

EFFECT OF $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ PARTICLES ON THE FRACTURE STRUCTURE OF CYLINDRICAL SPECIMENS OF 6101 ALUMINUM ALLOY IN COARSE- AND ULTRAFINE-GRAINED STATES UNDER STATIC TENSION

Daria Kurbanovna Magomedova^{1a}, Elena Aleksandrovna Ryabokon², Daria Vladimirovna Ryabokon²

¹ Limited Liability Company "Vekus Center for Computer Technologies", Karl Faberzhe Square 8, 195112, Saint Petersburg, Russia

² Federal State Treasury Military Educational Institution of Higher Education "Military Orders of Zhukov and Lenin Red Banner Academy of Communications named after Marshal of the Soviet Union S.M. Budyonny" of the Ministry of Defense of the Russian Federation, Tikhoretsky pr. 3, 194064, Saint Petersburg, Russia

^a magmedva.dasha@mail.ru

ABSTRACT

This work presents a comparison of the fracture surface structure of cylindrical specimens after static tension to failure at room temperature in two structural states of the Al 6101 alloy: the coarse-grained structure was studied after standard heat treatment, and the ultrafine-grained structure was studied after equal-channel angular pressing according to the conform scheme (ECAP-C). In the coarse-grained (CG) state, the alloy was subjected to thermal quenching and aging to improve the elastic-plastic properties, which entailed a change in the structure, physical and mechanical properties and phase composition. To obtain the ultrafine-grained (UFG) structure, the ECAP-C method was used, which also has a great effect on improving the strength and other characteristics of the material. In earlier studies, the phase composition of the Al 6101 alloy was shown for both states. In this paper, this study is supplemented by a new result: inclusions of Fe-based particles along the interfaces of fracture pits were considered. Their overwhelming majority relative to other inclusions for the coarse-grained state was shown, which makes them one of the main causes of direct destruction, along with other factors. Studies of fractures in the UFG state did not reveal a predominant accumulation of these particles; this allowed us to conclude that when creating the UFG structure, the Fe-based particles are crushed and redistributed, and their influence is no longer one of the main factors of destruction under static loads.

KEYWORDS

Al 6101; static loading; mechanical properties; ECAP-C; UFG; nanostructure; artificial aging; heat treatment; destruction.

ВЛИЯНИЕ ЧАСТИЦ $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ НА СТРУКТУРУ ИЗЛОМОВ ЦИЛИНДРИЧЕСКИХ ОБРАЗЦОВ АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА 6101 В КРУПНО- И УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОМ СОСТОЯНИИ ПРИ СТАТИЧЕСКОМ РАСТЯЖЕНИИ

*Дарья Курбановна Магомедова^{1a}, Елена Александровна Рябоконт²,
Дарья Владимировна Рябоконт²*

¹ Общество с Ограниченной Ответственностью «Центр Компьютерных Технологий «Векус», Россия, 195112, Санкт-Петербург, пл. Карла Фаберже, 8

² Федеральное государственное казенное военное образовательное учреждение высшего образования «Военная орденов Жукова и Ленина Краснознаменная академия связи имени Маршала Советского Союза С.М. Буденного» Министерства обороны Российской Федерации, Россия, 194064, Санкт-Петербург, Тихорецкий пр., 3

^a magmedva.dasha@mail.ru

АННОТАЦИЯ

В данной работе представлено сравнение структуры поверхности изломов цилиндрических образцов после статического растяжения до разрушения при комнатной температуре двух структурных состояний сплава Al 6101: после стандартной термической обработки исследовалась крупнозернистая структура и после применения метода равноканального углового прессования по схеме конформ (РКУП-К) – ультрамелкозернистая. В крупнозернистом (КЗ) состоянии сплав, для улучшения его упруго-пластических свойств, подвергался методу термозакалки и старения, что влекло изменение структуры, физико-механических свойств и фазового состава. Для получения ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры применялся метод РКУП-К, который также оказывает большое влияние на улучшение прочностных и других характеристик материала. В более ранних работах был изучен фазовый состав сплава Al 6101 для обоих состояний. В данной работе это исследование дополнено новым результатом: рассматривались включения частиц на основе Fe по границам раздела ямок разрушения. Было показано их преобладающее большинство относительно других включений для крупнозернистого состояния, что делает их одной из главных причин непосредственного разрушения, наряду с другими факторами. Исследования изломов в УМЗ состоянии не выявили преобладающего скопления данных частиц; это позволило сделать вывод, что при формировании УМЗ структуры частицы на основе Fe измельчаются и перераспределяются и их влияние уже не является одним из основных факторов разрушения при статических нагрузках.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Al 6101; РКУП-К; УМЗ; объемная наноструктура; разрушение.

