

Особенности формирования микроструктуры алюминиевых сплавов АК4-1 и АК12Д после их совместной обработки трением с перемешиванием

© 2023

Халикова Гульнара Рашитовна^{*1,2,3}, кандидат технических наук, старший научный сотрудник, доцент кафедры «Технологические машины и оборудование», доцент кафедры «Технология металлов в нефтегазовом машиностроении»
*Басырова Регина Айратовна*¹, стажер-исследователь
Трифонов Вадим Геннадьевич^{1,2,4}, кандидат технических наук, ведущий научный сотрудник, доцент кафедры «Технология металлов в нефтегазовом машиностроении»

¹Институт проблем сверхпластичности металлов РАН, Уфа (Россия)

²Уфимский государственный нефтяной технический университет, Уфа (Россия)

*E-mail: gulnara.r.khalikova@gmail.com

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6712-8469>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8187-1355>

Поступила в редакцию 14.06.2023

Принята к публикации 21.08.2023

Аннотация: Обработка трением с перемешиванием – один из современных методов локального модифицирования поверхности алюминиевых сплавов в твердофазном состоянии, обеспечивающий диспергирование структурных составляющих. В термически упрочняемых алюминиевых сплавах со структурой матричного типа последующая после обработки трением с перемешиванием термообработка может приводить к аномальному росту зерен в зоне перемешивания. Однако в сплавах, структура которых близка к микродуплексному типу, после обработки трением с перемешиванием и термообработки может сформироваться мелкозернистая структура. Работа направлена на оценку возможности повышения термической стабильности микроструктуры алюминиевого сплава АК4-1 (Al–Cu–Mg–Fe–Si–Ni) матричного типа. Для этого в исследуемый сплав обработкой трением с перемешиванием локально замешивался алюминиевый сплав АК12Д (Al–Si–Cu–Ni–Mg) со структурой, близкой к микродуплексному типу. Последующая упрочняющая термообработка проводилась по стандартному режиму для сплава АК4-1. Исследования показали, что зона перемешивания имеет эллиптическую форму со структурой «луковичных колец». Такая структура представляет собой чередующиеся кольца с разным количеством и размером избыточных фаз. При этом в центре зоны перемешивания ширина колец и средняя площадь избыточных фаз больше по сравнению с периферией зоны перемешивания, где ширина колец и средняя площадь частиц меньше. Средняя площадь частиц избыточных фаз в кольцах с большим их содержанием меньше по сравнению с кольцами, где их количество ниже. Такое распределение избыточных фаз приводит к формированию мелкозернистой микроструктуры, средний размер которой зависит от межчастичного расстояния в α -Al твердом растворе.

Ключевые слова: алюминиевые сплавы; АК4-1; АК12Д; обработка трением с перемешиванием; термообработка; термическая стабильность; структура луковичных колец; луковично-кольцевая структура

Благодарности: Обработка трением с перемешиванием, исследование макростроения и количественная оценка микроструктуры сплавов выполнены за счет гранта Российского научного фонда № 22-29-01318. Энергодисперсионный спектральный анализ поддержан в рамках программы фундаментальных исследований и государственного задания Министерства науки и высшего образования РФ.

Микроструктурные исследования на растровых электронных микроскопах выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования «Структурные и физико-механические исследования материалов» ИПСМ РАН.

Для цитирования: Халикова Г.Р., Басырова Р.А., Трифонов В.Г. Особенности формирования микроструктуры алюминиевых сплавов АК4-1 и АК12Д после их совместной обработки трением с перемешиванием // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 3. С. 115–124. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-3-65-11.

ВВЕДЕНИЕ

Обработка трением с перемешиванием (ОТП), как один из методов поверхностного упрочнения алюминиевых сплавов в твердофазном состоянии, имеет перспективные направления развития в различных отраслях промышленности, так как по сравнению с другими традиционными способами поверхностной обработки она лишена таких недостатков, как агломерация частиц добавок, образование нежелательных фаз и межфазных реакций из-за высокой температуры обработки, необхо-

димость использования дополнительных методов обработки и сложного технологического оборудования, низкая эффективность обработки и т. д. [1]. Этот метод локального модифицирования поверхности сплавов, основанный на физических принципах сварки трением с перемешиванием, обусловлен интенсивной пластической деформацией в условиях повышенных температур и обеспечивает формирование мелкозернистой структуры за счет механизмов динамической рекристаллизации и возврата [2]. Такая структура часто характеризуется оптимальным сочетанием прочности и пластичности [3–5].

В термически упрочняемых алюминиевых сплавах прочностные характеристики в значительной мере определяются когерентными дисперсными частицами, формирование которых происходит за счет дисперсионного твердения в процессе термической обработки, включающей в себя закалку и последующее искусственное старение [6]. Однако в процессе обработки/сварки трением с перемешиванием имеет место значительный температурный градиент [7]. При этом частицы вторичных фаз в обрабатываемом сплаве могут претерпевать очень сложные превращения, что может приводить к деградации прочностных характеристик. Например, в зоне термомеханического влияния, которая подвергается относительно низкотемпературному воздействию ($\approx 0,7-0,6$ Тпл, Тпл – гомологическая температура плавления), как правило, наблюдается коагуляция избыточных фаз, которая может привести к срыву когерентности на межфазных границах [8]. В зоне перемешивания, нагретой до высоких температур ($\approx 0,9-0,75$ Тпл), частицы вторичных фаз обычно растворяются в алюминиевой матрице. Кроме того, в зависимости от температуры деформации в процессе ОТП при последующем охлаждении сплава до комнатной температуры из α -Al твердого раствора могут частично выделяться дисперсоиды [9–11], способствуя частичному восстановлению прочностных характеристик.

Необходимого уровня механических свойств алюминиевых сплавов после обработки трением с перемешиванием можно достигнуть последующей перезакалкой и искусственным старением. В этом случае обеспечивается относительно однородное выделение упрочняющих частиц в различных областях зоны обработки. Однако высокотемпературная обработка часто приводит к аномальному росту зерен в зоне перемешивания, что наблюдалось в различных алюминиевых сплавах, имеющих структуру матричного типа [12–14]. Легирование алюминиевых сплавов высокопрочными частицами второй фазы, такими как SiC, Al_2O_3 , W_4C , SiO_2 , TiC, фуллерен, углеродные нанотрубки, графен и др., с последующим образованием алюмоматричных композитов не всегда приводит к подавлению аномального роста зерен [15]. Аномальный рост зерен обычно описывается в рамках так называемой «ячеистой модели» Хамфри [16; 17], согласно которой аномальный характер роста зерен связан либо с повышенным содержанием малоугловых границ, либо с относительно низкой концентрацией частиц вторичных фаз. Тем не менее в работе [18] было показано формирование в алюминиевом сплаве АК12Д мелкозернистой структуры со средним размером зерен около $3,3 \pm 0,1$ мкм после ОТП и упрочняющей термообработки. Этот сплав характеризуется структурой, близкой к структуре микродуплексного типа и состоящей из α -Al матрицы и большого количества избыточных фаз, включая частицы эвтектического кремния [6]. В этом случае большая доля дисперсных избыточных фаз препятствовала скорости миграции границ зерен при действии тормозящей силы Зинера [19].

