HV , and yield stress, $\sigma_{0.2}$, of as-extruded alloy do not change their values up to 783 K under annealing for 30 min. Despite of strain hardening, as-extruded alloy keeps plasticity characteristic, δ_H , just about critical value of ≈ 0.9 indicated in literature as criterion for ductile behaviour of metals and alloys in conventional tests by tensile and bending.

Ключевые слова: сплавы Al–Fe–Cr, фазовые и структурные превращения, квазикристаллы, механические свойства, экструзия, эффект давления.

(Получено 15 апреля 2014 г.; окончат. вариант — 26 мая 2015 г.)

1. ВВЕДЕНИЕ

Композиционные наноквазикристаллические сплавы на основе системы Al–Fe–Cr, принадлежащие к группе высокопрочных алюминиевых сплавов, имеют широкие перспективы для использования во многих областях промышленности и, прежде всего, в авиации и

на транспорте [1–11]. Композиционная структура этих сплавов, состоящая из металлической матрицы с расположенными в ней наноразмерными частицами квазикристаллической икосаэдрической фазы (i-фазы), обеспечивает им комбинацию высокой прочности и достаточной пластичности, необходимой для использования в инженерной практике [6–8, 10, 12, 13]. Ещё одним важным аспектом является то, что, вследствие замедления диффузионных процессов в квазикристаллах, высокий уровень прочности наноквазикристаллических алюминиевых сплавов может сохраняться в условиях повышенных температур [2, 3, 5, 7, 10, 12, 13]. По уровню эксплуатационных свойств и экономических показателей композиционные наноквазикристаллические сплавы системы Al–Fe–Cr не уступают современным порошковым сплавам, упрочнённым частицами интерметаллидных фаз (сплавы типа FVS, США), которые могут использоваться для работы при температурах 573–673 К.

Формирование квазикристаллической i-фазы с ротационной симметрией 5-го порядка в быстро закристаллизованных алюминиевых сплавах впервые было открыто Шехтманом в 1984 г. [14] и впоследствии зарегистрировано в сплавах алюминия с добавками Mn, Fe, Cr, V, Ti, Zr, Nb и Ta [6, 7, 10, 11]. Условием формирования квазикристаллических фаз в этих сплавах являются сверхвысокие (10^5 – 10^6 К/с) скорости охлаждения расплава [3, 9, 15, 16], которые достигают различными способами, включая спиннингование и центробежное разбрызгивание расплава в инертном газе [17–19], аморфизацию сплава с последующей кристаллизацией [20] и т.п.

Однако среди множества разработанных технологических вариантов наиболее производительным является метод получения порошков путём распыления алюминиевого расплава нейтральным газом (предпочтительно аргоном) [3, 21] или водой высокого давления [10, 22]. Поэтому использование квазикристаллических порошков в инженерной практике требует их консолидации, которую в большинстве случаев осуществляют путём пластической деформации в процессе тёплой экструзии [7, 9, 10].

При разработке и усовершенствовании того или иного способа консолидации порошка существенное значение имеет метастабильная природа квазикристаллической i-фазы, которая в системе Al–Fe–Cr может существовать только в равновесии с твёрдым раствором α -Al [1, 3, 4, 10, 11, 23]. По данным [7], в порошковом сплаве системы Al–Fe–Cr частицы квазикристаллической i-фазы могут отвечать формульному составу $\text{Al}_{74}\text{Fe}_{12}\text{Cr}_{12,5}$. Несколько иные результаты были получены в быстроохлаждённом при спиннинговании сплаве $\text{Al}_{93}\text{Fe}_{4,2}\text{Cr}_{2,8}$, в котором, по данным работы [11], квазикристаллические частицы отвечали формульному составу $\text{Al}_{87,4}\text{Fe}_{5,4}\text{Cr}_{7,2}$.

В отличие от термодинамически стабильных квазикристалличе-

ских i -фаз (например, в системе Al–Fe–Cu) i -фаза, сформированная при высоких скоростях охлаждения сплавов системы Al–Fe–Cr, является метастабильной, находясь в равновесии с твёрдым раствором α -Al [1, 3, 4, 10, 11, 23]. С учётом этого, исследование температурно-концентрационных интервалов существования i -фазы в сплавах системы Al–Fe–Cr, консолидированных в процессе тёплой экструзии, имеет большое значение. Литературные источники содержат данные по формированию фазового состава в спиннингованных лентах сплавов Al–Fe–Cr с номинальным составом $Al_{93}Fe_{4,2}Cr_{2,8}$, $Al_{93}Fe_3Cr_2Ti_2$, $Al_{93}Fe_3Cr_2V_2$, $Al_{93}Fe_3Cr_2Nb_2$, $Al_{93}Fe_3Cr_2Ta_2$ [8, 11, 23], а также быстро закалённых сплавов $Al_{94}Fe_4Cr_2$ и $Al_{88,6}Fe_8Cr_{3,4}$, полученных центробежным распылением расплава [18]. Учитывая метастабильную природу квазикристаллической i -фазы, представляется достаточно обоснованным предполагать, что давление и схема деформации, используемые при консолидации порошковых Al–Fe–Cr сплавов, будут оказывать существенное влияние как на температурно-концентрационные интервалы существования i -фазы, так и на особенности эволюции их структуры в процессе последующего нагрева. Результаты исследований фазовых превращений в порошковых наноквазикристаллических сплавах Al–Fe–Cr, полученных распылением расплава, в частности, распылением водой высокого давления, и консолидированных тёплой экструзией, носят фрагментарный характер [10, 22, 26].

Исходя из того, что систематические исследования по указанному вопросу до сих пор не выполнялись, целью настоящей работы явилось изучение влияния давления при тёплой экструзии порошкового Al–Fe–Cr сплава на термостабильность его структуры и механических свойств.

2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В процессе исследования использовали порошок сплава номинального состава $Al_{94}Fe_3Cr_3$ с размером частиц ≤ 40 мкм [10]. Порошок изготавливали путём распыления расплава водой высокого давления (10 МПа) с рН = 3,5 [24]. Содержание кислорода в распылённых порошках составляло 0,3–0,4% масс. в зависимости от их гранулометрического состава. Объёмное содержание квазикристаллической фазы в сплаве не превышало 30% об., что обеспечивало ему сочетание прочности и достаточной пластичности [3, 7, 24].