Введение

В современном мире активно развиваются различные направления промышленности, авиастроения, электротехники и др., которые основываются на широком применении алюминиевых сплавов. Алюминиевые сплавы очень ценятся за высокую проводимость, коррозионную стойкость, технологическую пластичность, термостойкость и др. [1]. Сплавы системы Al-Mg-Si, к которым

также относится рассматриваемый сплав 6101, применяющиеся в промышленности, обладают высокой степенью технических характеристик после применения упрочняющей термической обработки закалкой и старением [2].

Помимо методов закалки и старения, для улучшения свойств металлических материалов применяются различные методы интенсивных пластических деформаций (ИПД)

[3–5]. Эти методы характеризуются высоким уровнем изменения структуры, фазового состава и физико-механических свойств материала. Важным свойством этих методов является заметное увеличение прочностных характеристик материалов при сохранении высоких показаний пластичности. На данный момент разработано несколько методов ИПД, например, РКУП-К, многослойная прокатка ARB (аккумулируемая прокатка с соединением), совмещенная со сваркой в твердой фазе, всесторонняя ковка, «twist» процесс, сдвиговое волочение и сдвиговая прокатка [6]. Для рассматриваемой задачи был предпочтителен метод РКУП-К [7] ввиду удобства изготовления объемных экспериментальных образцов с утрамелкозернистой (УМЗ) структурой – длинные катанки квадратного сечения со стороной 10 мм. В современных исследованиях УМЗ материалов, в том числе исследованиях свойств алюминиевых сплавов, включая сплав 6101, полученных методами ИПД, подтверждается улучшение их прочностных свойств [8–14]. Исследование структуры, влияние примесных элементов на механическое поведение и характер разрушения при статических испытаниях УМЗ сплава 6101, полученного методами ИПД, целесообразно изучить более подробно.

В природе алюминий в чистом виде не существует, кроме того, чистый Al имеет низкую прочность; в добываемом виде присутствуют различные примесные элементы, в том числе на основе Fe. Примеси Fe присутствуют абсолютно во всех Al сплавах [5, 15]. Для увеличения прочности сплавы системы Al-Mg-Si легируют различными добавочными элементами, вдобавок проводят термическую обработку. Ранее многими авторами [4, 6, 7] было показано влияние частиц на основе Mg и Si на прочность и пластичность материала. В предыдущей работе [16], которая

является основой для данного исследования, показано влияние примесных элементов на основе Fe на непосредственно процесс разрушения в КЗ состоянии после стандартной термической обработки и искусственного старения сплава 6101. В данной работе было проведено аналогичное исследование для того же сплава 6101 в УМЗ состоянии после обработки методом РКУП-К и проведен эмпирический анализ влияния частиц на основе Fe на процесс разрушения при аналогичном статическом нагружении.

1. Материал и методы исследования

Рассматривался термоупрочняемый технический алюминиевый сплав 6101, относящийся к системе Al-Mg-Si. Химический состав данного сплава представлен в табл. 1.

Данный сплав термоупрочняемый, то есть в изначальной модификации в производстве не применяется. Поэтому рассматривались два метода его обработки: один из стандартных способов термообработки – отжиг с последующим искусственным старением и метод РКУП-К, которые повышают его прочностные свойства:

1) искусственное старение (ИС) – отжиг при температуре 550 °C 2 часа с последующей закалкой в воде комнатной температуры, далее на протяжении 12 часов материал подвергался старению путем отжига при температуре 170 °C [17] (это крупнозернистое (КЗ) состояние);

2) обработка методом РКУП-К: – отжиг 550 °C на 2 часа, закалка в воде комнатной температуры, далее сразу проводилось 4 цикла РКУП-К при комнатной температуре по маршруту Вс (поворот заготовки каждый раз только в одну сторону), угол сопряжения каналов 130° [18, 19]. Сплав подвергался РКУП-К в свежезакаленном состоянии твердого раствора и далее претерпевал естественное старение в течении 5 суток [10, 20] (для получения УМЗ состояния).

Таблица 1. Состав сплава Al 6101 (wt.%)**Table 1.** Composition of Al 6101 alloy (wt.%)

Марка/ Stamp	Предел/ Limit	Si	Fe	Cu	Mg	Zn	B	Al	Ti+V+Cr+Mn
6101	Max	0,60	0,30	0,01	0,60	0,02	0,01	Основа/ The base	0,015

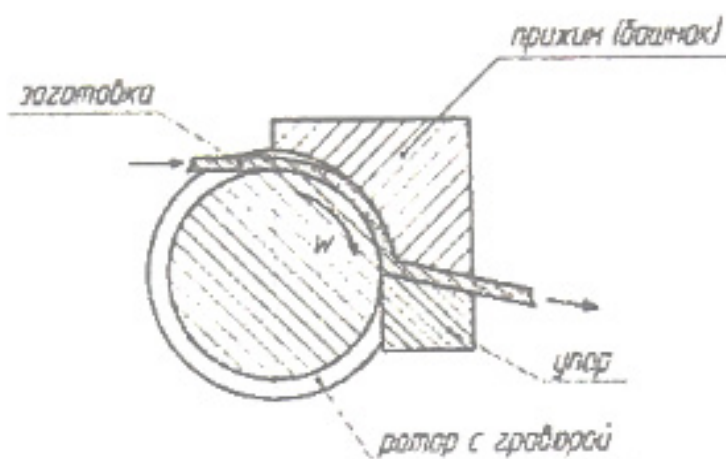
Данный метод имеет значительный инновационный потенциал [18]. Метод РКУП-К, с помощью которого также получают заготовки в качестве прутков и проволоки с УМЗ структурой, обладает некоторыми преимуществами, например, это возможность сделать процесс обработки непрерывным и использовать активные силы трения, задействованные на гравюре ротора. На рис. 1 представлена общая схема метода РКУП-К.