Поскольку легирование алюминиевых матричных сплавов частицами второй фазы не всегда способствует подавлению аномального характера роста зерен, было выдвинуто предположение, что локальное повышение частиц избыточных фаз за счет замешивания в него алюминиевого сплава микродуплексного типа может

привести к формированию мелкозернистой структуры после высокотемпературной обработки.

Цель работы – оценить возможность повышения термической стабильности микроструктуры алюминиевого сплава АК4-1 путем локального замешивания в него сплава АК12Д обработкой трением с перемешиванием и последующей упрочняющей термообработки.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе был рассмотрен промышленный жаропрочный алюминиевый сплав АК4-1 со следующим химическим составом: Al–1,97%Cu–1,73%Mg–1,01%Fe–0,98%Si–0,96%Ni–0,24%Co (вес. %). Из горячепрессованного прутка $\varnothing 140$ мм из сплава АК4-1 в поперечном направлении были вырезаны пластины, которые подвергались механической обработке с чистотой поверхности 0,6 Ra. Конечная толщина пластин составляла 7 мм. В поверхностях этих пластин были вырезаны пазы шириной 2 мм и глубиной 2 мм. В качестве упрочняющего материала применялся промышленный жаропрочный алюминиевый сплав АК12Д со следующим химическим составом: Al–12,8%Si–1,67%Cu–1,03%Ni–0,84%Mg–0,33%Mn–0,23%Co–0,24%Fe (вес. %). Вставки в виде прямоугольных параллелепипедов из сплава АК12Д шириной 2 мм и высотой 2 мм помещались в пазы пластин из сплава АК4-1. Заготовка крепилась на стол модернизированного универсального консольно-фрезерного станка. Для того чтобы вставки в пазах не перемещались в процессе ОТП, поверхность этой области «затиралась» плечиками. При этом инструмент подвигался по нормали к поверхности заготовки.

Затем проводили однопроходную обработку трением с перемешиванием. Применялся обрабатывающий инструмент с цилиндрическим пином $\varnothing 6$ мм и высотой 4 мм с нанесенной левой резьбой. Обрабатывающий инструмент вводился в исследуемый сплав под углом $\alpha = 2^\circ$ к поверхности заготовки до соприкосновения его плечиков с поверхностью, подлежащей ОТП. Скоростные режимы обрабатывающего инструмента составили: скорость вращения ω – 1000 об/мин, скорость подачи v – 30 мм/мин. Упрочняющая термообработка всех исследуемых композиций алюминиевых сплавов проводилась по следующему режиму: закалка при температуре 530 ± 5 °С, искусственное старение при 190 ± 2 °С в течение 10 ч.

Структурные изменения оценивались в исходном термообработанном состоянии, а также в состоянии после ОТП и последующей термообработки. Поперечные сечения обработанных заготовок были подготовлены для макро- и микроструктурного анализа. Для исследований макроструктуры и анализа зеренной структуры образцы подвергались травлению в растворе следующего состава: H_2O (60 мл), HNO_3 (35 мл), HF (5 мл).

Макроструктурный анализ поперечных сечений образцов проводился с помощью оптического микроскопа (ОМ) ZEISS Axio Scope.A1. Микроструктурные исследования проводились на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) Tescan Mira 3LMH с применением детекторов вторичных электронов (SE) и обратно рассеянных электронов (BSE). Энергодисперсионный спектральный анализ (ЭДС) выполнялся на СЭМ Tescan Vega 3SBH. Количественная оценка средней площади (S) частиц первичных избыточных интерметаллидных фаз (Pr)

и частиц кремния (Si) проводилась на полированной поверхности образцов с применением методик компьютерного анализа путем графического выделения группы частиц каждой из исследуемых фаз. Для каждой зоны обработки количественные измерения осуществляли на равных по площади участках. Средний размер зерен оценивался методом случайных секущих на пяти полях зрения. При оценке первичных избыточных фаз, а также зеренной структуры измерялось не менее 300 структурных элементов. Обработка результатов исследования проводилась с достоверной вероятностью 95 %.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исходная микроструктура

Типичная микроструктура алюминиевого сплава АК4-1 после упрочняющей термообработки состоит из α -Al твердого раствора и некоторого количества избыточных интерметаллидных фаз, расположенных по направлению течения материала при горячей деформации (рис. 1 а). Согласно [6], в сплавах системы Al–Cu–Mg–Ni–Fe могут присутствовать следующие первичные фазы кристаллизационного происхождения: Al_3FeNi , Mg_2Si , Al_7Cu_2Fe , Al_2CuMg . После упрочняющей термообработки в этих сплавах образуются метастабильные вторичные упрочняющие фазы Al_2CuMg [6]. В исходном термообработанном состоянии в сплаве наблюдается зеренная структура, рекристаллизованная со средним размером зерен $78,6 \pm 8,0$ мкм.

Типичная микроструктура алюминиевого сплава АК12Д после упрочняющей термообработки содержит некоторое количество первичных интерметаллидных фаз и кремния, а также некоторое количество вторичных упрочняющих фаз (рис. 1 б). В сплавах системы Al–Si–Cu–Ni–Mg–Mn–Fe, богатых кремнием, кроме (Al+Si) эвтектики можно ожидать присутствие следующих первичных фаз кристаллизационного происхождения: Al_3FeSi , Al_8Fe_2Si , $Al_{15}(Fe, Mn)_2Si$, $FeNiAl_9$, $Al_8FeMg_3Si_6$, Al_3Ni , Al_7Cu_4Ni , $Al_3(Ni, Cu)_2$, Al_2Cu , Mg_2Si , $Al_6Cu_2Mg_8Si_5$ [6]. При использовании упрочняющей термообработки возможно образование метастабиль-

ных вторичных упрочняющих фаз, таких как Al_2Cu , Mg_2Si , $Al_3Cu_2Mg_8Si_6$, Al_2CuMg [6]. Упрочняющая термообработка сплава приводит к формированию зеренной микроструктуры со средним размером зерен $11,5 \pm 0,4$ мкм.

Макростроение после ОТП

Типичное макростроение алюминиевого сплава АК4-1 при локальном замешивании в него сплава АК12Д обработкой трением с перемешиванием представлено на рис. 3. Видно, что формируется бездефектная область обработки. В структуре различимы зона перемешивания, состоящая из смеси сплавов АК12Д и АК4-1, зона термомеханического влияния и зона основного материала, соответствующие сплаву АК4-1 (рис. 2). В приповерхностной области между зоной перемешивания и областью контакта обрабатываемого инструмента с заготовкой наблюдается крупнозернистая микроструктура сплава АК4-1. Зона перемешивания имеет эллиптическую форму с прогрессивно уменьшающимися по радиусу концентрическими окружностями, называемыми «луковично-кольцевой» структурой или структурой «луковичных колец».