Консолидацию порошка выполняли в условиях деформации экструзией [25, 26]. Перед экструзией порошок компактировали при комнатной температуре, затем размещали в капсуле диаметром 25 мм, которую помещали в электрическую печь, выполняли нагрев до температуры 623 К при постоянном откачивании воздуха и выдерживали в течение 1 часа. По окончании выдержки капсулу

заваривали, извлекали из печи и охлаждали до комнатной температуры. После этого осуществляли экструзию заготовки в герметичной капсуле с коэффициентом вытяжки $k_e = 7,2$ при температуре 653 К.

Экструзию выполняли в один проход с усилием $F_e = 71000$ кг на прессе, оснащённом матрицей с внутренним диаметром $d_e = 9,3$ мм и длиной рабочей части $l_e = 2$ мм. Скорость протяжки составляла $v_e = 15 \cdot 10^{-3}$ м/с. Компоненты давления, действующие в продольном P_l и поперечном P_t направлениях, оценивали, исходя из упрощённых соотношений:

$$P_l = F_e / S_l, \quad (1)$$

$$P_t = \frac{P_l S_e}{\mu S_f} = \frac{P_l d_e}{4\mu l_e}, \quad (2)$$

где F_e — усилие экструзии, S_l — площадь поперечного сечения экструдированного образца, S_e — площадь поперечного сечения образца после экструзии, S_f — площадь контактной поверхности рабочей матрицы при экструзии, $d_e = 9,3$ мм — внутренний диаметр матрицы, $l_e = 2$ мм — длина рабочей части матрицы, $\mu \cong 0,5$ — коэффициент трения.

Проведённые оценочные расчёты показали, что при принятых условиях консолидация порошка проходила под воздействием давления, которое в продольном и поперечном направлениях соответственно составляло $P_l = 1,42$ ГПа и $P_t = 3,30$ ГПа.

Фазовый состав порошка и консолидированных экструзией образцов устанавливали с помощью рентгеновского анализа в монокроматическом CuK_α -излучении. Присутствие квазикристаллической i -фазы устанавливали по трём наиболее интенсивным максимумам с индексами Кана (N, M) — (18, 29), (20, 32) и (52, 84) [27]. Определение периода решётки твёрдого раствора $\alpha\text{-Al}$ выполняли путём съёмки образца с эталоном, в качестве которого использовали порошок Si. Структурные исследования выполняли с помощью электронной микроскопии в режимах сканирования (СЭМ) и просвечивания (ПЭМ) на микроскопах Jeol Superprobe-733 и JEM 2100 F (JEOL, Япония).

Исследование термостабильности структуры исходного порошка и экструдированного образца выполняли с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) на приборе STA449F1 (Германия). Тепловые эффекты регистрировали в процессе нагрева образцов до температуры 873 К в постоянном потоке аргона, скорость которого составляла 40 мл/мин. Скорость нагрева составляла 10 К/мин. Для повышения точности регистрируемых эффектов нагрев образцов выполняли в алюминиевых тиглях с использова-

нием в качестве эталона образцов, изготовленных из порошка алюминия водяного распыления. Измерение и обработку данных осуществляли в соответствии с методикой [28].

Комплекс механических свойств экструдированных образцов определяли в условиях микроиндентирования. Твёрдость по Виккерсу HV , характеристику пластичности δ_H и предел текучести $\sigma_{0,2}$ определяли по методикам [29, 30] при статическом нагружении на приборе ПМТ-3М, оснащённом пирамидой Виккерса и комплектом 9-ти трёхгранных инденторов с разными углами при вершине (от 45 до 85°). Испытания выполняли при нагрузке на индентор $F = 1,0$ Н. Согласно [29], характеристику пластичности рассчитывали по формуле:

$$\delta_H = 1 - 14,3(1 - \nu - 2\nu^2) \frac{HV}{E}, \quad (3)$$

где HV — твёрдость по Виккерсу, E — модуль Юнга, ν — коэффициент Пуассона.

Модуль Юнга E и характеристику пластичности δ_A , которая по своей физической сути является аналогом характеристики пластичности δ_H [29], определяли в условиях непрерывного вдавливания на приборе «Микрон-гамма». Испытания выполняли при нагрузке $F = 2,0$ Н в соответствии со стандартом ISO 14577-1:2002 (E), в основу которого положен метод Оливера и Фарра [31]. Принцип и детальное описание проведения испытаний опубликовано в [32–34].

Характеристику пластичности δ_A определяли по диаграмме непрерывного вдавливания как часть работы, затраченной на пластическую деформацию в общей работе деформации при индентировании, и рассчитывали по формуле [32–34]:

$$\delta_A = A_p / A = 1 - A_e / A, \quad (4)$$

где A_e и A — соответственно, площади под кривой разгрузки и нагружения, $A_p = A - A_e$ — работа, затраченная на пластическую деформацию.

По сравнению с характеристикой пластичности δ_H преимуществом характеристики пластичности δ_A является то, что её определение по вышеприведённой методике не требует сведений о величинах модуля Юнга E и коэффициента Пуассона ν .

Однако, теоретические и экспериментальные исследования [32–34] показали, что, несмотря на различия в методах испытаний, значения характеристик δ_H и δ_A совпадают между собой с достаточной точностью. Поэтому расчёт коэффициента Пуассона ν , необходимого для расчёта характеристики пластичности δ_H из выражения (3), выполняли по методике [35, 36], согласно которой коэффициент

Пуассона определяли с учётом равенства характеристик пластичности $\delta_H = \delta_A$, пользуясь выражением (5):

$$\nu = 0,25 \left(\sqrt{9,0 + 8,0E(1 - \delta_A) \frac{\ln \sin \gamma}{HM}} - 1 \right), \quad (5)$$

где HM — твёрдость по Мейеру, γ — угол между осью и боковой гранью пирамиды.