Для исследования образцы изготавливали из катанки, полученной горячей прокаткой, в виде прутков диаметром 10 мм. Из части исходных прутков на ЧПУ станке вытачивались цилиндрические образцы, другая часть предварительно подвергалась обработке ме-

тодом РКУП-К с последующим изготовлением образцов той же формы. Следовательно, часть исходных катанок подвергалась обработке для получения экспериментальных образцов до термообработки, вторая часть – после. Общий вид экспериментальных образцов представлен на рис. 2 [21].

Ранее в работах [8, 9, 11, 13] исследовалась микроструктура данного сплава в КЗ и УМЗ состояниях после аналогичных методов обработки.

На рис. 3, *a* светлые точки – это наночастицы частицы старения на основе Mg и Si – Mg_2Si (вторичная β'' -фаза); размер $\approx 10 \mu m$. Точки – это частицы игольной формы, сфотографированные с плоскости, перпендикулярной оси симметрии частиц [9].

**Рис. 1.** Схема РКУП-К**Fig. 1.** ECAP-C scheme

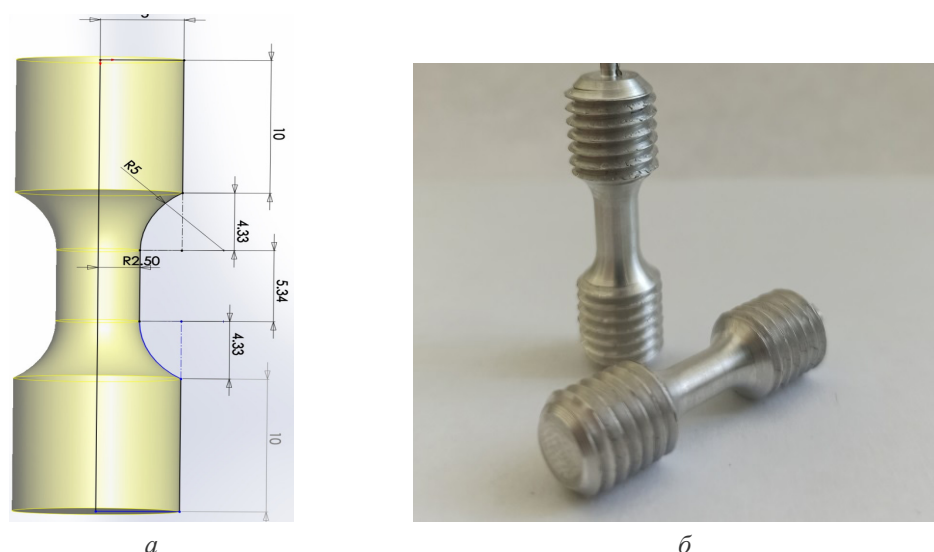


Рис. 2. Изображение исследуемых образцов: *а* – инженерное; *б* – экспериментальное

Fig. 2. Image of the studied samples: *a* – engineering; *б* – experimental

В результате РКУП-К в сплаве сформировалась УМЗ структура с размером зерна Al-матрицы от 400 до 600 nm; в структуре также присутствуют частицы β'' -фазы Mg_2Si (≈ 10 nm), которые образовались в процессе естественного старения (выдержке при комнатной температуре 5 суток после РКУП-К) (рис. 3, б).

После обработки описанными методами и изготовления цилиндрических образцов

(рис. 2, б) проводились механические испытания на растяжение на машине Shimadzu AG-50kNX со постоянной скоростью растяжения $1,4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при комнатной температуре. Результаты механического растяжения ранее были опубликованы в работах [21–24], где указано, что материал исследования разрушается вязко, а также представлены результаты механических испытаний.

