УДК 669.715.017
P.A.C.S. 62.20.Fe

DOI 10.54708/26587572_2026_8326132

EVOLUTION OF THE STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Al-Mg-Si ALLOYS DOPED WITH TRANSITION AND RARE-EARTH METALS AFTER HIGH-PRESSURE TORSION

Elvira Dinifovna Khafizova [1, 2a], Diana Rivovna Temralieva [1], Petr Borisovich Straumal [1], Olga Vladislavovna Rybalchenko [1], Natalia Sergeevna Martynenko [1]

[1] A.A. Baikov Institute of Metallurgy and Materials Science of the Russian Academy of Sciences, 49 Leninskiy Pr., 119334 Moscow, Russia

[2] Ufa University of Science and Technology, 32 Zaki Validi st., 450076 Ufa, Russia

[a] ela.90@mail.ru

ABSTRACT

Al-Mg-Si alloys are among the most widely used wrought aluminium alloys in the aerospace, automotive, and construction industries due to their optimal combination of specific strength, processability, and corrosion resistance. However, the potential for improving their strength through conventional heat treatment has been largely exhausted. A promising approach is complex alloying with transition and rare-earth metals combined with high-pressure torsion (HPT). In this work, the effect of combined alloying with Cu, Ti, Mn, Sc, and Hf on the evolution of the structure and the set of mechanical properties of model Al-Mg-Si alloys after HPT was studied. Using transmission electron microscopy and X-ray diffraction analysis, it was found that the introduction of Sc and Hf combined with HPT provides the most intense dynamic grain refinement. Mechanical tests showed 2,6 increase in ultimate tensile strength – from 278 to 720 MPa – with ductility decreasing to 2%. It is shown that the synergistic effect of Sc and Hf alloying followed by HPT allows achieving record strength values for this system.

KEYWORDS

Aluminum alloy; rare-earth elements; high-pressure torsion; strength.

ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al-Mg-Si, ЛЕГИРОВАННЫХ ПЕРЕХОДНЫМИ И РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫМИ МЕТАЛЛАМИ С ПОСЛЕДУЮЩИМ КВД

Эльвира Динифовна Хафизова [1, 2a], Диана Ривовна Темралиева [1], Петр Борисович Страумал [1], Ольга Владиславовна Рыбальченко [1], Наталья Сергеевна Мартыненко [1]

[1] Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, Россия, 119334 Москва, Ленинский пр-т, 49

[2] Уфимский университет науки и технологий, Россия, 450076 Уфа, ул. Заки Валиди, 32

[a] ela.90@mail.ru

АННОТАЦИЯ

Сплавы системы Al-Mg-Si являются одними из наиболее востребованных деформируемых алюминиевых сплавов в авиакосмической, автомобильной и строительной промышленности благодаря оптимальному сочетанию удельной прочности, технологичности и коррозионной стойкости. Однако возможности повышения их прочности за счет традиционной термической обработки практически исчерпаны. Перспективным направлением является комплексное легирование переходными и редкоземельными металлами в сочетании с кручением под высоким давлением (КВД). В настоящей работе исследовано влияние совместного легирования Cu, Ti, Mn, Sc и Hf на эволюцию структуры и комплекс механических свойств модельных сплавов системы Al-Mg-Si после КВД. Методами просвечивающей электронной микроскопии и рентгеноструктурного анализа установлено, что введение Sc и Hf в сочетании с КВД обеспечивает наиболее интенсивное динамическое измельчение зерна. Механические испытания показали рост предела прочности в 2,6 раза – с 278 до 720 МПа – при снижении пластичности до 2%. Показано, что синергетический эффект легирования Sc и Hf с последующим КВД позволяет достичь рекордных для данной системы значений прочности.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Алюминиевый сплав; редкоземельные элементы; кручение под высоким давлением; прочность.