Микроструктура после ОТП

Структура «луковичных колец» неоднородна по сечению зоны перемешивания и представляет собой чередующиеся кольца с разным количеством и размером избыточных фаз (рис. 3). Ширина колец уменьшается от центра к периферии зоны перемешивания. Обработка трением с перемешиванием приводит к интенсивному дроблению частиц избыточных фаз. Количественная оценка микроструктуры сплава приведена в таблице 1. Средняя площадь частиц в кольцах с большим содержанием избыточных фаз меньше по сравнению с кольцами, где количество фаз ниже. Следует отметить, что частицы эвтектического кремния сконцентрированы в кольцах с большим содержанием первичных фаз (рис. 4). Об этом также свидетельствуют результаты ЭДС-анализа. Соответствующие карты распределения по основным легирующим элементам приведены на рис. 5.

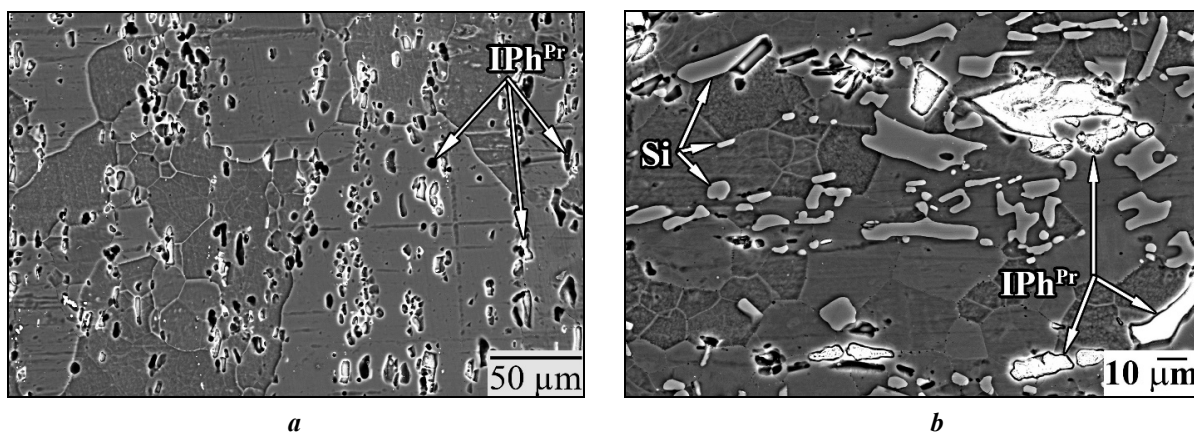


Рис. 1. Типичная микроструктура сплавов АК4-1 (а) и АК12Д (б) в исходном термообработанном состоянии.

IPh^{Pr} – первичные интерметаллидные фазы, Si – частицы кремния. BSE-режим съемки

Fig. 1. Typical microstructure of the AK4-1 (a) and AK12D (b) alloys in the initial heat-treated state.

IPh^{Pr} – primary intermetallic phases, Si – silicon particles. BSE mode SEM images

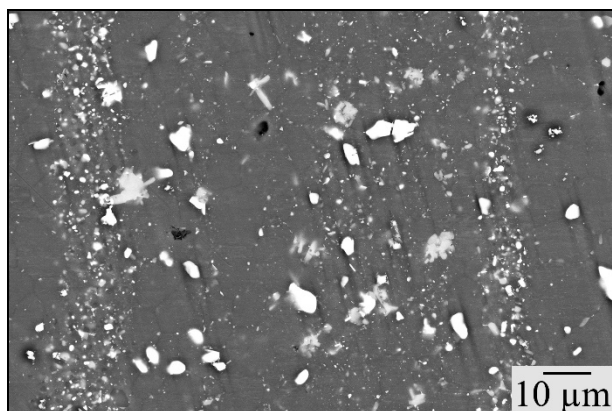


Рис. 2. Макростроение алюминиевого сплава АК4-1 после замешивания в него сплава АК12Д обработкой трением с перемешиванием при скоростях деформации $\omega=1000$ об/мин и $v=30$ мм/мин.

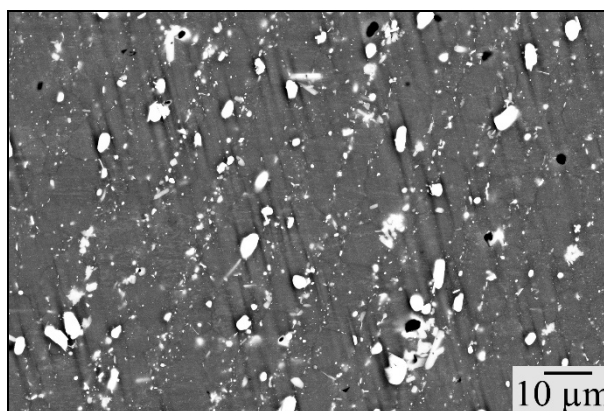
НС – наступающая сторона, ОС – отступающая сторона, ЗП – зона перемешивания, ЗТМВ – зона термомеханического влияния, ОМ – основной металл (исходный сплав). Оптическая металлография

Fig. 2. Macrostructure of the AK4-1 aluminum alloy after mixing into it the AK12D alloy via friction stir processing at the $\omega=1000$ rpm and $v=30$ mm/min.

НС –advancing side, ОС – retreating side, ЗП – stir zone, ЗТМВ –thermo-mechanical affected zone, ОМ – base metal (initial alloy). Optical metallography



a



b

Рис. 3. Типичная микроструктура полированной поверхности зоны перемешивания.

Приведены фрагменты колец в центре (a) и на периферии зоны перемешивания (b). BSE-режим съемки

Fig. 3. Typical microstructure of the polished stir zone surface.

Ring fragments in the center (a) and on the periphery of stir zone (b) are shown. BSE mode SEM images

Исследования зеренной структуры показали, что после ОТП и упрочняющей термообработки в зоне перемешивания формируется мелкозернистая микроструктура (рис. 6), средний размер зерен (таблица 1) которой зависит от количества избыточных фаз, располагающихся в разных участках зоны перемешивания.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Как правило, форма зоны перемешивания зависит от геометрии обрабатывающего инструмента, технологических параметров обработки, теплопроводности материала и температуры заготовки [20; 21]. Во многом

форма зоны перемешивания определяется температурой разогретого сплава в приповерхностных областях при трении между плечиками обрабатывающего инструмента и заготовкой. Во время обработки трением с перемешиванием обычно образуется чашеобразная (с расширением у поверхности заготовки) или эллиптическая зона перемешивания [20; 21].