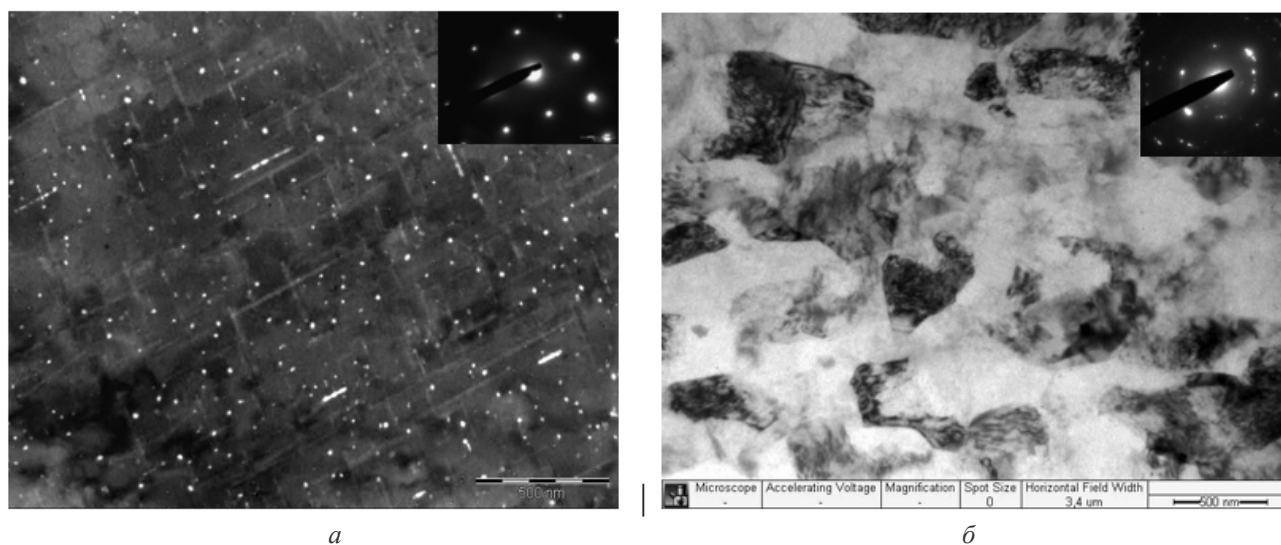


Рис. 3. Микроструктура образцов сплава 6101 для: *а* – КЗ состояния (ПЭМ, темное поле); *б* – УМЗ состояния (ПЭМ, светлое поле)

Fig. 3. Microstructure of 6101 alloy samples for: *a* – CG state (TEM, dark field); *б* – UFG state (TEM, light field)

После статического механического растяжения каждый образец разрушался на 2 симметричные (относительно поперечного сечения) половины исходного образца.

Поверхности изломов данных разрушенных образцов исследовались с применением электронной микроскопии на электронном микроскопе Zeiss Supra 40VP. Применял-

ся режим обратно отраженных электронов (BSE).

2. Результаты исследования

На рис. 4 представлены изображения поверхности изломов для образцов обеих исследуемых типов структур (отдельно кружками отмечены светлые частицы – частицы на основе Fe, которые и представляют интерес в данной работе).