Проведённые расчёты показали, что для исследуемого сплава номинального состава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ коэффициент Пуассона составляет $\nu = 0,31$.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Общий вид и структура исходного порошка исследуемого сплава показаны на рис. 1, *a*. В отличие от порошков газового распыления распылённый водой порошок имеет неправильную форму частиц и неровный рельеф, что облегчает его консолидацию путём пластической деформации. Внутри каждой порошковой частицы наблюдается большое количество нано- и субмикроразмерных светлых частиц, которые по данным фазового рентгеноструктурного анализа (рис. 2, кривые *a*) принадлежат квазикристаллической *i*-фазе. Результаты количественных измерений показали, что в большинстве порошковых частиц размер квазикристаллов составлял 50–200 нм, достигая в некоторых случаях 1,5 мкм из-за различных условий охлаждения водяными струями при распылении расплава (рис. 1, *a*).

На изображении структуры, полученном с помощью сканирующего электронного микроскопа, внутри каждой деформированной

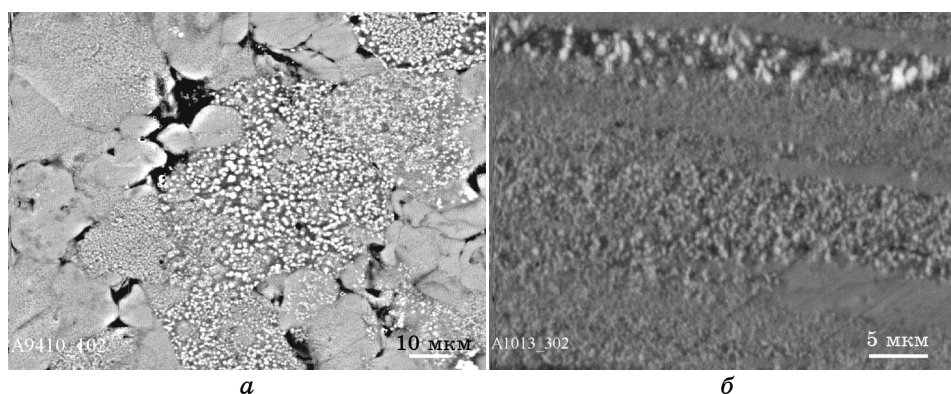


Рис. 1. СЭМ-изображение структуры порошка (*a*) и экструдированного образца сплава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ (*б*).

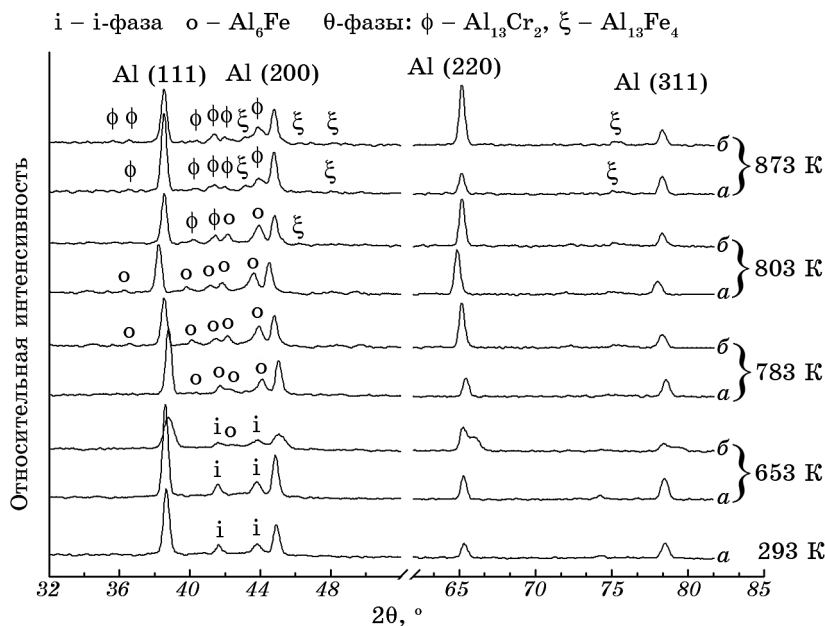


Рис. 2. Спектры рентгеновской дифракции порошка (кривые *a*) и экструдированных образцов сплава Al₉₄Fe₃Cr₃ (кривые *b*) до и после отжига при различных температурах в течение 30 мин.

экструзией порошковой частицы видны светлые квазикристаллические частицы, принадлежащие *i*-фазе (рис. 1, *b*). На изображении структуры, полученном в ПЭМ, частицы *i*-фазы с ротационной симметрией 5-го порядка имеют характерную сферическую форму, а их размер находится в пределах 50–200 нм (рис. 3, *a*). Так же, как и в исходном порошке, присутствие в структуре квазикристаллической *i*-фазы регистрируется и в спектрах рентгеновской дифракции от экструдированного образца (рис. 2, кривые *b*). Однако, по сравнению с исходным порошком, спектр рентгеновской дифракции консолидированных экструзией образцов характеризуется рядом особенностей. Так, существенной особенностью этого спектра является значительное уширение линий отражения от матричного твёрдого раствора α -Al, обусловленное развитием процессов пластической деформации. Согласно количественным расчётам, проведённым исходя из уширения линий отражения от матричного твёрдого раствора α -Al, плотность дислокаций в экструдированных образцах достигает $\rho = 10^{16} \text{ м}^{-2}$, превышая на 3 порядка плотность дислокаций в исходном порошке, которая составляет $\rho = 3 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$.

