

Влияние микролегирования эрбием и гафнием на формирование частиц Al_3Sc в алюминиевом сплаве с высоким содержанием магния

Рагазин Александр Алексеевич^{1,4}, инженер

отраслевой научно-исследовательской лаборатории авиационного материаловедения № 4 (ОНИЛ-4)

Арышенский Евгений Владимирович^{*2,5}, доктор технических наук, PhD, доцент,
главный научный сотрудник управления научных исследований

Арышенский Владимир Юрьевич^{1,6}, доктор технических наук, профессор,
главный научный сотрудник отраслевой научно-исследовательской лаборатории
авиационного материаловедения № 4 (ОНИЛ-4)

Распосиенко Дмитрий Юрьевич^{3,7}, кандидат технических наук,
старший научный сотрудник лаборатории цветных сплавов

Коновалов Сергей Валерьевич^{1,2,8}, доктор технических наук, профессор,
главный научный сотрудник отраслевой научно-исследовательской лаборатории
авиационного материаловедения № 4 (ОНИЛ-4), проректор по научной и инновационной деятельности

Бахтегареев Инзиль Дамирович^{1,9}, магистр

¹Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королева, Самара (Россия)

²Сибирский государственный индустриальный университет, Новокузнецк (Россия)

³Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, Екатеринбург (Россия)

*E-mail: arishenskiy_ev@sibsiu.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6762-7436>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3875-7749>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6869-4764>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7670-9054>

⁸ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4809-8660>

⁹ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-3081-9049>

Поступила в редакцию 07.10.2024

Пересмотрена 27.11.2024

Принята к публикации 04.02.2025

Аннотация: Исследовано влияние добавок гафния и эрбия на формирование микроструктуры при термической обработке алюминиевых сплавов с высоким содержанием магния, дополнительно легированных скандием и цирконием. Для исследования методом литья в стальной кокиль были получены слитки из алюминиевых сплавов с высоким содержанием магния, легированного скандием, эрбием и гафнием с содержанием в диапазонах 0,03–0,16 % и 0,05–0,16 % соответственно. После отливки образцы подвергали термической обработке при температуре 370 и 440 °С с выдержкой от 2 до 96 ч. Были исследованы изменения микротвердости в зависимости от термической обработки. Для сплавов 1590-3 и 1590-4 в литом состоянии и после термической обработки при температуре 440 °С в течение 2 и 48 ч с помощью просвечивающей микроскопии исследовали тонкую микроструктуру и крупные интерметаллиды. Установлено, что добавки гафния и эрбия приводят к повышению микротвердости за счет уменьшения размера и увеличения количества наночастиц Al_3Sc . После проведения термической обработки при температуре 440 °С в течение 4 ч во всех исследуемых сплавах происходит выпадение частиц Al_3Sc , имеющих одинаковый размер (8 нм) и плотность, однако с увеличением времени выдержки в сплаве с меньшим содержанием гафния и большим содержанием эрбия размер частиц увеличивается в 2 раза по сравнению с частицами сплава, где содержание гафния больше, а содержание эрбия низкое.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы; микролегирование; скандий; гафний; эрбий; формирование частиц Al_3Sc ; микротвердость; микроструктура; наночастицы.

Благодарности: Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда № 22-19-00810, <https://rscf.ru/project/22-19-00810/>.

Для цитирования: Рагазин А.А., Арышенский Е.В., Арышенский В.Ю., Распосиенко Д.Ю., Коновалов С.В., Бахтегареев И.Д. Влияние микролегирования эрбием и гафнием на формирование частиц Al_3Sc в алюминиевом сплаве с высоким содержанием магния // Frontier Materials & Technologies. 2025. № 1. С. 69–80. DOI: 10.18323/2782-4039-2025-1-71-6.

ВВЕДЕНИЕ

Алюминиевые сплавы очень востребованы во многих современных отраслях промышленности. Среди них выделяются сплавы системы Al–Mg, отличающиеся более

низким весом, повышенной прочностью и хорошей коррозионной стойкостью [1–3].

Для улучшения свойств в сплавы добавляют различные легирующие компоненты. Одним из наиболее

© Рагазин А.А., Арышенский Е.В., Арышенский В.Ю.,
Распосиенко Д.Ю., Коновалов С.В., Бахтегареев И.Д., 2025

эффективных является скандий, который повышает прочность за счет формирования упрочняющих наночастиц Al_3Sc со структурой L_{12} , улучшает свариваемость, коррозионные свойства и способствует модифицированию зеренной структуры [4–6]. Дополнительно повысить эффективность скандиевого легирования можно добавками циркония. Его введение снижает концентрацию скандия, необходимую для эффективного измельчения зерна при литье, а также создает оболочку, способствующую термостабилизации наночастиц Al_3Sc [6; 7]. Наиболее часто совместное скандиево-циркониевое микролегирование применяется в сплавах системы Al–Mg. Это объясняется тем, что из-за твердорастворного упрочнения, вызванного действием магния, данные сплавы сами по себе обладают высокими прочностными характеристиками [3]. Одним из таких сплавов является 1570 с содержанием скандия 0,25 %.

Однако из-за высокой стоимости перспективным представляется снижение содержания скандия с 0,25 до 0,15÷0,1 % [8]. В то же время снижение концентрации скандия будет приводить к снижению механических свойств [9]. Одним из способов решения данной проблемы является дополнительное использование таких добавок, как эрбий и гафний. Эрбий способствует увеличению количества и скорости формирования частиц Al_3Sc . Это происходит за счет того, что эрбий, обладающий более высоким коэффициентом диффузии, чем скандий, образует с алюминием наночастицы Al_3Er со структурой L_{12} , также когерентные алюминиевой матрице [10; 11]. За счет растворимости скандия в эрбии данные частицы служат в качестве зародыша для Al_3Sc , фактически являясь их ядром [9].

Гафний частично растворяется в частицах Al_3Sc , создавая вокруг них оболочку и термостабилизируя их за счет более низкого коэффициента диффузии. Кроме того, добавки гафния так же, как и цирконий, повышают модификации литой структуры [12], тем самым повышая механические свойства.

Однако совместное влияние эрбия и гафния на частицы Al_3Sc ранее не изучалось. Существуют лишь исследования влияния эрбия и гафния на Al_3Sc по отдельности. Как правило, исследования проводились для чистого алюминия и лишь в некоторых случаях для высокомагниевого сплава, получивших распространение

в промышленности [13–15]. Кроме того, в случае влияния гафния исследования проводились при содержании скандия 0,2 % [13; 15], в то время как при дальнейшем снижении концентрации скандия эффект от введения гафния может быть другим.

Цель работы – исследование влияния содержания эрбия и гафния на формирование микроструктуры и механических свойств высокомагниевого экономнолегированного скандием алюминиевого сплава при их термомеханической обработке.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для исследований был выбран новый алюминиевый высокомагниевого экономнолегированный скандием сплав 1590, микролегированный не только скандием и цирконием, но и эрбием и гафнием [16]. Содержание Er и Hf в данном сплаве варьируется в диапазонах 0,03–0,16 % вес. и 0,05–0,16 % вес. соответственно. Изменяя содержание элементов в данных диапазонах, можно изучать влияние их концентрации на формирование частиц Al_3Sc . Для изучения влияния содержания этих элементов на формирование микроструктуры были выбраны четыре модификации сплава 1590. В таблице 1 представлен химический состав данных модификаций, отличающихся друг от друга содержанием эрбия и гафния.

Для получения слитков сплавов 1590, 1590-3, 1590-4 и 1599 использовалась индукционная печь УИ-25П средней частоты (1–20 кГц). Размеры слитков составляли 20×40×400 мм. Слитки отливались в стальной кокиль с последующим охлаждением в воде. Масса отлитого слитка составляла 5 кг. В качестве шихты для сплава использовались следующие материалы: алюминий марки А85, магний марки МГ90, лигатура марок Al–Sc₂, Al–Zr₅, Al–Hf₂, Al–Er₅ и легирующие таблетки марки Mn90Al10. В первую очередь была произведена загрузка алюминия и его плавление. После расплавления алюминия и достижения температуры 730 °С с поверхности расплава снимался шлак. Далее расплав нагревался до 770–790 °С и производилась присадка лигатур AlSc₂, AlZr₅, Al–Hf₂, Al–Er₅ порциями массой не более 300 г с последующим перемешиванием и выдержкой расплава в течение 5 мин. После присадки всей рассчитанной лигатуры расплав охлаждали до 750 °С и производили

Таблица 1. Химический состав сплавов 1590, 1590-3, 1590-4, 1599
Table 1. Chemical composition of the 1590, 1590-3, 1590-4, and 1599 alloys

Сплав	Массовая доля элементов, %								
	Si	Fe	Mn	Mg	Zn	Zr	Sc	Er*	Hf*
1590	0,04	0,07	0,41	5,57	0,21	0,1	0,14	0,1	0,05
1590-3	0,05	0,08	0,41	5,58	0,2	0,1	0,14	0,03	0,16
1590-4	0,05	0,08	0,41	5,53	0,21	0,1	0,14	0,1	0,1
1599	0,04	0,08	0,41	5,53	0,2	0,09	0,07	0,06	0,1

Примечание. * – содержание Er, Hf согласно расчету.
Note. * is content of Er, Hf according to calculation.