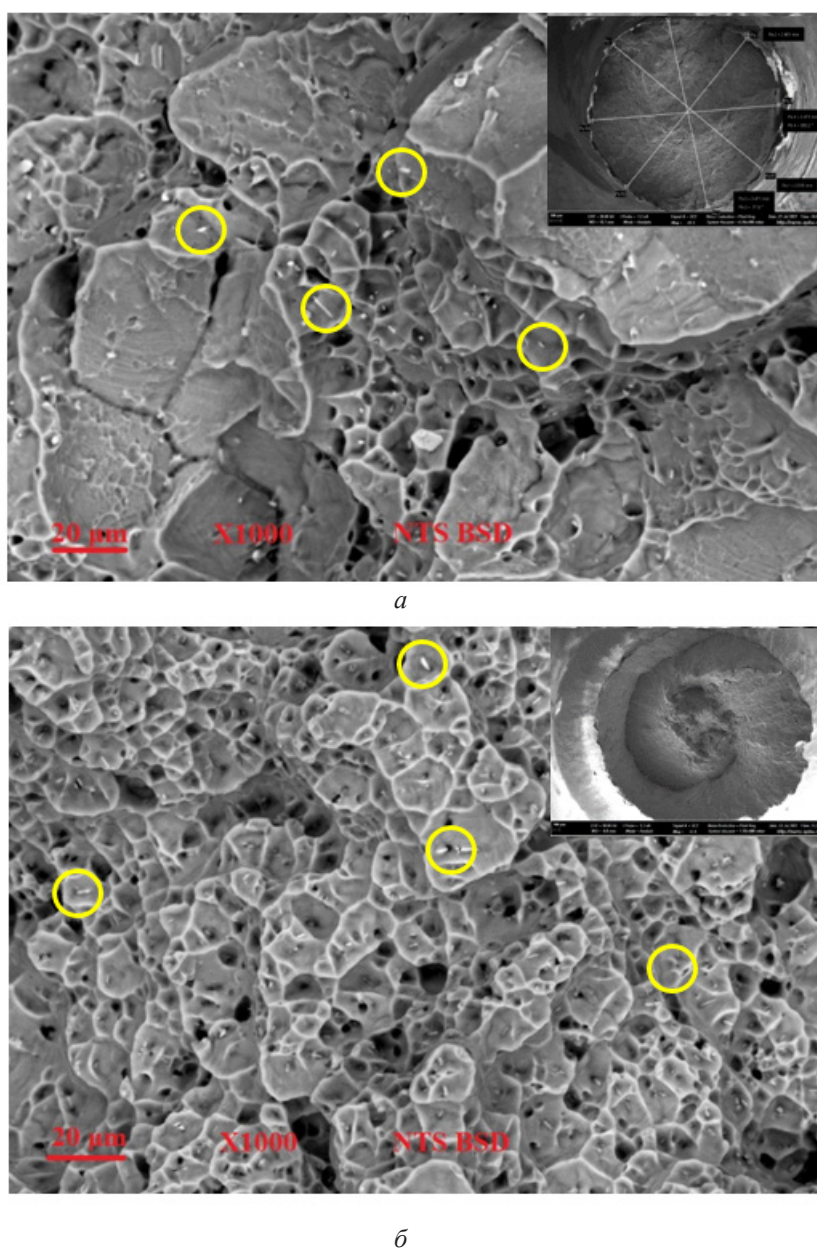


Рис. 4. Общий вид области разрушения образцов для:
a – K3; б – UM3 состояний

Fig. 4. General view of the destruction area of the samples for:
a – CG; б – UFG conditions

После статического растяжения при комнатной температуре поверхность излома образцов образована ямками, носит в преобладающем вязкий характер. Анализ поверхности разрушения соответствует описанию одноосного растяжения с включениями. На рис. 5 представлена гистограмма диаметра ямок изломов исследованных поверхностей разрушенных образцов.

Ямки представляют собой места первичного образования пор при растяжении материала. Далее ямки объединяются и образуют трещины; которые трещины сливаются, образуя большие трещины, по которым образцы и разрушаются. Ямки

излома являются центрами зарождения «разрушения» и их исследование представляет особый интерес [22, 24].

Меньший размер ямок изломов в УМЗ состоянии объясняется меньшим числом крупных частиц Al-Fe.

В более ранних работах было показано качественно-количественное содержание Si и Mg в исследуемом сплаве при различных нагрузках [8, 10, 11]. В данной работе показано влияние интерметаллидных частиц первичной фазы системы Al-Fe-Si – это $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ (далее Al-Fe), на основе примесного Fe кристаллизационного происхождения, на процесс разрушения.