Как показали результаты электронно-микроскопических исследований, такое повышение плотности дислокаций сопровождается формированием в твёрдом растворе α -Al ячеистой субструктуры

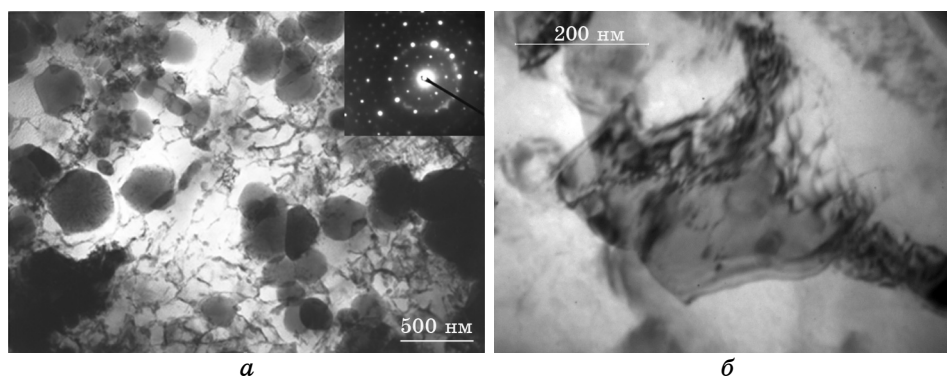


Рис. 3. Светлопольное электронно-микроскопическое изображение структуры и электронограммы порошкового сплава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ после консолидации в условиях экструзии (*а*) и после последующего нагрева до температуры 803 К (*б*).

(рис. 3, *а*), что, по-видимому, является результатом множественного скольжения дислокаций в металлической основе, упрочнённой частицами квазикристаллов, и вызванного интенсивной пластической деформацией при тёплой экструзии.

Также обращает на себя внимание уменьшение интенсивности рефлексов от *i*-фазы (рис. 2, кривая *б*, 653 К) по сравнению с интенсивностью рефлексов от этой же фазы, регистрируемых в исходном порошке (рис. 2, кривая *а*), что может свидетельствовать об уменьшении её количества в структуре экструдированного образца. Кроме того, в области больших углов отражения в спектре рентгеновской дифракции экструдированного образца обнаруживается наложение рефлексов от двух твёрдых растворов α -Al с разными периодами кристаллической решётки *a*, что свидетельствует о расслоении матричного твёрдого раствора α -Al по составу. Проведённые расчёты показывают, что результатом повышенного давления при тёплой экструзии является формирование двух твёрдых растворов α -Al с периодами решётки, отличными от аналогичного параметра для исходного порошкового сплава (рис. 4). При этом если для одного твёрдого раствора α -Al период решётки *a* имеет несколько большие значения по сравнению с *a* для α -Al в исходном порошке, то для другого твёрдого раствора α -Al параметр *a* оказывается намного меньшим. Это свидетельствует об его обогащении легирующими элементами (железом и хромом) с меньшими атомными радиусами по сравнению с атомами алюминия. Такое расслоение матричного твёрдого раствора α -Al хорошо согласуется с допущением об уменьшении содержания *i*-фазы за счёт частичного растворения квазикристаллических частиц, которое и приводит к образованию вокруг них неравновесного твёрдого раствора α -Al с повышенным

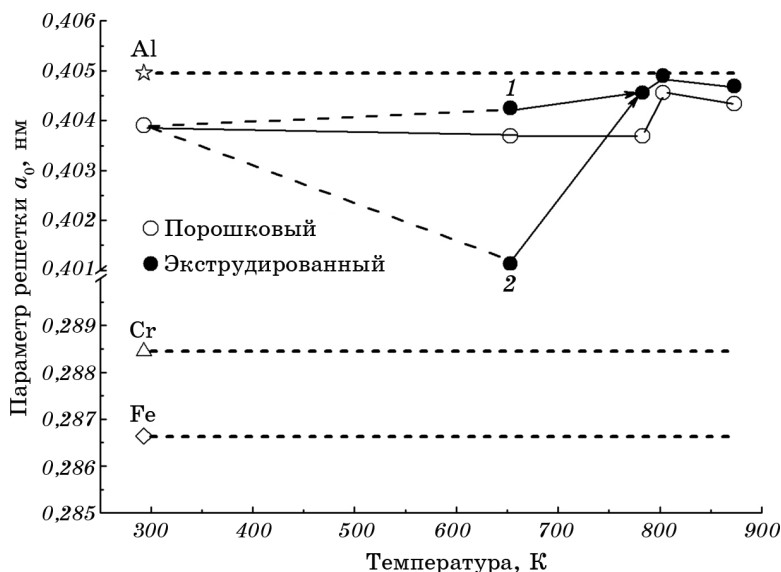


Рис. 4. Влияние способа получения и температуры последующего отжига на период решётки a матричного твёрдого раствора α -Al в порошковом и экструдированном сплаве $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$.

содержанием легирующих элементов.

Это подтверждается и результатами ДСК-анализа (рис. 5). Из приведённых данных видно, что в экструдированном сплаве (рис. 5, кривая б) величина главного экзотермического эффекта (B), который ассоциируется с превращением квазикристаллических частиц в обычные интерметаллидные соединения с кристаллической решёткой [6, 11], оказывается на 23% меньше, чем в исходном порошке (рис. 5, кривая а). По данным [37], это превращение происходит по классическому механизму растворения частиц метастабильной i -фазы, которое сопровождается выделением из матричного твёрдого раствора α -Al интерметаллидных соединений. Обращает на себя внимание тот факт, что, в отличие от исходного порошка, экзотермический эффект, наблюдаемый при нагреве экструдированного образца, смещается в сторону более низких температур, что свидетельствует об ускорении процесса растворения квазикристаллических частиц.