присадку легирующих компонентов (Mg, Mn) согласно результатам расчета. Расплав перемешивался в течение 3 мин с последующим нагревом до 740 °С, а также производился отбор пробы на экспресс-анализ химического состава плавки. Химический состав сплавов (таблица 1) определялся спектральным методом на атомно-эмиссионном спектрометре ARL 3460 (ГОСТ 25086, ГОСТ 7727, ГОСТ 3221, ASTM E 716, ASTM E 1251) с использованием лигатуры Al–Er₅. Содержание в слитке Er и Hf было определено расчетным путем ввиду отсутствия стандартных образцов.

Для исследования того, как термическая обработка влияет на формирование микроструктуры и механические свойства, слитки отжигались в муфельной электрической печи при 370 и 440 °С с выдержкой в течение 2, 4, 8, 24, 48, 72, 96 ч и последующим охлаждением в воде для фиксации пересыщенного твердого раствора.

Измерения микротвердости проводились на микротвердомере марки HV-1000 методом восстановленного отпечатка. Расчет проводился в программном комплексе Nexsys Image Expert Micro Hardness 2 в соответствии с ГОСТ 9450-76 «Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников», в качестве наконечника использовалась четырехгранная пирамида с квадратным основанием. Предварительно подготовленный образец (с отполированной поверхностью) устанавливался при помощи специального приспособления, обеспечивающего параллельность рабочей поверхности образца поверхности стола. Далее при нагрузке 0,025 кгс наконечник внедрялся в поверхность образца и выдерживался при указанной нагрузке 10 с. Для получения корректных значений микротвердости для каждого образца проводилось 10 замеров, расстояние между замерами составляло более 3 диагоналей отпечатка, места замеров равномерно распределялись по поверхности образца. Затем для каждого замера осуществлялся расчет фактических значений микротвердости. Для полученных значений рассчитывали среднее и указывали на графике с доверительным интервалом.

Для изучения мелкодисперсных частиц использовалась просвечивающая микроскопия (далее – ПЭМ) для литого состояния и после отжига при 440 °С в течение 4 и 48 ч. Исследования проводили на сканирующем просвечивающем электронном микроскопе (СЭМ) высокого разрешения Tesla G2 30 (FEI Company, Голландия, США), оборудованном системой сканирования GATAN, системой картирования изображений в характеристическом рентгеновском излучении, системой спектроскопии потерь энергии электронов EELS и энергодисперсионным спектрометром EDAX для элементного анализа.

Для электронно-микроскопических исследований образцы механически утоняли путем двусторонней шлифовки на мелкозернистой шлифовальной бумаге до толщины 40–60 мкм. Полученные пластинки электролитически утоняли до толщины, пригодной для просвечивания в электронном микроскопе. После этого из образцов с помощью модуля Ultratonic Disk Cutter вырезали диски диаметром 3 мм. Электрополировку проводили в установке электролитического утонения Struers Tenupol с использованием стандартного для алюминиевых сплавов электролита A2, рекомендованного фирмой Struers. Для чистки поверхности фольг от углеродных следов и при необходимости для заключи-

тельного утонения и увеличения обзорных полей применяли прибор ионной полировки PIPS II.

Идентификацию выделившихся при распаде пересыщенного твердого раствора фаз проводили, рассчитывая их межплоскостные расстояния по дополнительным рефлексам на электронограммах и анализируя их химический состав. Рассчитанные межплоскостные расстояния сопоставляли с данными, приведенными в международных рентгенометрических таблицах (JCPDS-ICDD). Для выявления морфологии и характера распределения каждой из выделившихся фаз проводили анализ темнопольных изображений в дополнительных рефлексах этих фаз.

Учитывая, что ПЭМ является достаточно ресурсо- и трудозатратной операцией, данным методом исследовались лишь два сплава – 1590-3 и 1590-4. Сплав 1590-4 был выбран исходя из того, что содержит минимальное количество эрбия и максимальное количество гафния, а сплав 1590-3 – потому что содержит медианное значение концентраций данных элементов.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В литом состоянии сплав 1590-4 демонстрирует максимальное значение микротвердости (рис. 1). Наименьшие показатели микротвердости в литом состоянии выявлены в сплаве 1590 с минимальным содержанием гафния.

Однако уже после 2 ч выдержки при температуре 370 °С наблюдается резкий рост микротвердости в сплавах 1590, 1590-3 и 1590-4. В сплаве 1590 изменений микротвердости не наблюдается, на всем протяжении времени выдержки она варьируется в пределах 75–80 HV 0,25. В сплаве 1590-3 после 8 ч выдержки начинается резкий рост микротвердости до 109,2 HV 0,25, который после 24 ч сменяется спадом вплоть до 89 HV 0,25 при 96 ч выдержки. Сплав 1590-4 в течение первых 48 ч выдержки показывает высокие значения микротвердости от 100,2 до 101,1 HV 0,25, после чего происходит плавный спад ее значений до 94,7 HV 0,25. Максимальное значение микротвердости в случае отжига сплавов при 370 °С наблюдается у сплава 1590-3 через 24 ч выдержки и составляет 109,2 HV 0,25.

Можно наблюдать (рис. 2), что в сплавах 1590, 1590-3, 1590-4 после 2 ч термической обработки при температуре 440 °С происходит резкий рост микротвердости, в отличие от сплава 1590. После 8 ч выдержки микротвердость сплава 1590-4 падает. Этого не наблюдается в сплаве 1590-3 с более высоким содержанием гафния, который при 48 ч выдержки при температуре 440 °С только увеличивает показатели микротвердости до 97,1 HV 0,25, после чего происходит пологий спад микротвердости. Однако в сплаве 1590 с содержанием эрбия 0,1 % и гафния 0,05 % наблюдается рост показателей микротвердости по сравнению со сплавом 1590-4 с 0,1 % эрбия и 0,1 % гафния. Сплав 1590 показывает наименьшие по сравнению с другими сплавами значения микротвердости. При выдержке 24 ч начинается ее рост. При 48 ч выдержки она достигает максимальных значений, после чего происходит ее снижение.

В структуре сплавов 1590-3 и 1590-4 обнаружено выделение дисперсоидов Al₃Sc уже в литом состоянии (рис. 3). По-видимому, их образование произошло