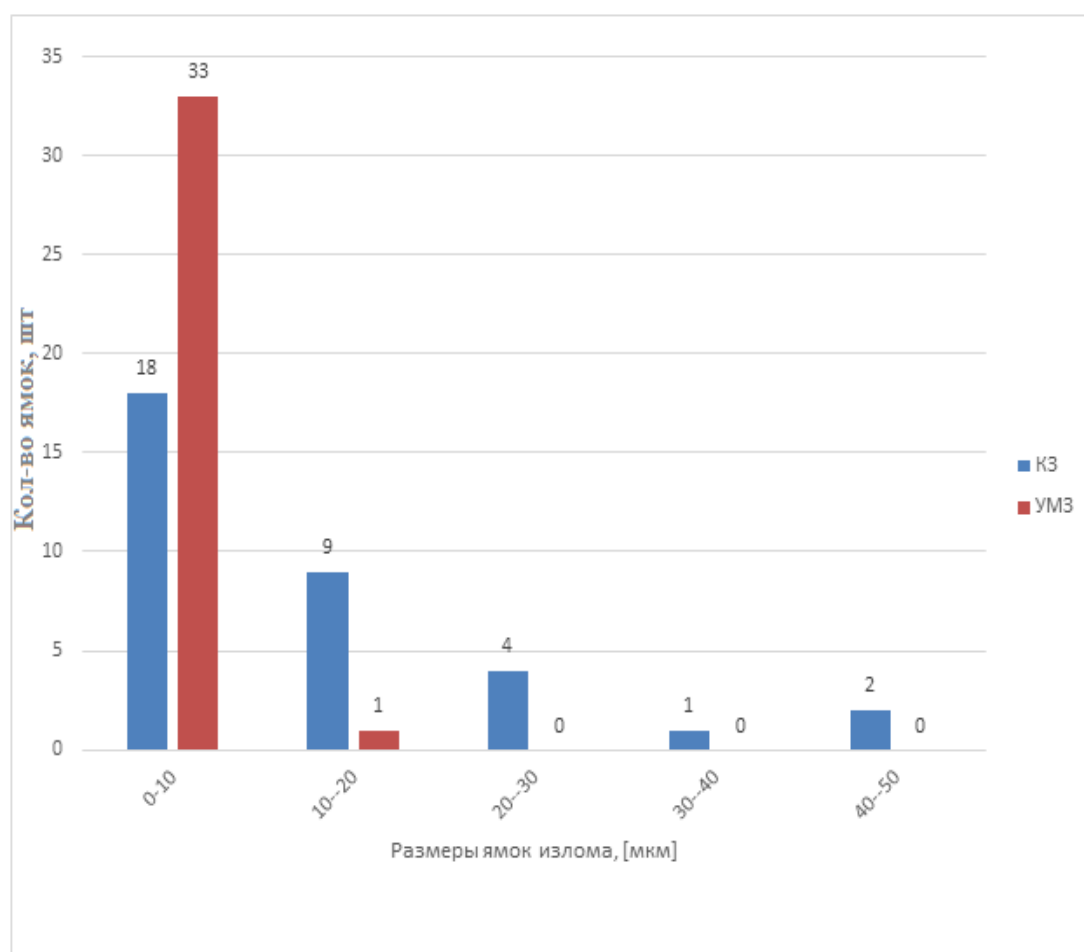


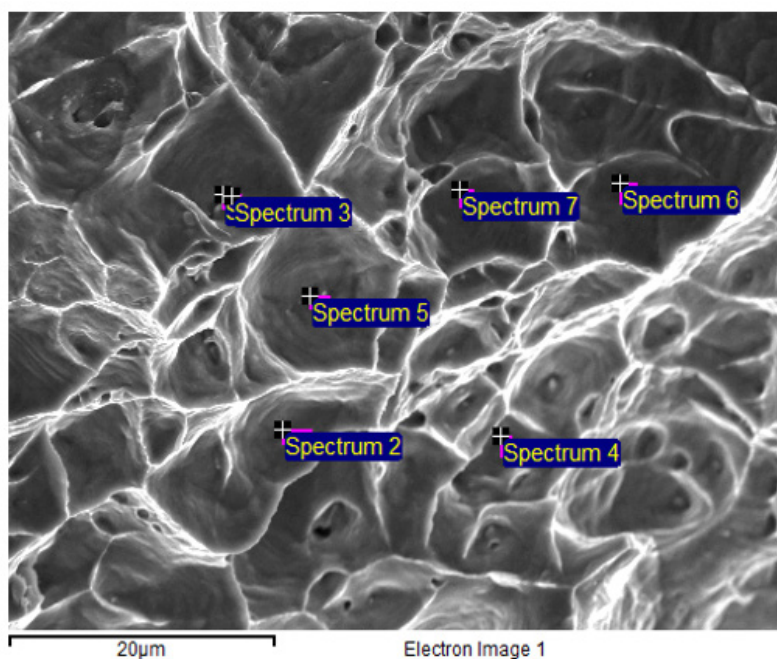
Рис. 5. Гистограмма для диаметра ямок изломов

Fig. 5. Histogram for the diameter of fracture pits

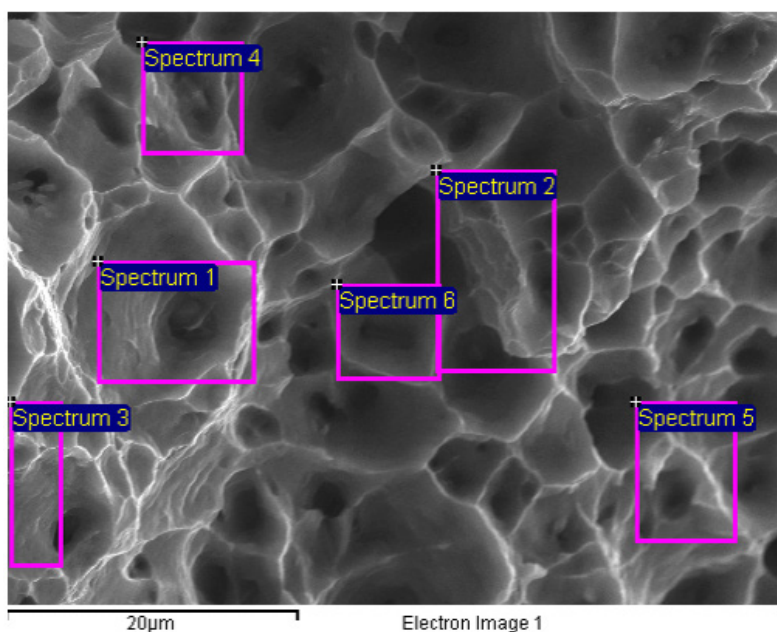
Для выявления содержания и расположения интерметаллидных частиц Al-Fe по границам раздела ямок разрушения проводили химический анализ в режиме обратно отраженных электронов (BSE).

Ни рис. 6 представлен пример выбран-

ной области на поверхности разрушения и таблица со средними значениями содержания соответствующих элементов по границам раздела ямок разрушения. Была сделана выборка по 10 различным образцам каждого состояния материала.



a



b

Рис. 6. Поверхность излома КЗ (*a*) и УМЗ (*б*) образцов

Fig. 6. Fracture surface of the CG (*a*) and UFG (*b*) samples

Таблица 2. Среднее содержание элементов по границам раздела ямок разрушения КЗ и УМЗ образцов по данным спектрального анализа по основным элементам на рис. 6.