Можно обоснованно полагать, что зарегистрированный сдвиг экзотермического пика в область более низких температур обусловлен ускорением диффузии легирующих элементов, выделяющихся в результате растворения квазикристаллических частиц, в присутствии дислокаций, которые могут сохраняться в алюминиевой матрице до высоких температур при условии образования устойчивой ячеистой структуры, обнаруженной при электронно-микроскопи-

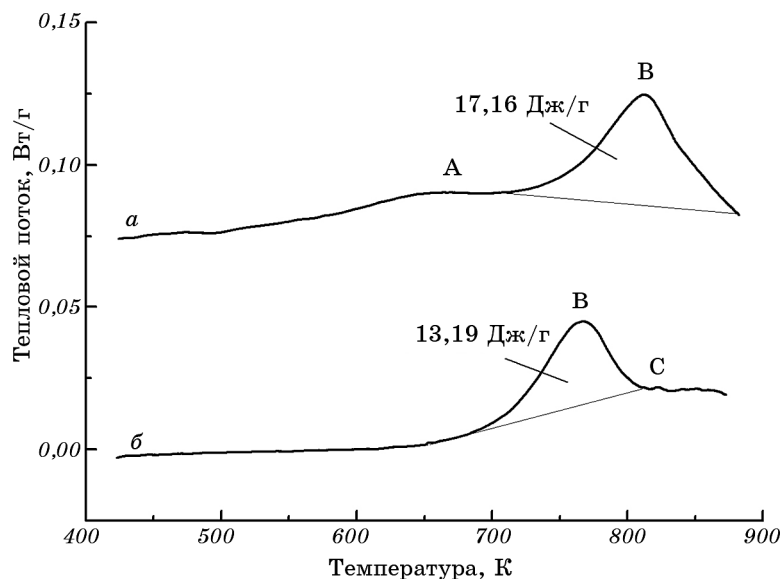


Рис. 5. ДСК-кривые для порошка сплава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ до (*a*) и после (*б*) консолидации в условиях экструзии.

ческих исследованиях экструдированного образца (рис. 3, *a*). Устойчивость ячеистой структуры, сформированной в процессе экструзии, подтверждается присутствием дислокационных линий, обнаруженных у границ зёрен и частиц интерметаллидных фаз после нагрева экструдированного образца до температуры 803 К (рис. 3, *б*).

При таком структурном состоянии экструдированного сплава отличительной чертой снятой с него ДСК-кривой (рис. 5, кривая *б*), явилось отсутствие экзотермического эффекта (А), который наблюдается при нагреве порошка (рис. 5, кривая *a*) квазикристаллического сплава и предшествует главному экзотермическому эффекту (В). Следует обратить внимание на то, что экзотермический эффект (А) на ДСК-кривой порошка квазикристаллического сплава наблюдается в интервале температур, характерном для протекания процессов рекристаллизации в слабдеформированных сплавах алюминия. О выделении тепла при упорядочении дислокаций и обычной рекристаллизации неоднократно сообщалось в научно-технической литературе [38–40], посвящённой изучению этих процессов на примере ряда металлов и сплавов. Это даёт основание считать, что отсутствие экзотермического эффекта (А) на ДСК-кривой экструдированного сплава (рис. 5, кривая *б*) является результатом влияния устойчивой ячеистой структуры, которая, согласно развитым в металловедении представлениям, может затруднять проте-

кание процессов обычной статической рекристаллизации, смещая их в более высокотемпературную область. При этом, в процессе нагрева образца с устойчивой ячеистой структурой, процесс рекристаллизации, по-видимому, может реализоваться «рекристаллизацией на месте», при которой роль центров рекристаллизации выполняют ячейки. В пользу такого предположения свидетельствует присутствие на ДСК-кривой экструдированного сплава (рис. 5, кривая б) экзотермического эффекта (С), накладывающегося на главный экзотермический пик (В) в его завершающей части.

По результатам фазового рентгеноструктурного анализа (рис. 2) нагрев порошка и экструдированного сплава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ в температурной области главного экзотермического эффекта (В) приводит вначале к постепенному исчезновению i -фазы и появлению метастабильного интерметаллида Al_6Fe , а затем, при дальнейшем повышении температуры, к формированию стабильных θ -фаз: $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ и $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$. Это хорошо согласуется с результатами ранее проведённых исследований [6, 11, 18, 23].

Однако, присутствие дислокаций в алюминиевой матрице экструдированного образца существенно снижает термостабильность квазикристаллической i -фазы и интерметаллида Al_6Fe , сужая интервалы их существования и смещая их в область более низких температур. Кроме того, ускоряющее действие дислокаций на диффузию легирующих элементов в алюминиевой матрице оказывает существенное влияние на кинетику и полноту фазовых превращений в межкритической области температур главного экзотермического эффекта (В). Так, по данным фазового рентгеноструктурного анализа, период решётки a твёрдого раствора α -Al в экструдированном образце оказывается при одних и тех же режимах отжига больше по сравнению с аналогичным параметром для твёрдого раствора α -Al в отожжённом порошке (рис. 4).

Результаты микромеханических испытаний в условиях индентирования свидетельствуют о том, что, несмотря на уменьшение количества квазикристаллической i -фазы после экструзии, деформационное упрочнение сплава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ приводит к существенному увеличению его твёрдости HV (см. таблицу). Важно, что характеристика пластичности δ_H (δ_A) экструдированного сплава не испытывает существенных изменений, оставаясь близкой к критическому значению ($\delta_H = 0,90$), которое свидетельствует о пластичном поведении материала в условиях стандартных испытаний на растяжение и изгиб [29].

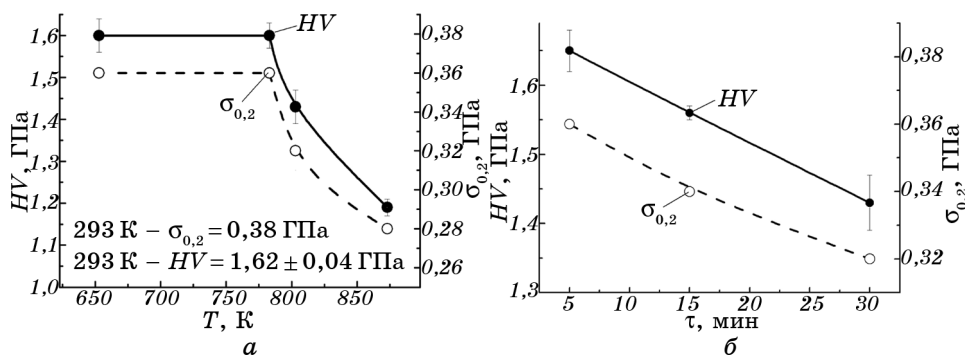
На рисунке 6, а приведены результаты измерений характеристик прочности экструдированных образцов, подвергнутых отжигу при различных температурах в течение 30 мин. Видно, что прочностные характеристики HV и $\sigma_{0,2}$ не изменяют своих значений после отжига при температуре 783 К, превышение которой приводит к их мо-

ТАБЛИЦА. Механические характеристики порошкового $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ сплава до и после консолидации.