В работе [21] было показано, что чашеобразная зона перемешивания формируется при низкой скорости вращения инструмента. При этом предел текучести сплава из-за малой температуры разогретого материала выше и, следовательно, его объем, подвергающийся деформации (вызванной движением пина), меньше. С повышением

Таблица 1. Количественная оценка микроструктуры алюминиевого сплава АК4-1 после замешивания в него сплава АК12Д обработкой трением с перемешиванием

Table 1. Quantitative estimation of the AK4-1 aluminum alloy microstructure after mixing the AK12D alloy into it via friction stir processing

Микроструктурные элементы сплавов			Состояние					
			Исходное состояние		Обработка трением с перемешиванием			
					Зона перемешивания АК4-1/АК12Д			
			АК4-1	АК12Д	Центр		Периферия	
ЗП	ЗП-1	ЗП			ЗП-1			
S	IPh	мкм ²	12,8±1,0	39,9±4,0	13,5±0,4	0,17±0,01	10,3±0,3	0,13±0,01
	Si	мкм ²	–	45,9±5,7	–	2,2±0,1	–	1,2±0,1
d		мкм	78,6±8,0	11,5±0,4	7,1±0,2	3,0±0,1	4,0±0,1	

Примечание. ЗП – кольца с малым содержанием избыточных фаз; ЗП-1 – кольца с большим содержанием избыточных фаз; S – средняя площадь первичных интерметаллидных фаз IPh и частиц Si; d – средний размер зерен. Для сравнения приведена количественная оценка структуры в исходном термообработанном состоянии сплавов АК4-1 и АК12Д.

Note. ЗП – rings with a low content of excess phases; ЗП-1 – rings with a higher content of excess phases; S – average area of primary intermetallic phases (IPh) and Si particles; d – average grain size. For comparison, a quantitative estimation of the structure in the initial heat-treated state of the AK4-1 and AK12D alloys is given.

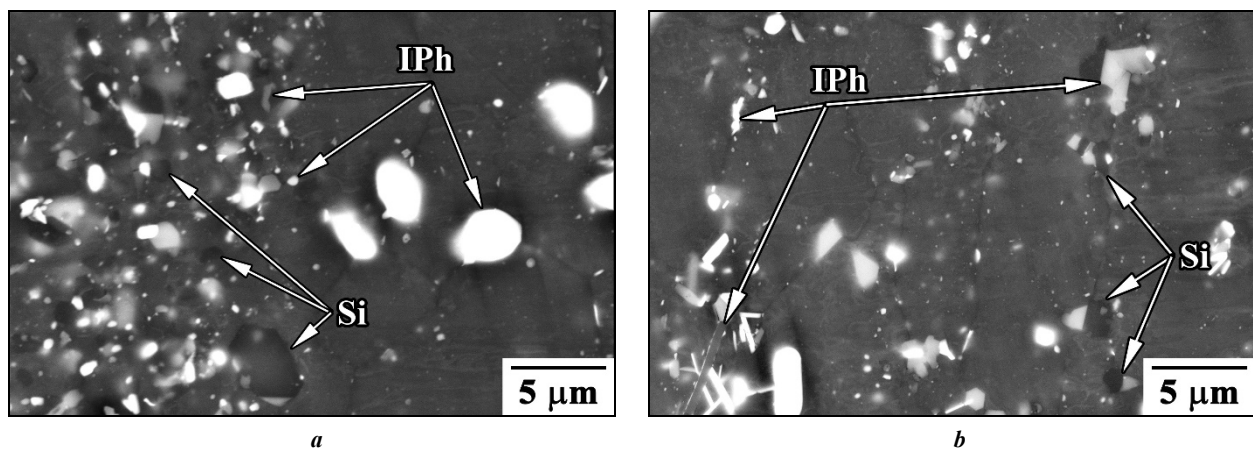


Рис. 4. Типичная микроструктура полированной поверхности зоны перемешивания.

Приведены фрагменты границ между кольцами с большим и меньшим количеством избыточных фаз в центре (а) и на периферии (b) зоны перемешивания. IPh – интерметаллидные фазы, Si – частицы кремния. BSE-режим съемки

Fig. 4. Typical microstructure of the polished stir zone surface.

Fragments of the boundaries between the rings with varying degrees of excess phases in the center (a) and on the periphery (b) of the stir zone are shown. IPh – intermetallic phases, Si – silicon particles. BSE mode SEM images

скорости вращения инструмента температура разогретого сплава растет, способствуя снижению предела текучести, увеличению объема материала, который вовлекается в процесс деформации, и образованию эллиптический зоны перемешивания (рис. 3). Формирование структуры «луковичных колец» происходит за счет периодического изменения напряженного состояния в трехмерном течении пластически деформируемого сплава, которое вызвано движением обрабатывающего инструмента (плечиками и пином) [22–24]. В результате в структуре зоны перемешивания имеет место периодически меняющийся средний размер зерен [25], череду-

ющиеся полосы (кольца), обогащенные избыточными фазами [26], различная ориентация зерен [27] и изменения текстуры [28]. Кроме того, температура деформации в процессе ОТП неоднородна по сечению зоны перемешивания [29–31]. Поэтому в структуре зоны обработки наблюдаются кольца, ширина которых уменьшается от ее центра к периферии.

Как было отмечено ранее, последующая упрочняющая термообработка (включающая обработку на твердый раствор и искусственное старение) может приводить к аномальному росту зерен в области обработки, что, предположительно, свидетельствует о низкой термической