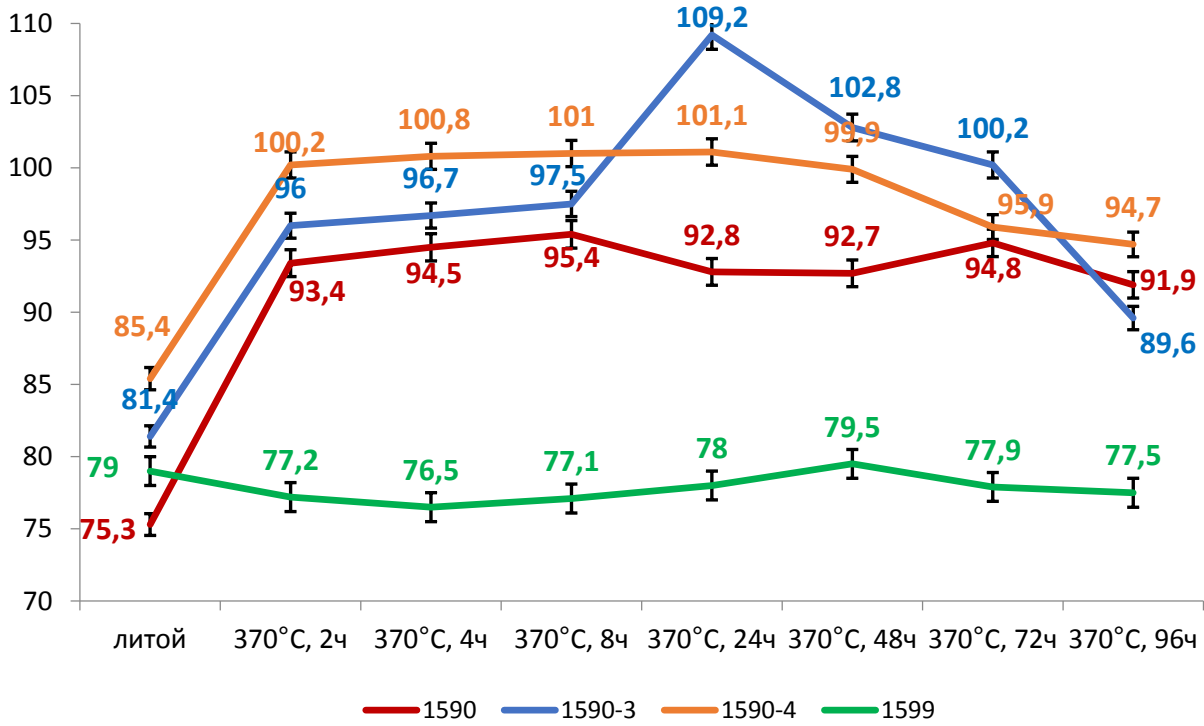


Рис. 1. Динамика изменения микротвердости сплавов марок 1590, 1590-3, 1590-4, 1599 в литом состоянии и после термической обработки при температуре 370 °С и выдержке от 2 до 96 ч

Fig. 1. Dynamics of changes in microhardness for alloys of 1590, 1590-3, 1590-4, 1599 grades in the as-cast state and after heat treatment at a temperature of 370 °C in the range from 2 to 96 h

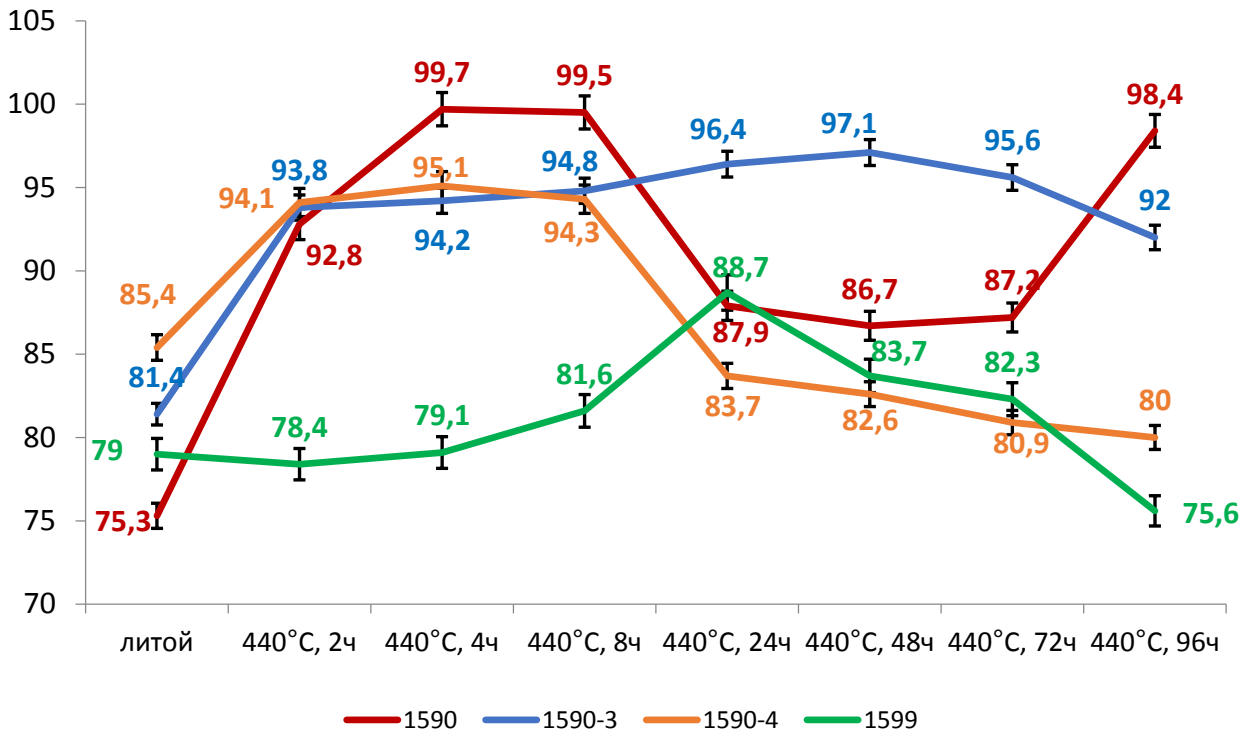


Рис. 2. Динамика изменения микротвердости сплавов марок 1590, 1590-3, 1590-4, 1599 в литом состоянии и после термической обработки при температуре 440 °С и выдержке от 2 до 96 ч

Fig. 2. Dynamics of changes in microhardness for alloys of 1590, 1590-3, 1590-4, 1599 grades in the as-cast state and after heat treatment at a temperature of 440 °C in the range from 2 to 96 h

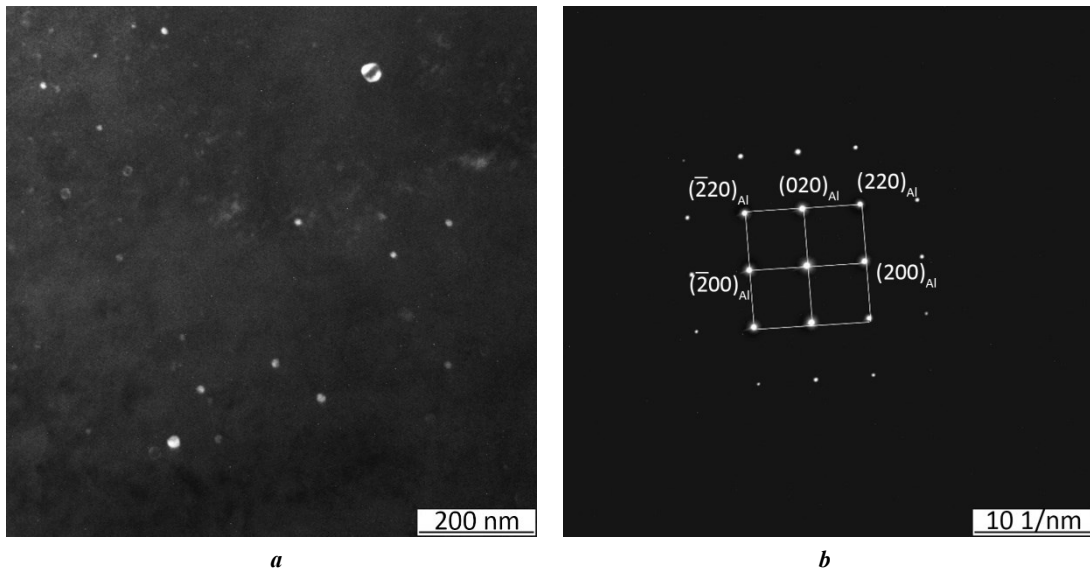


Рис. 3. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава 1590-3 в литом состоянии:
a – темнопольное изображение в рефлексе $(110)_{Al_3Sc}$;

b – микроэлектроннограмма, ось зоны $[100]_{Al}$

Fig. 3. Electron microscopic images of the microstructure of the 1590-3 alloy in the as-cast state:

a – dark-field image in the $(110)_{Al_3Sc}$ reflex;

b – micro-electron-diffraction pattern, $[100]_{Al}$ zone axis

в процессе распада пересыщенного твердого раствора при охлаждении материалов с температуры кристаллизации до комнатной. В сплаве 1590-3 фаза Al_3Sc выделяется в виде равноосных частиц диаметром 10–25 нм с достаточно высокой объемной долей и плотностью распределения в пространстве (рис. 3). В результате сравнительного анализа результатов ПЭМ для сплавов

1590-3 и 1590-4 в литом состоянии было обнаружено увеличение объемной доли и плотности распределения дисперсидов в пространстве (рис. 4). Стоит отметить, что сплав 1590-4 содержит на 0,07 % больше эрбия и на 0,06 % меньше гафния, чем сплав 1590-3. Таким образом, данное изменение химического состава влияет на количество наночастиц.