Материал	Параметр			
	Модуль Юнга E , ГПа	Микротвёрдость HV , ГПа	Характеристика пластичности, δ_H/δ_A	Предел текучести $\sigma_{0,2}$, МПа
Исходный порошок	–	$0,91 \pm 0,03$	0,92/–	–
Экструдированный сплав	$72,0 \pm 2,3$	$1,62 \pm 0,04$	0,87/0,89	380

нотонному уменьшению.

Важным наблюдением является то, что прочностные свойства экструдированного сплава сохраняют свои значения до температур, при которых в структуре вместо квазикристаллических частиц θ -фазы формируются частицы метастабильного интерметаллида Al_6Fe , а их уменьшение происходит лишь после появления стабильных интерметаллидных соединений: $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ и $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$ (рис. 2, кривые б). Это положение подтверждается тем фактом, что эффект уменьшения прочности экструдированного сплава, наблюдаемый при повышении температуры отжига, имеет кинетический характер (рис. 6, б), свидетельствуя о его нарастании по мере увеличения в структуре количества частиц стабильных интерметаллидных θ -фаз, возникающих в результате растворения метастабильного интерметаллида Al_6Fe . Полученные результаты дают основание рекомендовать экструдированный сплав $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ для работы в условиях нагрева до температур 673 К, что согласуется с данными, опубликованными в литературе [1].


Рис. 6. Влияние температуры отжига (время выдержки 30 мин) (а) и продолжительности отжига при температуре 803 К (б) на твёрдость HV и предел текучести $\sigma_{0,2}$ экструдированного сплава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$.

ликованными в [10]. При этом, представляется возможным кратковременный перегрев до температур 803 К.

4. ВЫВОДЫ

Установлено существенное влияние давления, прикладываемого в процессе тёплой экструзии, на термостабильность структуры и механические свойства композиционного $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ сплава, упрочнённого нано- и субмикроразмерными частицами метастабильной квазикристаллической икосаэдрической фазы (i-фазы).

Показано, что высокое давление, величина которого в условиях тёплой экструзии ($T = 653 \text{ K}$), достигает в продольном и поперечном направлении $P_l = 1,42 \text{ ГПа}$ и $P_t = 3,30 \text{ ГПа}$ соответственно, приводит к частичному ($\cong 23\%$) растворению квазикристаллических частиц i-фазы, что свидетельствует об изменении температурно-концентрационных интервалов её существования. При этом формирование при тёплой экструзии устойчивой ячеистой структуры дополнительно способствует ускорению процесса растворения i-фазы вследствие ускорения диффузии легирующих элементов (Fe, Cr) в алюминиевой матрице.

Установлено, что в отличие от порошкового сплава, для которого рекристаллизация происходит в интервале температур 653–673 К, при нагреве экструдированного образца с устойчивой ячеистой структурой рекристаллизационные процессы смещаются в более высокотемпературную область, в которой наблюдается завершение фазовых превращений, протекающих путём постепенного растворения i-фазы с образованием метастабильного интерметаллида Al_6Fe , а при дальнейшем повышении температуры стабильных интерметаллидных θ -фаз: $\text{Al}_{13}\text{Cr}_2$ и $\text{Al}_{13}\text{Fe}_4$.

Обнаружено, что присутствие устойчивой ячеистой структуры в алюминиевой матрице экструдированного образца существенно снижает термостабильность квазикристаллической i-фазы и интерметаллида Al_6Fe , сужая интервалы существования и смещая их в область более низких температур, увеличивая скорость и повышая полноту фазовых превращений в результате ускоряющего воздействия дислокаций на диффузию легирующих элементов в алюминиевой матрице.

Установлено, что деформационное упрочнение сплава $\text{Al}_{94}\text{Fe}_3\text{Cr}_3$ в процессе экструзии приводит к существенному увеличению его твёрдости HV . При этом прочностные характеристики (твёрдость HV и предел текучести $\sigma_{0,2}$) экструдированного сплава не изменяют своих значений при нагреве до температуры 783 К и выдержке 30 мин.

Показано, что, несмотря на существенное деформационное упрочнение, характеристика пластичности δ_H (δ_A) сплава после экс-