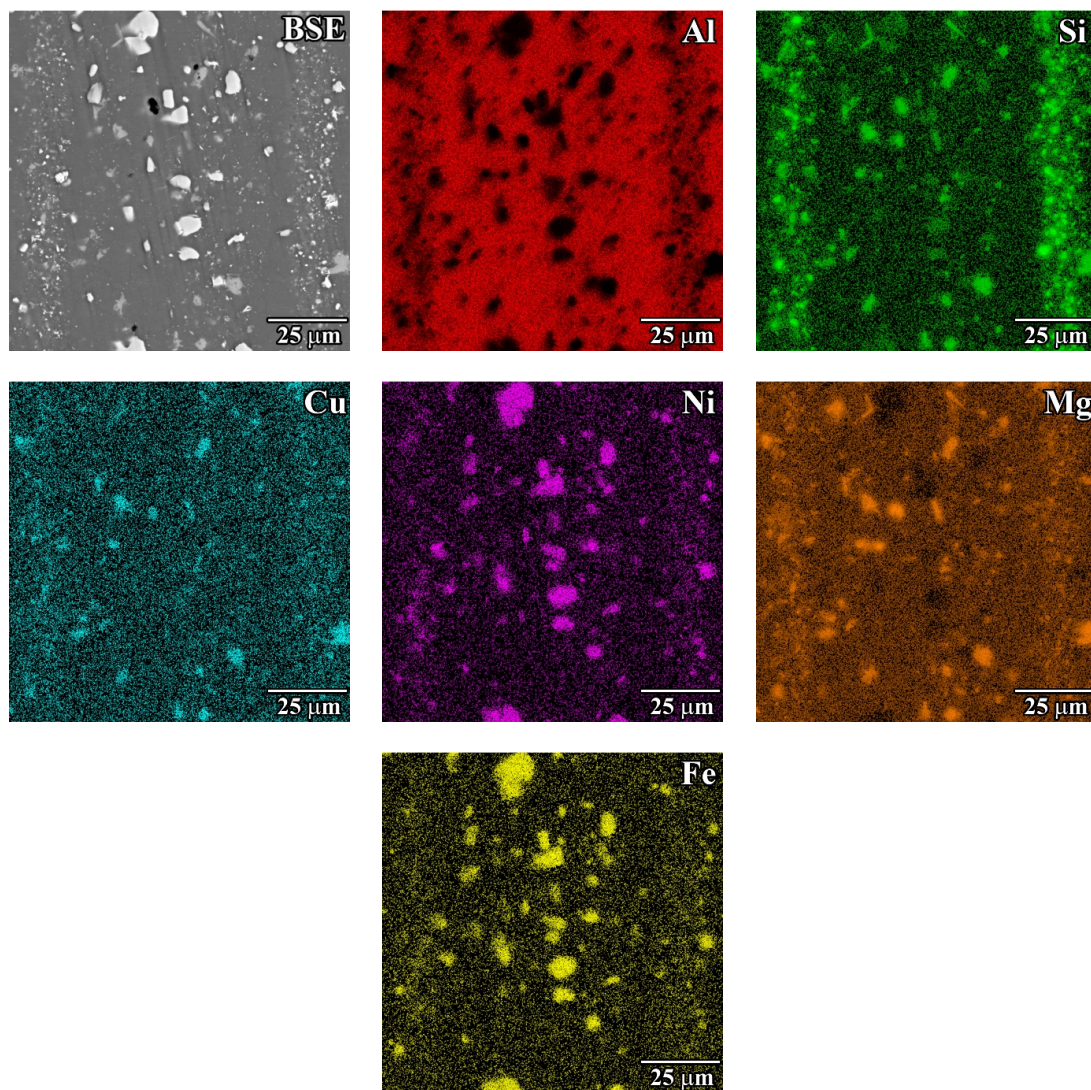


Рис. 5. Карты распределения основных легирующих элементов в центральной части полированной поверхности зоны перемешивания. ЭДС-анализ
Fig. 5. Distribution maps of the primary alloying elements in the center part of the polished stir zone surface. EDS analysis

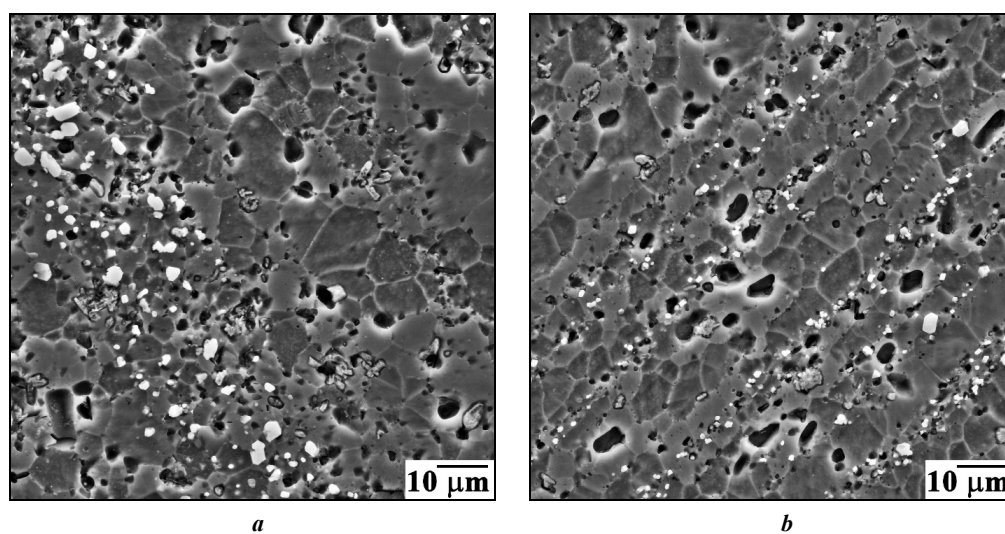


Рис. 6. Типичная зеренная микроструктура в центре (а) и на периферии (b) зоны перемешивания. SE-режим съемки
Fig. 6. Typical grain microstructure in the center (a) and on the periphery (b) of the stir zone. SE mode SEM images

стабильности микроstructures. Сплав АК12Д, в отличие от сплава АК4-1, характеризуется структурой, близкой к структуре микродуплексного типа [6]. Формирование мелкозернистой микроstructures при замешивании сплава АК12Д в сплав АК4-1 обработкой трением с перемешиванием и последующей термообработкой происходит за счет того, что большое количество частиц избыточных фаз обоих сплавов оказывает тормозящее действие на миграцию границ зерен. В тех областях, где количество избыточных фаз больше, средний размер зерен меньше. Это связано с меньшим расстоянием между частицами избыточных фаз в α -Al твердом растворе.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Исследована структура алюминиевого сплава АК4-1, в который локально замешивался сплав АК12Д обработкой трением с перемешиванием и последующей упрочняющей термообработкой, проведенной по стандартному режиму для сплава АК4-1.

Показано, что после ОТП формировалась бездефектная область обработки, зона перемешивания которой имела эллиптическую форму со структурой «луковичных колец». Ширина этих колец уменьшалась от центра к периферии зоны перемешивания. Луковичная структура представляла собой чередующиеся кольца с разным количеством и размером избыточных фаз.

Установлено, что обработка трением с перемешиванием привела к интенсивному дроблению первичных избыточных фаз обоих сплавов. При этом средняя площадь частиц в кольцах с большим их содержанием меньше по сравнению с кольцами, где их количество ниже. Кроме того, частицы эвтектического кремния сконцентрированы в кольцах с большим содержанием первичных фаз.