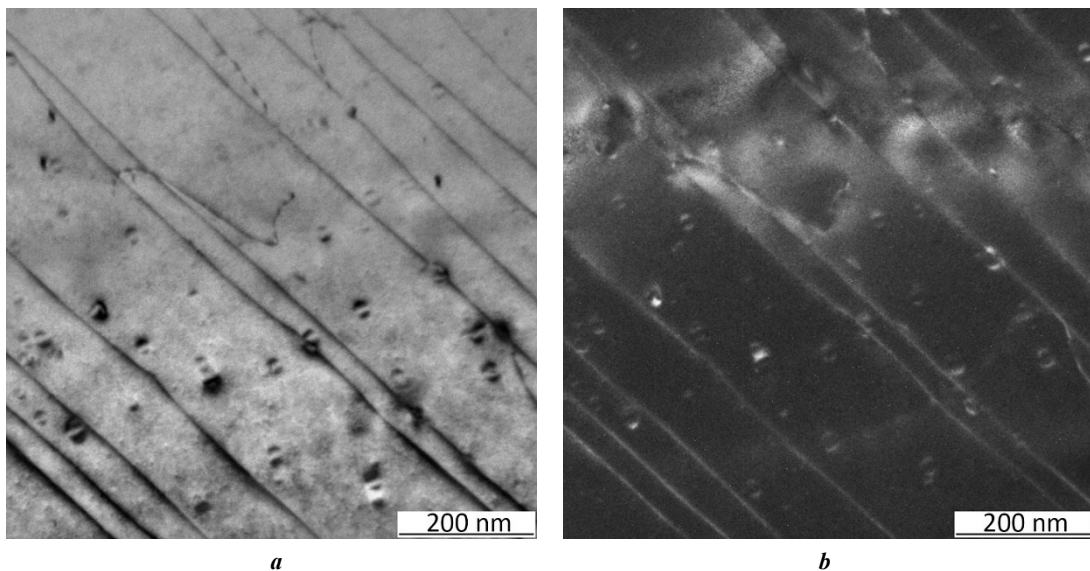


Рис. 4. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава 1590-4 в литом состоянии:

a – светлопольное изображение; **b** – темнопольное изображение в рефлексе $(111)_{Al}$

Fig. 4. Electron microscopic images of the microstructure of the 1590-4 alloy in the as-cast state:

a – light-field image; **b** – dark-field image in $(111)_{Al}$ reflex

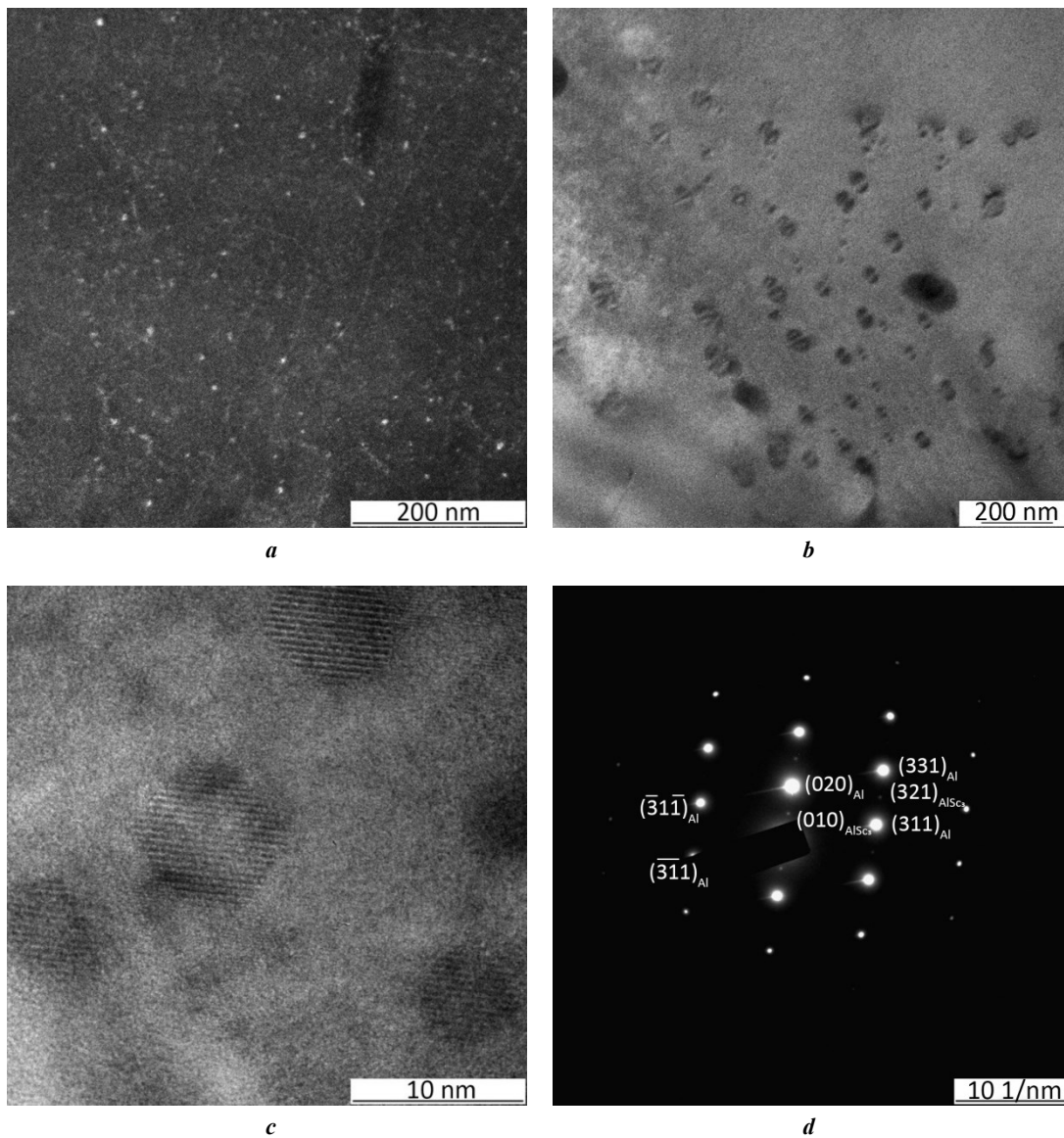


Рис. 5. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава 1590-3 после отжига при 440 °С в течение 4 ч: *a* – темнопольное изображение в рефлексе $(110)_{Al_3Sc}$; *b*, *c* – светлопольные изображения; *d* – микроэлектроннограмма, ось зоны $[103]_{Al}$

Fig. 5. Electron microscopic images of the microstructure of the 1590-3 alloy after annealing at 440 °C, 4 h: *a* – dark-field image in the $(110)_{Al_3Sc}$ reflex; *b*, *c* – light-field images; *d* – micro-electron-diffraction pattern, $[103]_{Al}$ zone axis

Отжиг в течение 4 ч при температуре 440 °С привел к увеличению размеров частиц. После обработки диаметр наиболее мелких частиц составляет 15 нм, что на 5 нм больше по сравнению с литым состоянием. В то же время диаметр наиболее крупных частиц не изменился и остался равен 25 нм (рис. 5).

Образовавшиеся в процессе термической обработки частицы Al_3Sc характеризовались диаметром 6–8 нм, меньшим, чем у дисперсоидов, обнаруженных в литом состоянии. Причиной выделения при проведении термической обработки более дисперсных частиц может быть их более низкая температура образования и меньшее насыщение твердого раствора атомами Sc.

Так же как и в сплаве 1590-3, в структуре образца сплава 1590-4, отожженного в течение 4 ч при температуре 440 °С, наблюдаются частицы Al_3Sc двух типов:

более дисперсные диаметром около 8 нм (по-видимому, выделившиеся при отжиге), составляющие большинство, и более редкие крупные размером преимущественно 15–25 нм (образовавшиеся ранее при охлаждении слитка) (рис. 6).

На светлопольных изображениях были также обнаружены пластины Al_6Mn длиной до 250 и шириной до 100 нм, при этом их распределение по объему зерен было неоднородным: на отдельных участках наблюдались их скопления и выстраивание частиц вдоль определенных направлений (рис. 6).

Увеличение продолжительности отжига при 440 °С до 48 ч приводит к росту диаметра наиболее дисперсных выделений. Средний размер дисперсоидов составляет около 15 нм, при этом размеры наиболее крупных частиц сохраняются на уровне 25 нм (рис. 7).