трузии не испытывает существенных изменений, оставаясь близкой к критическому значению ($\delta_H = 0,90$), которое свидетельствует о пластичном поведении материала в условиях стандартных испытаний на растяжение и изгиб.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. A. Inoue, M. Watanabe, H. M. Kimura, F. Takahashi, A. Nagata, and T. Masumoto, *Mater. Trans.*, **33**: 723 (1992).
2. A. Inoue, *Nanostructured Mater.*, **6**: 53 (1995).
3. A. Inoue, *Prog. Mater. Sci.*, **43**: 365 (1998).
4. F. Schurack, J. Eckert, and L. Schultz, *Nanostructured Mater.*, **12**, Nos. 1–4: 107 (1999).
5. A. Inoue and H. Kimura, *Nanostructured Mater.*, **11**, No. 2: 221 (1999).
6. H. M. Kimura, K. Sasamory, and A. Inoue, *J. Mater. Res.*, **15**, No. 12: 2737 (2000).
7. A. Inoue and H. Kimura, *Mater. Sci. Eng. A*, **286**, No. 1: 1 (2000).
8. F. Audebert, F. Prima, M. Galano, M. Tomut, P. J. Warren, I. C. Stone, and B. Cantor, *Mater. Trans.*, **43**, No. 8: 2017 (2002).
9. Л. И. Адеева, А. Л. Борисова, *Фізика і хімія твердого тіла*, **3**, № 3: 454 (2002).
10. Yu. V. Milman, A. I. Sirko, M. O. Iefimov, O. D. Niekov, A. O. Sharovsky, and N. P. Zacharova, *High Temperature Materials and Processes*, **25**, Iss. 1–2: 19 (2006).
11. M. Galano, F. Audebert, I. C. Stone, and B. Cantor, *Acta Mater.*, **57**: 5107 (2009).
12. Z. Chlup, I. Todd, A. Garcia-Escorial, M. Liebllich, A. Chlupova, and J. G. O'Dwyer, *Mater. Sci. Forum*, **426–432**: 2417 (2003).
13. M. Galano, F. Audebert, A. Garcia Escorial, I. C. Stone, and B. Cantor, *Acta Mater.*, **57**, Iss. 17: 5120 (2009).
14. D. Shechtman, I. Blech, D. Gratias, and J. V. Cahn, *Phys. Rev. Lett.*, **53**, No. 20: 1951 (1984).
15. A. Ziani, A. Pianelli, A. Redjamia, C. Y. Zahra, and A. M. Zahra, *J. Mater. Sci.*, **30**, Iss. 11: 2921 (1995).
16. C. Zhang, Y. Wu, X. Cai, F. Zhao, S. Zheng, G. Zhou, and S. Wu, *Mater. Sci. Eng. A*, **323**, Iss. 1–2: 226 (2002).
17. J. Gurland and N. M. Parih, *Fracture Advanced Treatise* (Ed. H. Liebowitz) (New York–London: Academic Press: 1972), vol. **2**.
18. М. В. Карпець, С. О. Фірстов, Л. Д. Кулак, І. Д. Горна, Н. Н. Кузьменко, Г. Ф. Саржан, *Фізика і хімія твердого тіла*, **7**, № 1: 147 (2006).
19. C. Banjongprasert, S. C. Hogg, I. G. Palmer, N. Grennan-Heaven, I. C. Stone, and P. S. Grant, *Mater. Sci. Forum*, **561–565**: 1075 (2007).
20. K. Urban and M. Moser, *phys. status solidi (a)*, **91**: 411 (1985).
21. J. M. Dubois and A. Pianelli, *Aluminum Alloys, Substrates Coated with These Alloys and Their Applications*, Patent 5432011 US (Publ. July 11, 1995).
22. М. В. Семенов, М. М. Киз, М. О. Иефимов, А. И. Сирко, А. В. Быкова, and Yu. V. Milman, *Nanosistemi, Nanomateriali, Nanotehnologii*, **4**, No. 4: 767 (2006).

23. M. Galano, F. Audebert, A. G. Escorial, I. C. Stone, and B. Cantor, *J. Alloys Compd.*, **495**: 372 (2010).
24. Yu. V. Milman, *Mater. Sci. Forum*, **482**: 77 (2005).
25. E. Hornbogen and M. Shandl, *Z. Metallkd.*, **83**: 128 (1992).
26. В. В. Чередніченко, О. В. Бякова, О. І. Юркова, О. І. Сірко, *Металлофиз. новейшие технол.*, **33**, спец. выпуск: 331 (2011).
27. J. V. Cahn, D. Schehntman, and D. Gratias, *J. Mater. Res.*, **1**: 13 (1986).
28. A. K. Jena, A. K. Gupta, and M. C. Chaturvedi, *Acta Metal.*, **37**: 885 (1989).
29. Yu. V. Milman, B. A. Galanov, and S. I. Chugunova, *Acta Metal. Mater.*, **41**, No. 9: 2523 (1993).
30. Б. А. Галанов, Ю. В. Мильман, С. И. Чугунова, И. В. Гончарова, *Сверхтвёрдые материалы*, № 3: 25 (1999).
31. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.*, **7**, No. 6: 1564 (1992).
32. А. В. Вуакова, Ю. В. Мильман, and А. А. Власов, *Modelling of Machining Operations* (Ed. R. Neugebauer) (Chemnitz: Wissenschaftliche Scripten: 2005).
33. Yu. V. Milman, *J. Phys. D: Appl Phys.*, **41**: 1 (2008).
34. Yu. Milman, S. Dub, and A. Golubenko, *Proc. of Mater. Res. Soc. Symp.*, **1049**: 123 (2008).
35. А. В. Бякова, Ю. В. Мильман, А. А. Власов, А. О. Дудник, А. И. Юркова, *Способ определения коэффициента Пуассона*, Патент на изобретение РФ № 2410667 (Опубл. 27 января 2011 г.).
36. О. В. Бякова, Ю. В. Мильман, А. О. Власов, О. І. Юркова, О. О. Дудник, *Спосіб визначення коефіцієнта Пуассона*, Патент України на винахід № 93248 (Опубл. 25 січня 2011 р.).
37. H.-J. Kestenbach, C. Bolfarini, C. S. Kiminami, and W. J. Botta Fiho, *J. Metastable and Nanocrystalline Materials*, **20–21**: 382 (2004).
38. С. С. Горелик, С. В. Добаткин, Л. М. Капуткина, *Рекристаллизация металлов и сплавов* (Москва: МИСиС: 2005).
39. G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, and T. Gloriant, *Materials Characterization*, **59**: 1425 (2008).
40. N. Takata, K. Yamada, K. Ikeda, F. Yoshida, H. Nakashima, and N. Tsuji, *Mater. Sci. Forum*, **503–504**: 919 (2006).

REFERENCES

1. A. Inoue, M. Watanabe, H. M. Kimura, F. Takahashi, A. Nagata, and T. Masumoto, *Mater. Trans.*, **33**: 723 (1992).
2. A. Inoue, *Nanostructured Mater.*, **6**: 53 (1995).
3. A. Inoue, *Prog. Mater. Sci.*, **43**: 365 (1998).
4. F. Schurack, J. Eckert, and L. Schultz, *Nanostructured Mater.*, **12**, Nos. 1–4: 107 (1999).
5. A. Inoue and H. Kimura, *Nanostructured Mater.*, **11**, No. 2: 221 (1999).
6. H. M. Kimura, K. Sasamory, and A. Inoue, *J. Mater. Res.*, **15**, No. 12: 2737 (2000).
7. A. Inoue and H. Kimura, *Mater. Sci. Eng. A*, **286**, No. 1: 1 (2000).
8. F. Audebert, F. Prima, M. Galano, M. Tomut, P. J. Warren, I. C. Stone, and B. Cantor, *Mater. Trans.*, **43**, No. 8: 2017 (2002).
9. L. I. Adyeyeva and A. L. Borysova, *Fizyka i Khimiya Tverdogo Tila*, **3**, No. 3: 454 (2002) (in Ukrainian).