Выявлено, что неоднородное распределение частиц избыточных фаз привело к формированию мелкозернистой микроstructures, средний размер зерен которой зависит от межчастичного расстояния в α -Al твердом растворе. Минимальный средний размер зерен наблюдался в центре зоны перемешивания в кольцах с большим количеством избыточных фаз и составлял $3,0 \pm 0,1$ мкм. Наибольший средний размер зерен достигал значений $7,1 \pm 0,2$ мкм и формировался в центре зоны перемешивания в кольцах с малым содержанием избыточных фаз.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Zykova A.P., Tarasov S.Yu., Chumaevskiy A.V., Kolu-baev E.A. A Review of friction stir processing of structural metallic materials: process, properties, and methods // *Metals*. 2020. Vol. 10. № 6. Article number 772. DOI: [10.3390/met10060772](https://doi.org/10.3390/met10060772).
- Mishra R.S., Ma Z.Y. Friction stir welding and processing // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2005. Vol. 50. № 1-2. P. 1–78. DOI: [10.1016/j.mser.2005.07.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001).
- Mirian Mehrian S.S., Rahsepar M., Khodabakhshi F., Gerlich A.P. Effects of friction stir processing on the microstructure, mechanical and corrosion behaviors of an aluminum-magnesium alloy // *Surface and Coatings Technology*. 2021. Vol. 405. Article number 126647. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2020.126647](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126647).
- Croteau J.R., Jung J.G., Whalen S.A. et al. Ultrafine-grained Al–Mg–Zr alloy processed by shear-assisted extrusion with high thermal stability // *Scripta Materialia*. 2020. Vol. 186. P. 326–330. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2020.05.051](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.05.051).
- He Ch., Li Y., Wei J., Zhang Zh., Tian N., Qin G., Zhao X. Enhancing the mechanical performance of Al–Zn–Mg alloy builds fabricated via underwater friction stir additive manufacturing and post-processing aging // *Journal of Materials Science and Technology*. 2022. Vol. 108. P. 26–36. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.08.050](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.08.050).
- Белов Н.А. Фазовый состав промышленных и перспективных алюминиевых сплавов. М.: МИСиС, 2010. 511 с.
- Heidarzadeh A., Mironov S., Kaibyshev R. et al. Friction stir welding/processing of metals and alloys: a comprehensive review on microstructural evolution // *Progress in Materials Science*. 2021. Vol. 117. Article number 100752. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2020.100752](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100752).
- Feng X., Liu H., Lippold J.C. Microstructure characterization of the stir zone of submerged friction stir processed aluminum alloy 2219 // *Materials Characterization*. 2013. Vol. 82. P. 97–102. DOI: [10.1016/j.matchar.2013.05.010](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.05.010).
- Rhodes C.G., Mahoney M.W., Bingel W.H., Spurling R.A., Bampton C.C. Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum // *Scripta Materialia*. 1997. Vol. 36. № 1. P. 69–75. DOI: [10.1016/S1359-6462\(96\)00344-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(96)00344-2).
- Fonda R.W., Bingert J.F. Microstructural evolution in the heat-affected zone of a friction stir weld // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2004. Vol. 35. P. 1487–1499. DOI: [10.1007/s11661-004-0257-7](https://doi.org/10.1007/s11661-004-0257-7).
- Qin H., Zhang H., Wu H. The evolution of precipitation and microstructure in friction stir welded 2195-T8 Al–Li alloy // *Materials Science and Engineering: A*. 2015. Vol. 626. P. 322–329. DOI: [10.1016/j.msea.2014.12.026](https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.026).
- Zuiko I.S., Mironov S., Betsofen S., Kaibyshev R. Suppression of abnormal grain growth in friction-stir welded Al–Cu–Mg alloy by lowering of welding temperature // *Scripta Materialia*. 2021. Vol. 196. Article number 113765. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2021.113765](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.113765).
- Charit I., Mishra R.S. Abnormal grain growth in friction stir processed alloys // *Scripta Materialia*. 2008. Vol. 58. P. 367–371. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2007.09.052](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.09.052).
- Kalinenko A., Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R. New insight into the phenomenon of the abnormal grain growth in friction-stir welded aluminum // *Materials Letters*. 2021. Vol. 302. Article number 130407. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.130407](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130407).
- Khodabakhshi F., Simchi A., Kokabi A.H., Gerlich A.P., Nosko M. Effects of post-annealing on the microstructure and mechanical properties of friction stir processed Al–Mg–TiO₂ nanocomposites // *Materials and Design*. 2014. Vol. 63. P. 30–41. DOI: [10.1016/j.matdes.2014.05.065](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.065).
- Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures – I. The basic model // *Acta Materialia*. 1997. Vol. 45. № 10. P. 4231–4240. DOI: [10.1016/S1359-6454\(97\)00070-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00070-0).

17. Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures – II. The effect of second-phase particles // *Acta Materialia*. 1997. Vol. 45. № 12. P. 5031–5039. DOI: [10.1016/S1359-6454\(97\)00173-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00173-0).
18. Khalikova G.R., Zakirova G.R., Farkhutdinov A.I., Korznikova E.A., Trifonov V.G. Surface hardening of an Al–Si–Cu–Ni–Mg aluminum alloy by friction stir processing and T6 heat treatment // *Letters on Materials*. 2022. Vol. 12. № 3. P. 255–260. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-3-255-260](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-3-255-260).
19. Khodabakhshi F., Nosko M., Gerlich A.P. Dynamic restoration and crystallographic texture of a friction-stir processed Al–Mg–SiC surface nanocomposite // *Materials Science and Technology*. 2018. Vol. 34. № 14. P. 1773–1791. DOI: [10.1080/02670836.2018.1490858](https://doi.org/10.1080/02670836.2018.1490858).
20. Ma Z.Y., Sharma S.R., Mishra R.S. Microstructural modification of as-cast Al–Si–Mg alloy by friction stir processing // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2006. Vol. 37. P. 3323–3336. DOI: [10.1007/BF02586167](https://doi.org/10.1007/BF02586167).
21. Yang J., Wang D., Xiao B.L., Ni D.R., Ma Z.Y. Effects of rotation rates on microstructure, mechanical properties, and fracture behavior of friction stir-welded (FSW) AZ31 magnesium alloy // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2013. Vol. 44. P. 517–530. DOI: [10.1007/s11661-012-1373-4](https://doi.org/10.1007/s11661-012-1373-4).
22. Cui G.R., Ma Z.Y., Li S.X. Periodical plastic flow pattern in friction stir processed Al–Mg alloy // *Scripta Materialia*. 2008. Vol. 58. № 12. P. 1082–1085. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2008.02.003](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.02.003).
23. Andrade D.G., Leitão C., Dialami N., Chiumenti M., Rodrigues D.M. Analysis of contact conditions and its influence on strain rate and temperature in friction stir welding // *International Journal of Mechanical Sciences*. 2021. Vol. 191. Article number 106095. DOI: [10.1016/j.ijmecsci.2020.106095](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2020.106095).
24. Avettand-Fénoël M.-N., Taillard R., Laye J., Odièvre T. Experimental investigation of three-dimensional (3-D) material flow pattern in thick dissimilar 2050 friction-stir welds // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2014. Vol. 45. P. 563–578. DOI: [10.1007/s11661-013-2015-1](https://doi.org/10.1007/s11661-013-2015-1).
25. Schneider J.A., Nunes A.C. Characterization of plastic flow and resulting microtextures in a friction stir weld // *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2004. Vol. 35. P. 777–783. DOI: [10.1007/s11663-004-0018-4](https://doi.org/10.1007/s11663-004-0018-4).
26. Yang B.C., Yan J.H., Sutton M.A., Reynolds A.P. Banded microstructure in AA2024-T351 and AA2524-T351 aluminum friction stir welds: Part I. Metallurgical studies // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. Vol. 364. № 1-2. P. 55–65. DOI: [10.1016/S0921-5093\(03\)00532-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00532-X).
27. Zhou Y.Z., Zhang W., Wang B.Q., Guo J.D. Ultrafine-grained microstructure in a Cu–Zn alloy produced by electropulsing treatment // *Journal of Materials Research*. 2003. Vol. 18. P. 1991–1997. DOI: [10.1557/JMR.2003.0276](https://doi.org/10.1557/JMR.2003.0276).
28. Xu S.W., Deng X.M. A study of texture patterns in friction stir welds // *Acta Materialia*. 2008. Vol. 56. № 6. P. 1326–1341. DOI: [10.1016/j.actamat.2007.11.016](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.11.016).
29. Ma X., Xu Sh., Wang F., Zhao Y., Meng X., Xie Y., Wan L., Huang Y.Y. Effect of temperature and material flow gradients on mechanical performances of friction stir welded AA6082-T6 joints // *Materials*. 2022. Vol. 15. № 19. Article number 6579. DOI: [10.3390/ma15196579](https://doi.org/10.3390/ma15196579).
30. Woo W., Choo H., Withers P.J., Feng Z. Prediction of hardness minimum locations during natural aging in an aluminum alloy 6061-T6 friction stir weld // *Journal of Materials Science*. 2009. Vol. 44. P. 6302–6309. DOI: [10.1007/s10853-009-3868-y](https://doi.org/10.1007/s10853-009-3868-y).
31. Mehdi H., Mishra R.S. Effect of friction stir processing on mechanical properties and heat transfer of TIG welded joint of AA6061 and AA7075 // *Defence Technology*. 2021. Vol. 17. № 3. P. 715–727. DOI: [10.1016/j.dt.2020.04.014](https://doi.org/10.1016/j.dt.2020.04.014).