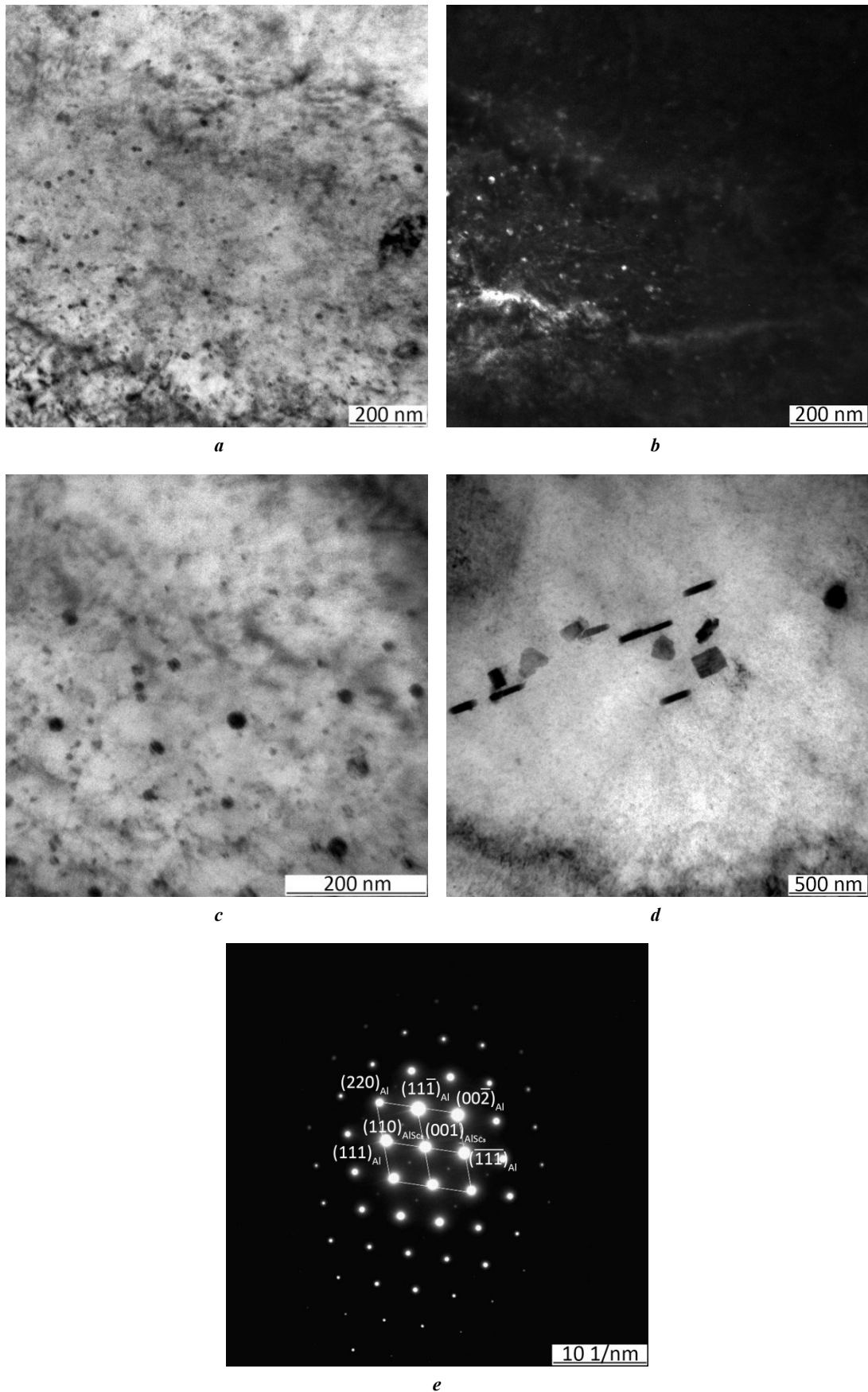


Рис. 6. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава 1590-4 после отжига при 440 °С в течение 4 ч:

a, c, d – светлопольные изображения; *b* – темнопольное изображение в рефлексе $(110)_{AlSc_3}$; *e* – микроэлектроннограмма, ось зоны $[110]_{Al}$

Fig. 6. Electron microscopic images of the microstructure of the 1590-4 alloy after annealing at 440 °C, 4 h: *a, c, d* – light-field images; *b* – dark-field images in the $(110)_{AlSc_3}$ reflex; *e* – micro-electron-diffraction pattern, $[110]_{Al}$ zone axis

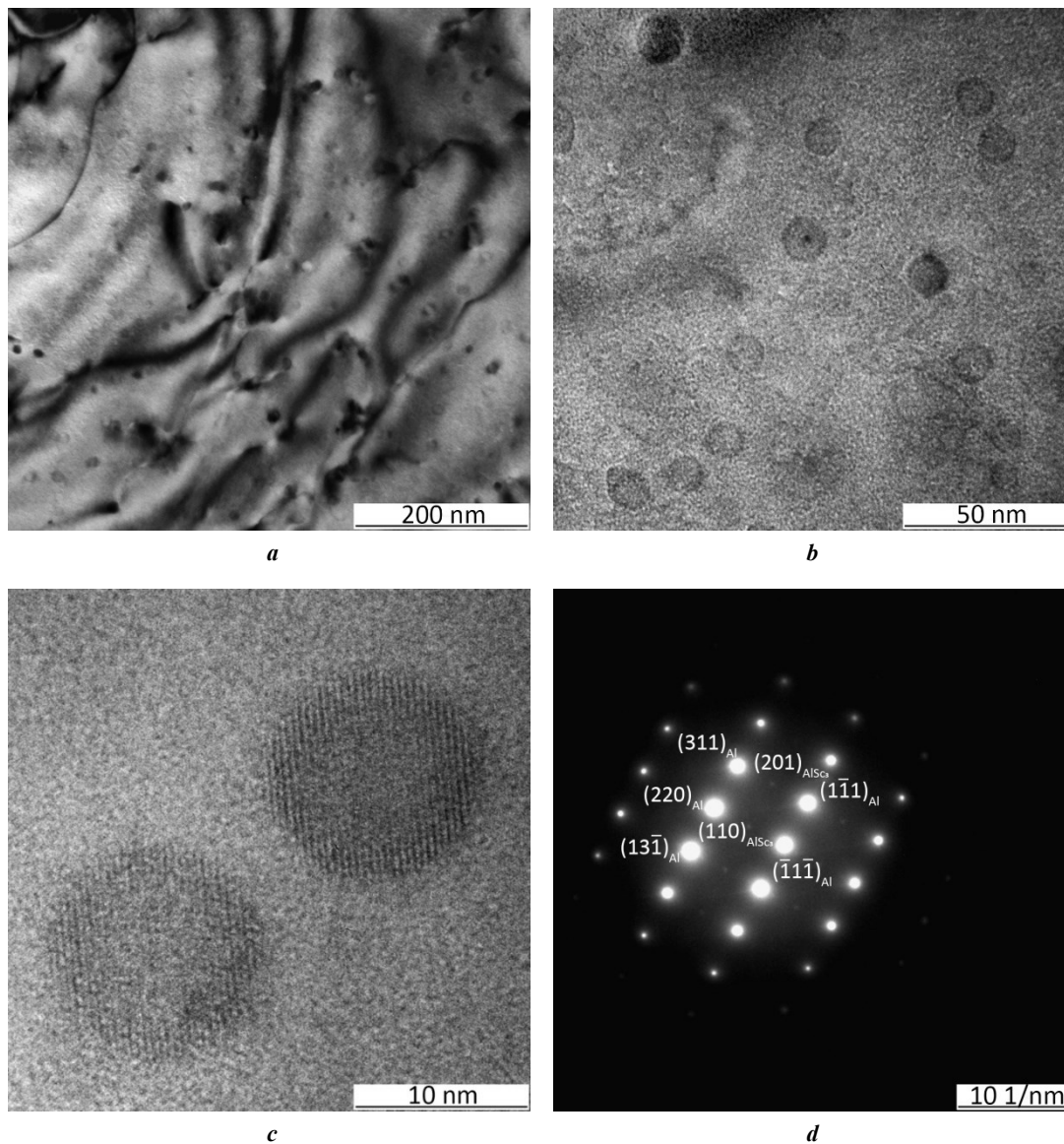


Рис. 7. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава 1590-3 после отжига при 440 °С в течение 48 ч: *a, b, c* – светлопольные изображения; *d* – микроэлектроннограмма, ось зоны $[112]_{Al}$
Fig. 7. Electron microscopic images of the microstructure of the 1590-3 alloy after annealing at 440 °C, 48 h: *a, b, c* – light-field images; *d* – micro-electron-diffraction pattern, $[112]_{Al}$ zone axis

Коагуляция частиц способствует их более однородному распределению по размерам: диапазон большинства наблюдаемых дисперсоидов составляет 13–15 нм, и только единичные частицы характеризуются большими или меньшими размерами. При этом объемная доля и плотность распределения в пространстве дисперсоидов остаются высокими.