10. Yu. V. Milman, A. I. Sirko, M. O. Iefimov, O. D. Niekov, A. O. Sharovsky, and N. P. Zacharova, *High Temperature Materials and Processes*, **25**, Iss. 1–2: 19 (2006).
11. M. Galano, F. Audebert, I. C. Stone, and B. Cantor, *Acta Mater.*, **57**: 5107 (2009).
12. Z. Chlup, I. Todd, A. Garcia-Escorial, M. Liebllich, A. Chlupova, and J. G. O'Dwyer, *Mater. Sci. Forum*, **426–432**: 2417 (2003).
13. M. Galano, F. Audebert, A. Garcia Escorial, I. C. Stone, and B. Cantor, *Acta Mater.*, **57**, Iss. 17: 5120 (2009).
14. D. Shechtman, I. Blech, D. Gratias, and J. V. Cahn, *Phys. Rev. Lett.*, **53**, No. 20: 1951 (1984).
15. A. Ziani, A. Pianelli, A. Redjamia, C. Y. Zahra, and A. M. Zahra, *J. Mater. Sci.*, **30**, Iss. 11: 2921 (1995).
16. C. Zhang, Y. Wu, X. Cai, F. Zhao, S. Zheng, G. Zhou, and S. Wu, *Mater. Sci. Eng. A*, **323**, Iss. 1–2: 226 (2002).
17. J. Gurland and N. M. Parih, *Fracture Advanced Treatise* (Ed. H. Liebowitz) (New York–London: Academic Press: 1972), vol. 2.
18. M. V. Karpets', S. O. Firstov, L. D. Kulak, I. D. Horna, N. N. Kuz'menko, and H. F. Sarzhan, *Fizyka i Khimiya Tverdogo Tila*, **7**, No. 1: 147 (2006) (in Ukrainian).
19. C. Banjongprasert, S. C. Hogg, I. G. Palmer, N. Grennan-Heaven, I. C. Stone, and P. S. Grant, *Mater. Sci. Forum*, **561–565**: 1075 (2007).
20. K. Urban and M. Moser, *phys. status solidi (a)*, **91**: 411 (1985).
21. J. M. Dubois and A. Pianeli, *Aluminum Alloys, Substrates Coated with These Alloys and Their Applications*, Patent 5432011 US (Publ. July 11, 1995).
22. M. V. Semenov, M. M. Kiz, M. O. Iefimov, A. I. Sirko, A. V. Byakova, and Yu. V. Milman, *Nanosistemi, Nanomateriali, Nanotehnologii*, **4**, No. 4: 767 (2006).
23. M. Galano, F. Audebert, A. G. Escorial, I. C. Stone, and B. Cantor, *J. Alloys Compd.*, **495**: 372 (2010).
24. Yu. V. Milman, *Mater. Sci. Forum*, **482**: 77 (2005).
25. E. Hornbogen and M. Shandl, *Z. Metallkd.*, **83**: 128 (1992).
26. V. V. Cherednichenko, O. V. Byakova, O. I. Yurkova, O. I. Sirko, *Metallofiz. Noveishie Tekhnol.*, **33**, Special Issue: 331 (2011) (in Ukrainian).
27. J. V. Cahn, D. Schechtman, and D. Gratias, *J. Mater. Res.*, **1**: 13 (1986).
28. A. K. Jena, A. K. Gupta, and M. C. Chaturvedi, *Acta Metal.*, **37**: 885 (1989).
29. Yu. V. Milman, B. A. Galanov, and S. I. Chugunova, *Acta Metall. Mater.*, **41**, No. 9: 2523 (1993).
30. B. A. Galanov, Yu. V. Mil'man, S. I. Chugunova, and I. B. Goncharova, *Sverkh'tverdye Materialy*, No. 3: 25 (1999) (in Russian).
31. W. C. Oliver and G. M. Pharr, *J. Mater. Res.*, **7**, No. 6: 1564 (1992).
32. A. V. Byakova, Yu. V. Milman, and A. A. Vlasov, *Modelling of Machining Operations* (Ed. R. Neugebauer) (Chemnitz: Wissenschaftliche Scripten: 2005).
33. Yu. V. Milman, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **41**: 1 (2008).
34. Yu. Milman, S. Dub, and A. Golubenko, *Proc. of Mater. Res. Soc. Symp.*, **1049**: 123 (2008).
35. A. V. Byakova, Yu. V. Mil'man, A. A. Vlasov, A. O. Dudnik, and A. I. Yurkova, *Sposob Opredeleniya Koeffitsienta Puassona*, Patent na Izobretenie RF No. 2410667 (Publ. January 27, 2011) (in Russian).

36. O. V. Byakova, Yu. V. Mil'man, A. O. Vlasov, O. I. Yurkova, and O. O. Dudnyk, *Sposib Vyznachennya Koefitsiyenta Puassona*, Patent Ukrayiny na Vynakhid No. 93248 (Publ. January 25, 2011) (in Ukrainian).
37. H.-J. Kestenbach, C. Bolfarini, C. S. Kiminami, and W. J. Botta Fiho, *J. Metastable and Nanocrystalline Materials*, **20–21**: 382 (2004).
38. S. S. Gorelik, S. V. Dobatkin, and L. M. Kaputkina, *Rekristalizatsiya Metallov i Splavov [Recrystallization of Metals and Alloys]* (Moscow: MISiS: 2005) (in Russian).
39. G. Benchabane, Z. Boumerzoug, I. Thibon, and T. Gloriant, *Materials Characterization*, **59**: 1425 (2008).
40. N. Takata, K. Yamada, K. Ikeda, F. Yoshida, H. Nakashima, and N. Tsuji, *Mater. Sci. Forum*, **503–504**: 919 (2006).