REFERENCES

1. Zykova A.P., Tarasov S.Yu., Chumaevskiy A.V., Kolu-baev E.A. A Review of friction stir processing of structural metallic materials: process, properties, and methods. *Metals*, 2020, vol. 10, no. 6, article number 772. DOI: [10.3390/met10060772](https://doi.org/10.3390/met10060772).
2. Mishra R.S., Ma Z.Y. Friction stir welding and processing. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 2005, vol. 50, no. 1-2, pp. 1–78. DOI: [10.1016/j.mser.2005.07.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2005.07.001).
3. Mirian Mehrian S.S., Rahsepar M., Khodabakhshi F., Gerlich A.P. Effects of friction stir processing on the microstructure, mechanical and corrosion behaviors of an aluminum-magnesium alloy. *Surface and Coatings Technology*, 2021, vol. 405, article number 126647. DOI: [10.1016/j.surfcoat.2020.126647](https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126647).
4. Croteau J.R., Jung J.G., Whalen S.A. et al. Ultrafine-grained Al–Mg–Zr alloy processed by shear-assisted extrusion with high thermal stability. *Scripta Materialia*, 2020, vol. 186, pp. 326–330. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2020.05.051](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.05.051).
5. He Ch., Li Y., Wei J., Zhang Zh., Tian N., Qin G., Zhao X. Enhancing the mechanical performance of Al–Zn–Mg alloy builds fabricated via underwater friction stir additive manufacturing and post-processing aging. *Journal of Materials Science and Technology*, 2022, vol. 108, pp. 26–36. DOI: [10.1016/j.jmst.2021.08.050](https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.08.050).
6. Belov N.A. *Fazovyy sostav promyshlennykh i perspektivnykh alyuminievyykh splavov* [Phase Composition of Industrial and Prospective Aluminium Alloys]. Moscow, MISiS Publ., 2010. 511 p.
7. Heidarzadeh A., Mironov S., Kaibyshev R. et al. Friction stir welding/processing of metals and alloys: a comprehensive review on microstructural evolution. *Progress in Materials Science*, 2021, vol. 117, article number 100752. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2020.100752](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2020.100752).
8. Feng X., Liu H., Lippold J.C. Microstructure characterization of the stir zone of submerged friction stir processed aluminum alloy 2219. *Materials Characterization*, 2013, vol. 82, pp. 97–102. DOI: [10.1016/j.matchar.2013.05.010](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.05.010).
9. Rhodes C.G., Mahoney M.W., Bingel W.H., Spurling R.A., Bampton C.C. Effects of friction stir welding