Table 2. Average content of elements along the boundaries of the fracture pits of CG and UFG samples according to spectral analysis data for the main elements in Fig. 6.

	Mg (wt.%)	Si (wt.%)	Fe (wt.%)
Среднее содержание элементов в КЗ материале/ The average content of elements in the CG material	1,5	2,97	4,74
Среднее содержание элементов в УМЗ материале/ The average content of elements in the UFG material	0,93	0,46	0,45

По анализу спектра поверхности разрушения (табл. 2) можно сделать вывод, что по границам раздела ямок разрушения в КЗ состоянии содержится большой процент Fe. В большинстве точек измерений химического состава изломов образцов в КЗ повышено содержание Fe. Fe в алюминиевой матрице не растворяется, это примесь, ее количество небольшое, но на основе Fe и формируются крупные выделения микронных размеров. Крупные (размером несколько μm) частицы интерметаллидов Al-Fe, образовавшиеся еще на этапе литья, являются областями зарождения пор и последующего разрушения Al сплавов после ИС при растяжении. Соответственно, эти интерметаллидные частицы в большом содержании находятся по границам раздела и в глубине ямок разрушения, и спектр изломов показывает повышенное содержание Fe, многократно превышающее среднее содержание Fe в сплаве. В то же время при анализе химсостава поверхности разрушения УМЗ образцов видно, что состояние заметно отличается от химсостава для КЗ: содержание Fe по границам раздела ямок разрушения заметно ниже. Предположительно это объясняется тем, что после обработки материала методом РКУП-К меняется характер разрушения, так как областями зарождения пор и последующего разрушения могут являться другие элементы структуры,

например, области более высокой плотности дислокаций, дефекты, сформированные при РКУП-К, и интерметаллиды Fe уже не играют определяющую роль на формирование поверхности разрушения, либо они измельчаются при РКУП-К, что и приводит к их меньшему вкладу в разрушение.

Заклучение

Поверхность изломов носит ямочный характер для обоих структурных состояний, что соответствует одноосному статическому растяжению. Также была сделана оценка размеров ямок на поверхности изломов образцов обеих структур: КЗ – до 10 μm , УМЗ – до 5 μm (также их количественное соотношение было значительно выше относительно КЗ образцов). Это показывает, что в УМЗ состоянии при разрушении было задействовано сразу большое количество центров зарождения микродефектов, относительно КЗ состояния.

Также можно сделать вывод, что после обработки материала методом РКУП-К меняется характер разрушения, так как областями зарождения пор и последующего разрушения могут являться другие элементы структуры, например, области более высокой плотности дислокаций, дефекты, сформированные при РКУП-К, и интерметаллиды Al-Fe уже не играют определяющую роль на форми-

рование поверхности разрушения, либо они измельчаются при РКУП-К, что и приводит к их меньшему вкладу в разрушение.

Благодарности / Acknowledgments

Автор выражает благодарность Междисциплинарному ресурсному центру нанотехнологий СПбГУ и Ресурсному центру прикладной аэродинамики СПбГУ.