Аналогичные изменения в структуре при увеличении продолжительности отжига при 440 °С до 48 ч происходят и в сплаве 1590-4. После термообработки по данному режиму на электронномикроскопических снимках наблюдаются дисперсоиды равноосной формы размерами от 15 до 30 нм (рис. 8).

Сравнительный анализ показал, что изменение химического состава сплава 1590-4 приводит к выделению более крупных частиц и менее однородному их распределению по размерам: большинство дисперсоидов характеризуются диаметром в диапазоне 20–25 нм,

но сохраняются и более дисперсные выделения размерами от 15 нм, а также образуются частицы диаметром 30 нм и более.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Прежде всего необходимо отметить, что в обоих исследованных с помощью ПЭМ сплавах наблюдается прерывистый распад пересыщенного твердого раствора. Прерывистый распад негативно влияет на механические свойства, так как ведет к уменьшению количества скандия в твердом растворе, в результате чего количество более мелкодисперсных частиц снижается.

Формирующиеся в ходе прерывистого распада частицы могут быть как равноосной, так и вытянутой формы. Как правило, они либо полностью, либо частично когерентны алюминиевой матрице [17–19]. Тем не менее их упрочняющий эффект не так высок, как

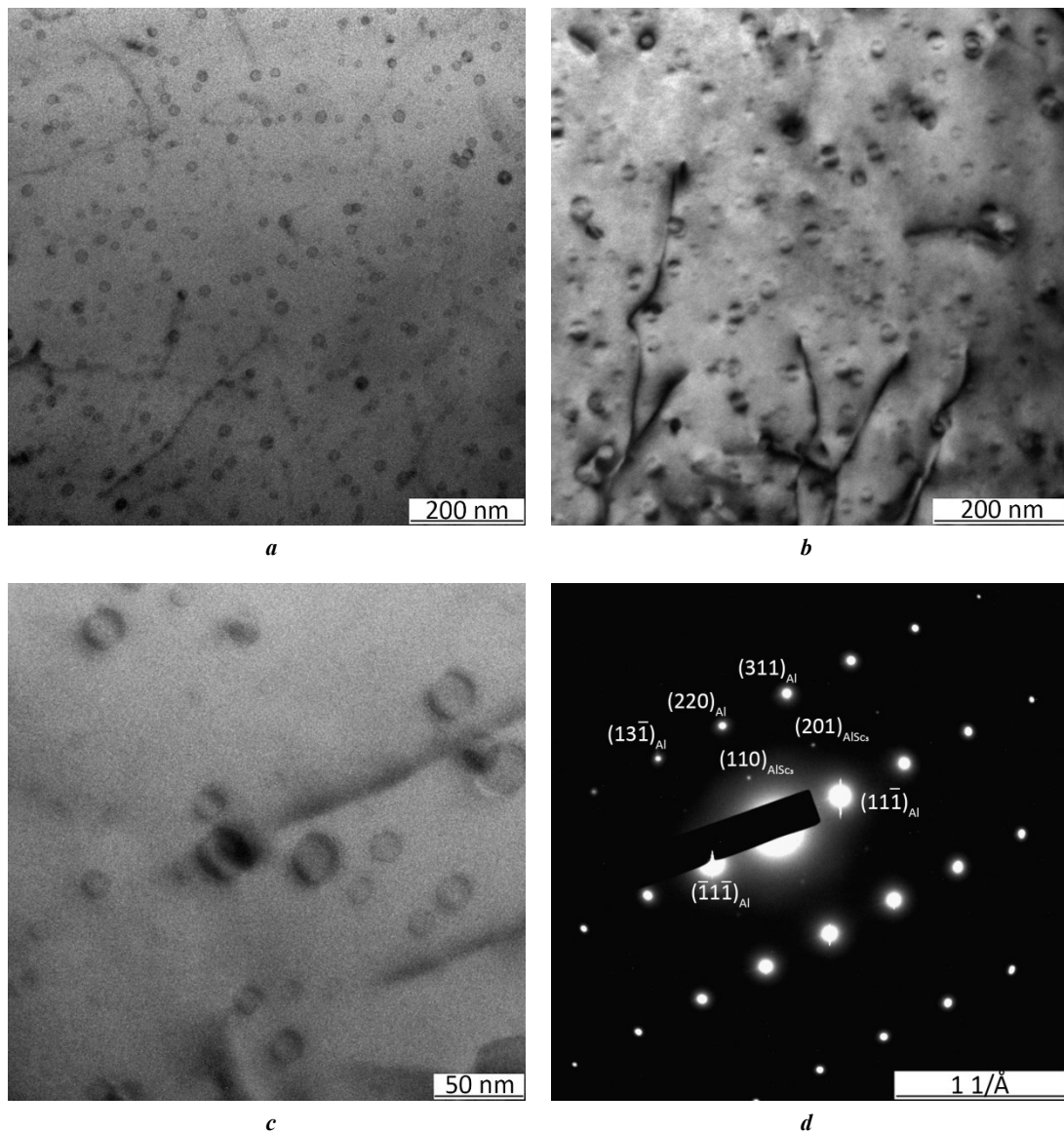


Рис. 8. Электронно-микроскопические изображения микроструктуры сплава 1590-4 после отжига при 440 °С в течение 48 ч: *a, b, c* – светлопольные изображения; *d* – микроэлектроннограмма, ось зоны $[112]_{Al}$
Fig. 8. Electron microscopic images of the microstructure of the 1590-4 alloy after annealing at 440 °C, 48 h: *a, b, c* – light-field images; *d* – micro-electron-diffraction pattern, $[112]_{Al}$ zone axis

у частиц, формирующихся в ходе непрерывного распада [20]. В данном случае причиной прерывистого распада мог стать эрбий, который ускоряет формирование частиц Al_3Sc . Об этом в том числе свидетельствует тот факт, что с ростом содержания эрбия с 0,03 до 0,10 % увеличивается количество и размеры частиц Al_3Sc .

Наивысшее значение микротвердости в литом состоянии у сплава 1590-4 на рис. 1 объясняется тем, что этот сплав максимально легирован гафнием и эрбием с их суммарным содержанием 0,2 %. Растворяясь в твердом растворе, гафний и эрбий вызывают максимальное упрочнение. Последующий рост микротвердости, наблюдаемый в сплавах 1590, 1590-3 и 1590-4 (рис. 1), объясняется тем, что в этих сплавах происходит выпадение дисперсоидов типа Al_3Sc , которые значительно увеличивают их прочностные показатели. Основной причиной того, что данный рост не происхо-

дит в сплаве 1599, является недостаточное количество Sc для образования мелкодисперсных упрочняющих частиц $Al_3(ScZr)$. Основной причиной резкого роста микротвердости после 8 ч отжига сплава 1590-3 (рис. 1) является максимальное выпадение из твердого пересыщенного раствора мелкодисперсных частиц $Al_3(ScZrHf)$, а падение микротвердости после 24 ч отжига свидетельствует о начале процесса их коагуляции. Неизменность значительной микротвердости в течение первых 48 ч после выдержки сплава 1590-4 (рис. 1) говорит о стабильности мелкодисперсных частиц в этом диапазоне. Дальнейшее уменьшение микротвердости сплава говорит о начале процессов коагуляции данных частиц.

Различия в изменении микротвердости в первые 2 ч отжига при температуре 440 °С в сплавах 1590, 1590-3, 1590-4 и 1599 объясняются тем, что в первых больше содержания Sc, чем в последнем. Поэтому в сплавах 1590, 1590-3, 1590-4 формирование дисперсоидов Al_3Sc

происходит быстрее. Наблюдаемый после 48 ч выдержки спад микротвердости в сплаве 1599 происходит из-за низкого содержания скандия.

Следует отметить, что согласно данным измерения микротвердости и результатам исследования с помощью просвечивающей микроскопии, гафний положительно влияет на механические свойства, особенно при температуре 440 °С. Это объясняется тем, что частицы Al_3Sc , содержащие большее количество гафния, более термостабильны. Стоит отметить, что активная диффузия гафния начинает происходить при нагреве выше 400 °С [20]. Именно поэтому влияние гафния более отчетливо видно при высоких температурах. Исходя из данных изменения микротвердости видно, что концентрации 0,07 % гафния недостаточно для формирования частиц Al_3Sc . Заметное изменение микротвердости происходит лишь при более долгой выдержке. Таким образом, при добавке гафния микротвердость остается стабильной как минимум в течение первых 8 ч при 440 °С. В сплавах, содержащих только скандий и цирконий, микротвердость при температуре 450 °С начинает снижаться уже после нескольких десятков минут выдержки [5]. Следует отметить, что в представленном исследовании, в отличие от [5], изучалась не только термостабильность наночастиц, но и ее влияние на механические свойства. Опираясь на результаты изменения микротвердости, полученные в данном исследовании, можно заключить, что концентрация гафния в 0,44 %, использовавшаяся в [13], избыточна, так как 0,16 % гафния достаточно для стабилизации микротвердости в течение 96 ч выдержки.