- on microstructure of 7075 aluminum. *Scripta Materialia*, 1997, vol. 36, no. 1, pp. 69–75. DOI: [10.1016/S1359-6462\(96\)00344-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(96)00344-2).
10. Fonda R.W., Bingert J.F. Microstructural evolution in the heat-affected zone of a friction stir weld. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, vol. 35, pp. 1487–1499. DOI: [10.1007/s11661-004-0257-7](https://doi.org/10.1007/s11661-004-0257-7).
 11. Qin H., Zhang H., Wu H. The evolution of precipitation and microstructure in friction stir welded 2195-T8 Al–Li alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, vol. 626, pp. 322–329. DOI: [10.1016/j.msea.2014.12.026](https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.12.026).
 12. Zuiko I.S., Mironov S., Betsofen S., Kaibyshev R. Suppression of abnormal grain growth in friction-stir welded Al–Cu–Mg alloy by lowering of welding temperature. *Scripta Materialia*, 2021, vol. 196, article number 113765. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2021.113765](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.113765).
 13. Charit I., Mishra R.S. Abnormal grain growth in friction stir processed alloys. *Scripta Materialia*, 2008, vol. 58, pp. 367–371. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2007.09.052](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.09.052).
 14. Kalinenko A., Vysotskiy I., Malopheyev S., Mironov S., Kaibyshev R. New insight into the phenomenon of the abnormal grain growth in friction-stir welded aluminum. *Materials Letters*, 2021, vol. 302, article number 130407. DOI: [10.1016/j.matlet.2021.130407](https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130407).
 15. Khodabakhshi F., Simchi A., Kokabi A.H., Gerlich A.P., Nosko M. Effects of post-annealing on the microstructure and mechanical properties of friction stir processed Al–Mg–TiO₂ nanocomposites. *Materials and Design*, 2014, vol. 63, pp. 30–41. DOI: [10.1016/j.matdes.2014.05.065](https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.065).
 16. Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures – I. The basic model. *Acta Materialia*, 1997, vol. 45, no. 10, pp. 4231–4240. DOI: [10.1016/S1359-6454\(97\)00070-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00070-0).
 17. Humphreys F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures – II. The effect of second-phase particles. *Acta Materialia*, 1997, vol. 45, no. 12, pp. 5031–5039. DOI: [10.1016/S1359-6454\(97\)00173-0](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00173-0).
 18. Khalikova G.R., Zakirova G.R., Farkhutdinov A.I., Korznikova E.A., Trifonov V.G. Surface hardening of an Al–Si–Cu–Ni–Mg aluminum alloy by friction stir processing and T6 heat treatment. *Letters on Materials*, 2022, vol. 12, no. 3, pp. 255–260. DOI: [10.22226/2410-3535-2022-3-255-260](https://doi.org/10.22226/2410-3535-2022-3-255-260).
 19. Khodabakhshi F., Nosko M., Gerlich A.P. Dynamic restoration and crystallographic texture of a friction-stir processed Al–Mg–SiC surface nanocomposite. *Materials Science and Technology*, 2018, vol. 34, no. 14, pp. 1773–1791. DOI: [10.1080/02670836.2018.1490858](https://doi.org/10.1080/02670836.2018.1490858).
 20. Ma Z.Y., Sharma S.R., Mishra R.S. Microstructural modification of as-cast Al–Si–Mg alloy by friction stir processing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2006, vol. 37, pp. 3323–3336. DOI: [10.1007/BF02586167](https://doi.org/10.1007/BF02586167).
 21. Yang J., Wang D., Xiao B.L., Ni D.R., Ma Z.Y. Effects of rotation rates on microstructure, mechanical properties, and fracture behavior of friction stir-welded (FSW) AZ31 magnesium alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2013, vol. 44, pp. 517–530. DOI: [10.1007/s11661-012-1373-4](https://doi.org/10.1007/s11661-012-1373-4).
 22. Cui G.R., Ma Z.Y., Li S.X. Periodical plastic flow pattern in friction stir processed Al–Mg alloy. *Scripta Materialia*, 2008, vol. 58, no. 12, pp. 1082–1085. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2008.02.003](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.02.003).
 23. Andrade D.G., Leitão C., Dialami N., Chiumenti M., Rodrigues D.M. Analysis of contact conditions and its influence on strain rate and temperature in friction stir welding. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2021, vol. 191, article number 106095. DOI: [10.1016/j.ijmecsci.2020.106095](https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2020.106095).
 24. Avettand-Fénoël M.-N., Taillard R., Laye J., Odièvre T. Experimental investigation of three-dimensional (3-D) material flow pattern in thick dissimilar 2050 friction-stir welds. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2014, vol. 45, pp. 563–578. DOI: [10.1007/s11661-013-2015-1](https://doi.org/10.1007/s11661-013-2015-1).
 25. Schneider J.A., Nunes A.C. Characterization of plastic flow and resulting microtextures in a friction stir weld. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 2004, vol. 35, pp. 777–783. DOI: [10.1007/s11663-004-0018-4](https://doi.org/10.1007/s11663-004-0018-4).
 26. Yang B.C., Yan J.H., Sutton M.A., Reynolds A.P. Banded microstructure in AA2024-T351 and AA2524-T351 aluminum friction stir welds: Part I. Metallurgical studies. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, vol. 364, no. 1-2, pp. 55–65. DOI: [10.1016/S0921-5093\(03\)00532-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00532-X).
 27. Zhou Y.Z., Zhang W., Wang B.Q., Guo J.D. Ultrafine-grained microstructure in a Cu–Zn alloy produced by electropulsing treatment. *Journal of Materials Research*, 2003, vol. 18, pp. 1991–1997. DOI: [10.1557/JMR.2003.0276](https://doi.org/10.1557/JMR.2003.0276).
 28. Xu S.W., Deng X.M. A study of texture patterns in friction stir welds. *Acta Materialia*, 2008, vol. 56, no. 6, pp. 1326–1341. DOI: [10.1016/j.actamat.2007.11.016](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.11.016).
 29. Ma X., Xu Sh., Wang F., Zhao Y., Meng X., Xie Y., Wan L., Huang Y.Y. Effect of temperature and material flow gradients on mechanical performances of friction stir welded AA6082-T6 joints. *Materials*, 2022, vol. 15, no. 19, article number 6579. DOI: [10.3390/ma15196579](https://doi.org/10.3390/ma15196579).
 30. Woo W., Choo H., Withers P.J., Feng Z. Prediction of hardness minimum locations during natural aging in an aluminum alloy 6061-T6 friction stir weld. *Journal of Materials Science*, 2009, vol. 44, pp. 6302–6309. DOI: [10.1007/s10853-009-3868-y](https://doi.org/10.1007/s10853-009-3868-y).
 31. Mehdi H., Mishra R.S. Effect of friction stir processing on mechanical properties and heat transfer of TIG welded joint of AA6061 and AA7075. *Defence Technology*, 2021, vol. 17, no. 3, pp. 715–727. DOI: [10.1016/j.dt.2020.04.014](https://doi.org/10.1016/j.dt.2020.04.014).

Features of microstructure formation in the AK4-1 and AK12D aluminum alloys after their joint friction stir processing

© 2023

Gulnara R. Khalikova^{*1,2,3}, PhD (Engineering), senior researcher, assistant professor of Chair “Technological Machines and Equipment”, assistant professor of Chair “Metal Technology in Oil-and-Gas Mechanical Engineering”

Regina A. Basyrova¹, research assistant

Vadim G. Trifonov^{1,2,4}, PhD (Engineering), leading researcher, assistant professor of Chair “Metal Technology in Oil-and-Gas Mechanical Engineering”

¹*Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS, Ufa (Russia)*

²*Ufa State Petroleum Technological University, Ufa (Russia)*

*E-mail: gulnara.r.khalikova@gmail.com

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6712-8469>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-8187-1355>

Received 14.06.2023

Accepted 21.08.2023

Abstract: Friction stir processing is one of the modern methods of local modification of the surface of aluminum alloys in the solid-phase state, which provides the dispersion of structural components. In heat-hardened aluminum alloys with a matrix type structure, heat treatment following after friction stir processing can lead to abnormal grain growth in the stir zone. However, in alloys with the structure close to microduplex type, a fine-grained structure can be formed after friction stir processing and heat treatment. This work is aimed at evaluating the possibility of increasing the microstructure thermal stability of the AK4-1 (Al–Cu–Mg–Fe–Si–Ni) matrix-type aluminum alloy. For this purpose, AK12D (Al–Si–Cu–Ni–Mg) aluminum alloy with the structure close to microduplex type was locally mixed into the studied alloy by friction stir processing. Subsequent T6 heat treatment was carried out according to the standard mode for the AK4-1 alloy. Studies showed that the stir zone had an elliptical shape with an onion-ring structure. This structure comprised alternating rings with different amounts and sizes of excess phases. At the same time, in the stir zone center, the width of rings and the average area of excess phases were larger compared to the stir zone periphery, where the width of rings and the average area of particles were smaller. The average area of excess phases in the rings with their higher content was smaller than in the rings with their lower content. This distribution of excess phases leads to the formation of a fine-grained microstructure, where the average size of grains depends on the interparticle distance in the α -Al solid solution.

Keywords: aluminum alloys; AK4-1; AK12D; friction stir processing; heat treatment; thermal stability; structure of onion rings; onion-ring structure.

Acknowledgements: Friction stir processing, macrostructure study, and alloy microstructure quantitative estimation were financially supported by the grant No. 22-29-01318 of the Russian Science Foundation. Energy-dispersive spectroscopy analysis was supported within the program of fundamental research and state assignment of the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation.

Microstructural research using scanning electron microscopes was carried out on the equipment of Collaborative Access Center “Structural and Physical-Mechanical Research of Materials” of IMSP RAS.

For citation: Khalikova G.R., Basyrova R.A., Trifonov V.G. Features of microstructure formation in the AK4-1 and AK12D aluminum alloys after their joint friction stir processing. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 3, pp. 115–124. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-3-65-11.