The author thanks the Interdisciplinary Resource Centre for Nanotechnology of SPbU and the Resource Centre for Applied Aerodynamics of SPbU.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Алюминиевые сплавы / Отв. ред. Х. Нильсен, В. Хуфнагель, Г. Ганулис. М.: Металлургия, 1979. 679 с. [Handbook of Aluminum Alloys: Properties, Machining, Application (Russian translation) / Ed. by H. Nielsen, W. Hufnagel, G. Ganoulis. Moscow: Metallurgy, 1979].
2. Ch. Vargel. Corrosion Aluminium // ELSEVIER, 2004.
3. Сегал В. М., Резников В. И., Копылов В. И. Процессы пластического структурообразования металлов. Минск: Наука и техника, 1994. 232 с. (In Russian) [Segal V. M., Reznikov V. I., Kopylov V. I. Processes of plastic structure formation of metals. Minsk: Science and Technology, 1994. 232 p.] Валиев Р. З. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией / Валиев Р. З., Александров И. В. // — М.: Логос, 2000. — С.272.
4. Салищев Г. А., Галеев Р. М., Малышева С. П., Жеребцов С. В., Миронов С. Ю., Валиахметов О. Р., Иванищенко Е. В. Формирование субмикроструктурной структуры в титане и титановых сплавах и их механические свойства // Металловедение и термическая обработка металлов. 2006. No 2. С. 19–26. (In Russian) [Salishchev G. A., Galeev R. M., Malysheva S. P., Zherebtsov S. V., Mironov S. Yu., Valiakhmetov O. R., Ivanisenko E. V. Formation of submicrocrystal structure in titanium and titanium alloys and their mechanical properties // Metal Science and Heat Treatment. 2006. No. 2. P. 19–26.] Валиев, Р. З. Nanostructuring of Metals by Severe Plastic Deformation for Advanced Properties / R. Z. Valiev // Nature Mater. - 2004. - 3. - p. 511.
5. Равноканальное угловое прессование металлических материалов: достижения и направления развития / Тематическая подборка статей под ред. В.М. Сегала, С.В. Добаткина и Р.З. Валиева // Металлы, 2004. № 1,2.
6. Murashkin, M.Y. Structure and mechanical properties of aluminum alloy 6061 subjected to equal-channel angular pressing in parallel channels/ m.y. murashkin, e.v. bobruk, a.r. kil'mametov, r.z. valiev. // The physics of metals and metallography, 2009.
7. Murashkin, M.Y. Enhanced mechanical properties and electrical conductivity in ultrafine-grained Al alloy processed via ECAP-PC [Текст] / M.Y. Murashkin, I. Sabirov, V.U. Kazykhanov, E.V. Bobruk, A.A. Dubravina, R.Z. Valiev // Special Issue: Nanostructured Materials; Guest Editor: Yuntian T Zhu. 13 ed: Springer Netherlands; 2013. -pp. 4501-4509.
8. Fakhretdinova E. I., Bobruk E. V., Sagitova G. Yu., Raab G. I. Structure and properties of aluminum alloy system Al-Mg-Si after processing by the method of Multi-ECAP-Conform // Letters on materials. 2015. No. 5(2). P. 202–206. DOI: 10.22226/2410-3535-2015-2-202-206.
9. Bobruk E. V., Murashkin M.Yu., Kazykhanov V. U., Valiev R. Z. Aging behavior and properties of ultrafine-grained aluminum alloys of Al-Mg-Si system // Reviews on Advanced Materials Science. 2012. V. 31. P. 109–115.
10. Mavlyutov, A.M. Effect of annealing on microhardness and electrical resistivity of nanostructured SPD aluminium [Текст] / A.M. Mavlyutov, A.S. Bondarenko, M.Y. Murashkin, E.V. Boltynjuk, R.Z. Valiev, T.S. Orlova // Journal of Alloys and Compounds. - 2017. - Vol. 698. - pp. 539-546.
11. Raab, G.J. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP-Conform [Текст] / G.J. Raab, R.Z. Valiev, T.C. Lowe, Y.T. Zhu // Materials Science and Engineering: A. - 2004. - Vol. 382. - pp. 30-34.
12. R.Z. Valiev, M.Y. Murashkin, I. Sabirov. A nanostructural design to produce high-strength Al alloys with enhanced electrical conductivity [Текст] // Scripta Materialia. 2014. Vol. 76. P. 13-16.
13. M. Murayama, K. Hono. Pre-precipitate clusters and precipitation processes in Al-Mg-Si alloys // Acta Materialia. 1999. V. 47. P. 1537–1548.
14. D.K. Magomedova, E.A. Ryabokon, D.V. Ryabokon. Study of fracture structure of cylindrical samples of 6101 aluminum alloy under static tension after standard heat treatment // Materials. Technologies. Design. – 2025. - T. 7, No 2(21). - pp.43-49. DOI 10.54708/26587572_2025_722143.
15. Бер, Л.Б. О стадиях старения алюминиевых сплавов / Л.Б. Бер. - Технология Легких Сплавов, 2013, С. 66–76.
16. Рааб, Г. И. Равноканальное угловое прессование по схеме «Конформ» длинномерных наноструктурных полуфабрикатов из титана / Г. И. Рааб, Р. З. Валиев // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка металлов давлением. -2008. -№1. - С. 21.

17. Valiev, R. Z. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement / R. Z. Valiev, T. G. Langdon // *Progress in Materials Science*. -2006.-51.-pp. 881.

18. Валиев, Р. З. Развитие равноканального углового прессования для получения ультрамелкозернистых металлов и сплавов / Валиев Р. З. - Металлы, 2004. №1. С. 15–22.

19. Magomedova D. K., Murashkin M. Yu., and Efimov M. A. Technique development for conducting mechanical tests to study the pore formation process in case of material fracture // *AIP Conference Proceedings*. 1959 070021. 2018. DOI: 10.1063/1.5034696.

20. Magomedova D. K., Churakova A.A., Gunderov D. V. Investigation of mechanical properties and fracture surface of cylindrical samples Al-6101 under static

tension // *Journal of Physics: Conference Series*. 2022. V. 2231(1): 012018. DOI: 10.1088/1742-6596/2231/1/012018.

21. Magomedova D. K. and Murashkin M. Yu. Influence of grain size and second phase particles on the process of void initiation// *Journal of Physics: Conference Series*.2018. 991 012055. DOI: 10.1088/1742-6596/991/1/012055.

22. Магомедова Д.К. Влияние структуры сплава Al 6101 на образование пор при статическом растяжении как на структурное изменение в процессе деформации // *Materials. Technologies. Design*. 2022. Т 4 No 1(7). (In Russian) [Magomedova D. K. Influence of Al 6101 alloy structure on pore formation in static tension as a structural change during deformation]. DOI: 10.54708/26587572_2022_41724.