Следует отметить, что если эффект влияния гафния на формирование наночастиц и микротвердость очевиден, то влияние эрбия не так однозначно. Рост микротвердости в первые 2 ч нагрева во всех исследуемых сплавах происходит с одинаковой интенсивностью, что говорит об отсутствии различий при формировании наночастиц. При этом эрбий влияет именно на формирование зародышей. Такая картина связана с тем, что выделение наночастиц Al_3Er происходит при более низких температурах [11]. Возможно, будет эффективна схема двухступенчатого отжига: с первой ступенью при 250–300 °С для образования частиц Al_3Er и второй ступенью при 400–450 °С для формирования оболочки из Sc, Zr и Hf. Поэтому очевидным направлением дальнейших исследований является изучение влияния эрбия на формирование микроструктуры и механических свойств в данной группе сплавов при их двухступенчатом отжиге.

ВЫВОДЫ

По результатам проведенных исследований выявлено положительное влияние гафния и эрбия на формирование микроструктуры и механических свойств сплавов, экономнолегированных скандием. Увеличение содержания эрбия в сплавах приводит к увеличению микротвердости при термообработке в режимах 370 °С, до 24 ч выдержки и 440 °С, до 8 ч выдержки. С увеличением температуры и продолжительности отжига происходит коагуляция частиц Al_3Sc , при этом размеры частиц в сплаве 1590-4 с повышенным содержанием эрбия увеличиваются в 2 раза по сравнению с размером ча-

стиц в сплаве 1590-3, где максимальное содержание гафния. Стоит отметить, что в сплавах с высоким содержанием гафния значительное повышение микротвердости происходит при температуре 440 °С после 8 ч выдержки, что подтверждается результатами ПЭМ после термической обработки при 440 °С в течение 48 ч. Основным объяснением меньшего размера наночастиц в сплаве 1590-3 является то, что гафний образует оболочку вокруг частиц Al_3Sc , что замедляет процесс их роста при высоких температурах термической обработки и длительной выдержке и оказывает положительное влияние на микротвердость.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Иброхимов С.Ж., Ганиев И.Н., Эшов Б.Б. Твердость и прочность сплава $AMg4$, легированного редкоземельными металлами (Sc, Y, La, Pr, Nd) // Вестник Саратовского государственного технического университета. 2023. № 1. С. 74–82. EDN: [BATVYU](#).
2. Коковин П.Л., Мальцева Т.В. О возможности изменения технологии получения крупногабаритных плоских слитков из алюминиевого сплава $AMg3$ // Технология легких сплавов. 2024. № 1. С. 29–35. DOI: [10.24412/0321-4664-2024-1-29-35](#).
3. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов. М.: Металлургия, 1979. 639 с.
4. Lei Zhiguo, Wen Shengping, Huang Hui, Wei Wu, Nie Zuoren. Grain refinement of aluminum and aluminum alloys by Sc and Zr // Metals. 2023. Vol. 13. № 4. Article number 751. DOI: [10.3390/met13040751](#).
5. Давыдов В.Г., Елагин В.И., Захаров В.В., Ростова Т.Д. О легировании алюминиевых сплавов добавками скандия и циркония // Металловедение и термическая обработка металлов. 1996. № 8. С. 25–30. EDN: [MOVQJR](#).
6. Захаров В.В. Легирование промышленных алюминиевых сплавов скандием // Металловедение и термическая обработка металлов. 2024. № 6. С. 18–23. EDN: [EPOIUO](#).
7. Forbord B., Lefebvre W., Danoix F., Hallem H., Marthinsen K. Three dimensional atom probe investigation on the formation of $Al_3(Sc, Zr)$ -dispersoids in aluminum alloys // Scripta materialia. 2004. Vol. 51. № 4. P. 333–337. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2004.03.033](#).
8. Захаров В.В., Филатов Ю.А. Экономнолегированные скандием алюминиевые сплавы // Технология легких сплавов. 2021. № 4. С. 31–37. DOI: [10.24412/0321-4664-2021-4-31-37](#).
9. Захаров В.В., Фисенко И.А., Кунявская Т.М. Принципы создания сплавов на основе алюминия, экономнолегированных скандием // Металловедение и термическая обработка металлов. 2024. № 5. С. 39–43. EDN: [KPMAYK](#).
10. Karnesky R.A., Dunand D.C., Seidman D.N. Evolution of nanoscale precipitates in Al microalloyed with Sc and Er // Acta Materialia. 2009. Vol. 57. № 14. P. 4022–4031. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.04.034](#).
11. Liu Xiaomin, Wang Qian, Zhao Chuan, Li Hongping, Wang Mingliang, Chen Dong, Wang Haowei. Formation of ordered precipitates in Al-Sc-Er-(Si/Zr) alloy from first-principles study // Journal of Rare Earths. 2021. Vol. 39. № 5. P. 609–620. DOI: [10.1016/j.jre.2020.08.005](#).

12. Зорин И.А., Арышенский Е.В., Дриц А.М., Коновалов С.В., Комаров В.С. Влияние гафния на литую микроструктуру в сплаве 1570 // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. 2023. Т. 29. № 1. С. 56–65. DOI: [10.17073/0021-3438-2023-1-56-65](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-1-56-65).
13. Hallem H., Lefebvre W., Forbord B., Danoix F., Marthinsen K. The formation of $Al_3(Sc_xZr_yHf_{1-x-y})$ -dispersoids in aluminium alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2006. Vol. 421. № 1-2. P. 154–160. DOI: [10.1016/j.msea.2005.11.063](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.11.063).
14. Hallem H., Forbord B., Marthinsen K. Investigation of Al-Fe-Si alloys with additions of Hf, Sc and Zr // *Materials Forum*. 2004. Vol. 28. P. 825–831.
15. Зорин И.А., Арышенский Е.В., Кудрявцев Е.А., Дриц А.М., Коновалов С.В. Влияние гафния на высокомагниевого сплавы, легированные переходными металлами, при термической обработке // *Frontier Materials & Technologies*. 2024. № 1. С. 29–36. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-3](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-3).
16. Дриц А.М., Арышенский В.Ю., Арышенский Е.В., Захаров В.В. Свариваемый термически не упрочняемый сплав на основе системы Al-Mg: патент на изобретение RU № 2726520, 2020. 5 с.
17. Norman A.F., Prangnell P.B., McEwen R.S. The solidification behaviour of dilute aluminium-scandium alloys // *Acta materialia*. 1998. Vol. 46. № 16. P. 5715–5732. DOI: [10.1016/S1359-6454\(98\)00257-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00257-2).
18. Blake N., Hopkins M.A. Constitution and age hardening of Al-Sc alloys // *Journal of Materials Science*. 1985. Vol. 20. P. 2861–2867. DOI: [10.1007/BF00553049](https://doi.org/10.1007/BF00553049).
19. 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. Vol. 11. № 11. Article number 1797. DOI: [10.3390/met11111797](https://doi.org/10.3390/met11111797).
20. Røyset J., Ryum N. Scandium in aluminium alloys // *International Materials Reviews*. 2005. Vol. 50. № 1. P. 19–44. DOI: [10.1179/174328005X14311](https://doi.org/10.1179/174328005X14311).
6. Zakharov V.V. Alloying of industrial aluminum alloys with scandium. *Metal Science and Heat Treatment*, 2024, vol. 66, pp. 338–342. DOI: [10.1007/s11041-024-01056-8](https://doi.org/10.1007/s11041-024-01056-8).
7. Forbord B., Lefebvre W., Danoix F., Hallem H., Marthinsen K. Three dimensional atom probe investigation on the formation of $Al_3(Sc, Zr)$ -dispersoids in aluminium alloys. *Scripta materialia*, 2004, vol. 51, no. 4, pp. 333–337. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2004.03.033](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.03.033).
8. Zakharov V.V., Filatov Yu.A. Aluminum alloys sparingly alloyed with scandium. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2021, no. 4, pp. 31–37. DOI: [10.24412/0321-4664-2021-4-31-37](https://doi.org/10.24412/0321-4664-2021-4-31-37).
9. Zakharov V.V., Fisenko I.A., Kunyavskaya T.M. Principles for creating aluminum-based alloys sparingly alloyed with scandium. *Metal Science and Heat Treatment*, 2024, vol. 66, pp. 294–298. DOI: [10.1007/s11041-024-01049-7](https://doi.org/10.1007/s11041-024-01049-7).
10. Karnesky R.A., Dunand D.C., Seidman D.N. Evolution of nanoscale precipitates in Al microalloyed with Sc and Er. *Acta Materialia*, 2009, vol. 57, no. 14, pp. 4022–4031. DOI: [10.1016/j.actamat.2009.04.034](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.04.034).
11. Liu Xiaomin, Wang Qian, Zhao Chuan, Li Hongping, Wang Mingliang, Chen Dong, Wang Haowei. Formation of ordered precipitates in Al-Sc-Er-(Si/Zr) alloy from first-principles study. *Journal of Rare Earths*, 2021, vol. 39, no. 5, pp. 609–620. DOI: [10.1016/j.jre.2020.08.005](https://doi.org/10.1016/j.jre.2020.08.005).
12. Zorin I.A., Aryshenskiy E.V., Drits A.M., Konovalov S.V., Komarov V.S. Metallurgy Effect of hafnium on cast microstructure in alloy 1570. *Izvestiya vysshikh uchebnykh zavedeniy. Tsvetnaya metallurgiya*, 2023, vol. 29, no. 1, pp. 56–65. DOI: [10.17073/0021-3438-2023-1-56-65](https://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-1-56-65).
13. Hallem H., Lefebvre W., Forbord B., Danoix F., Marthinsen K. The formation of $Al_3(Sc_xZr_yHf_{1-x-y})$ -dispersoids in aluminium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, vol. 421, no. 1-2, pp. 154–160. DOI: [10.1016/j.msea.2005.11.063](https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.11.063).
14. Hallem H., Forbord B., Marthinsen K. Investigation of Al-Fe-Si alloys with additions of Hf, Sc and Zr. *Materials Forum*, 2004, vol. 28, pp. 825–831.
15. Zorin I.A., Aryshenskiy E.V., Kudryavtsev E.A., Drits A.M., Konovalov S.V. The influence of hafnium on high-magnesium alloys doped with transition metals during heat treatment. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 1, pp. 29–36. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-1-67-3](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-3).
16. Drits A.M., Aryshenskiy V.Yu., Aryshenskiy E.V., Zakharov V.V. *Svarivaemyy termicheski ne uprochnyaemyy spлав na osnove sistemy Al-Mg* [A thermally non-hardenable welded alloy based on the Al-Mg system], patent na izobretenie RF no. 2726520, 2020. 5 p.
17. Norman A.F., Prangnell P.B., McEwen R.S. The solidification behaviour of dilute aluminium-scandium alloys. *Acta materialia*, 1998, vol. 46, no. 16, pp. 5715–5732. DOI: [10.1016/S1359-6454\(98\)00257-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00257-2).
18. Blake N., Hopkins M.A. Constitution and age hardening of Al-Sc alloys. *Journal of Materials Science*, 1985, vol. 20, pp. 2861–2867. DOI: [10.1007/BF00553049](https://doi.org/10.1007/BF00553049).
19. 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, vol. 11, no. 11, article number 1797. DOI: [10.3390/met11111797](https://doi.org/10.3390/met11111797).
20. Røyset J., Ryum N. Scandium in aluminium alloys. *International Materials Reviews*, 2005, vol. 50, no. 1, pp. 19–44. DOI: [10.1179/174328005X14311](https://doi.org/10.1179/174328005X14311).

REFERENCES

1. Ibrokhimov S.Zh., Ganiev I.N., Eshov B.B. Hardness and strength of AMg4 alloy hardened with rare-earth metals (Sc, Y, La, Pr, Nd). *Vestnik Saratovskogo gosudarstvennogo tekhnicheskogo universiteta*, 2023, no. 1, pp. 74–82. EDN: [BATVYU](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-1-67-3).
2. Kokovin P.L., Maltseva T.V. About the possibility of changing the technology for production of large-sized flat ingots from AMg3 aluminum alloy. *Tekhnologiya legkikh splavov*, 2024, no. 1, pp. 29–35. DOI: [10.24412/0321-4664-2024-1-29-35](https://doi.org/10.24412/0321-4664-2024-1-29-35).
3. Mondolfo L.F. *Struktura i svoystva alyuminievykh splavov* [Aluminium Alloys: Structure and Properties]. Moscow, Metallurgiya Publ., 1979. 639 p.
4. Lei Zhiguo, Wen Shengping, Huang Hui, Wei Wu, Nie Zuoren. Grain refinement of aluminum and aluminum alloys by Sc and Zr. *Metals*, 2023, vol. 13, no. 4, article number 751. DOI: [10.3390/met13040751](https://doi.org/10.3390/met13040751).
5. Davydov V.G., Elagin V.I., Zakharov V.V., Rostoval D. Alloying aluminum alloys with scandium and zirconium additives. *Metal Science and Heat Treatment*, 1996, vol. 38, no. 7-8, pp. 347–352. DOI: [10.1007/bf01395323](https://doi.org/10.1007/bf01395323).

Effect of erbium and hafnium microalloying on the formation of Al₃Sc particles in aluminium alloy with a high magnesium content

Aleksandr A. Ragazin^{1,4}, engineer

of Aviation Materials Study Industrial Research Laboratory (ONIL-4)

Evgeny V. Aryshenskiy^{*2,5}, Doctor of Sciences (Engineering), PhD, Associate Professor,
chief researcher of Scientific Research Department

Vladimir Yu. Aryshenskiy^{1,6}, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
chief researcher of Aviation Materials Study Industrial Research Laboratory (ONIL-4)

Dmitry Yu. Rasposienko^{3,7}, PhD (Engineering), senior researcher of the Laboratory of Non-ferrous Alloys

Sergey V. Konovalov^{1,2,8}, Doctor of Sciences (Engineering), Professor,
chief researcher of Aviation Materials Study Industrial Research Laboratory (ONIL-4),
Pro-rector for Research and Innovative Activities

Inzil D. Bakhtegareev^{1,9}, master

¹Academician S.P. Korolev Samara National Research University, Samara (Russia)

²Siberian State Industrial University, Novokuznetsk (Russia)

³M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS, Yekaterinburg (Russia)

*E-mail: arishenskiy_ev@sibsiu.ru

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6762-7436>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-3875-7749>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6869-4764>

⁷ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7670-9054>

⁸ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4809-8660>

⁹ORCID: <https://orcid.org/0009-0004-3081-9049>

Received 07.10.2024

Revised 27.11.2024

Accepted 04.02.2025

Abstract: The paper studies the effect of hafnium and erbium additives on the microstructure formation during heat treatment of aluminium alloys with a high magnesium content additionally alloyed with scandium and zirconium. For the study, ingots of aluminium alloys with a high content of magnesium alloyed with scandium, erbium and hafnium with a content in the ranges of 0.03–0.16 % and 0.05–0.16 %, respectively, were produced by casting in a steel chill mould. After casting, the samples were treated with heat at a temperature of 370 and 440 °C with a holding time of 2 to 96 h. Changes in microhardness depending on the heat treatment were studied. For 1590-3 and 1590-4 alloys in the as-cast condition and after heat treatment at a temperature of 440 °C for 2 and 48 h, the fine microstructure and coarse intermetallic compounds were studied using transmission microscopy. The study found that additions of hafnium and erbium lead to an increase in microhardness due to a decrease in the size and an increase in the number of Al₃Sc nanoparticles. After heat treatment at a temperature of 440 °C for 4 h, Al₃Sc particles of the same size (8 nm) and density precipitate in all the alloys under study. However, with an increase in the holding time in the alloy with a lower hafnium content and a higher erbium content, the particle size increases by 2 times compared to the particles of the alloy where the hafnium content is higher and the erbium content is low.

Keywords: aluminium alloys; microalloying; scandium; hafnium; erbium; formation of Al₃Sc particles; microhardness; microstructure; nanoparticles.

Acknowledgments: The study was supported by the grant of the Russian Science Foundation No. 22-19-00810, <https://rscf.ru/project/22-19-00810/>.

For citation: Ragazin A.A., Aryshenskiy E.V., Aryshenskiy V.Yu., Rasposienko D.Yu., Konovalov S.V., Bakhtegareev I.D. Effect of erbium and hafnium microalloying on the formation of Al₃Sc particles in aluminium alloy with a high magnesium content. *Frontier Materials & Technologies*, 2025, no. 1, pp. 69–80. DOI: 10.18323/2782-4039-2025-1-71-6.