Введение

Сплавы системы Al–Mg–Si (6xxx) занимают одно из ключевых мест среди деформируемых алюминиевых сплавов благодаря удачному сочетанию удельной прочности, технологичности и коррозионной стойкости. Они широко востребованы в авиакосмической, автомобильной и строительной промышленности, где требуются легкие конструкции с высокой надежностью. Основным механизмом упрочнения этих сплавов является дисперсионное твердение, связанное с выделением метастабильных фаз в последовательности кластеры атомов Mg и Si → когерентные зоны Гинье–Престона→ игольчатые частицы β″ → стержнеобразные частицы β′ (и пластинчатые частицы B′) → равновесный β-Mg_2Si [1–4]. Частицы β″ известны как основные упрочняющие фазы после стандартной обработки T6. Максимальный вклад в упрочнение вносит метастабильная фаза β″ (Mg_5Si_6), однако возможности дальнейшего повышения прочности традиционных сплавов этой системы за счет термической обработки в значительной степени исчерпаны.

Перспективным направлением повышения прочностных характеристик является комплексное легирование переходными и редкоземельными металлами для повышения прочности, поскольку они влияют на генерацию и подвижность дислокаций за счет упрочнения твердого раствора и торможения растворенными примесями, образования упрочняющих частиц и рекристаллизации [5–7].

Марганец вводят в сплавы Al–Mg–Si для формирования дисперсных частиц AlMnSi размером 25–250 нм [5], которые оказывают Zener-торможение на границах, то есть эффект торможения миграции границ зерен частицами второй фазы, равномерно распределенными в матрице [6, 7]. Однако избыток Mn (выше 0,25 ат.%) приводит к образованию дисперсных частиц и уменьшению доли β″-фазы, что приводит к снижению твердости [5, 8].

Введение Cu (меди) значительно изменяет поведение выделений. Последовательность выделений в сплавах с добавками Cu в настоящее время выглядит следующим образом:

SSSS → атомные кластеры→ зоны Генье–Престона → β″ (Mg_5Si_6 (или $Mg_5Al_2Si_4$), L, QP, QC → β′,Q′ → Q($Al_5Cu_2Mg_8Si_6$) [9, 10]. Медь как четвертый компонент ускоряет переход от зон Генье–Престона I к β″ при искусственном старении [9].

Титан является классическим модификатором зерна, он эффективно измельчает литую структуру через гетерогенное зарождение α-Al на частицах $TiAl_3$ или $Ti(Al,Si)_3$ [11, 12].

Также в работах отмечается особый интерес к совместному легированию скандием и гафнием. Скандий, относящийся к редкоземельным элементам, выделяет дисперсные частицы стабильной фазы Al_3Sc, полностью когерентной матрице, которые обеспечивают сильное Zener-торможение и повышают температуру рекристаллизации [13]. Гафний, обладает высокой растворимостью в Al_3Sc, и замещает часть скандия с образованием более стабильной дисперсной фазы $Al_3(Sc_{1-x}\ Hf_x)$, что позволяет сохранить высокую термическую стабильность [13].

Дополнительное применение методов интенсивной пластической деформации (ИПД) приводит к повышению прочностных свойств и изменению морфологии и состава выделений в различных материалах [14–17]. Применение равноканального углового прессования (РКУП) к алюминиевым сплавам системы Al–Mg–Si, легированным скандием и гафнием, приводит к существенному измельчению структуры и ускорению распада пересыщенного твердого раствора в ходе последующего старения [18–20].

Среди различных методов интенсивной деформации кручение под высоким давлением (КВД) позволяет достичь исключительно высоких степеней деформации без разрушения образца благодаря приложению высокого гидростатического давления и обеспечивает наиболее интенсивное измельчение зерна [21, 22]. Совмещение комплексного легирования переходными и редкоземельными металлами с КВД создает условия для синергетического повышения прочности за счет одновременного действия зернограничного и дисперсионного упрочнения.

Целью настоящей работы являлось исследование влияния совместного легирования Cu, Ti, Mn, Sc и Hf на эволюцию структуры и комплекс механических свойств модельного сплава системы Al-Mg-Si после КВД.

1. Материал и методы исследований

В качестве материала для исследования был выбран сплав системы Al–Mg–Si. Химический состав определен с помощью рентгенофлуоресцентного волнодисперсионного спектрометра последовательного типа BRUKER S8 Tiger (серия 2) в вакууме по стандартной методике с применением программного обеспечения QUANT-EXPRESS. Состав сплава представлен в табл. 1. После отливки слитки сначала гомогенизировали в течение 4-х часов при температуре 480 °C, а затем закаливали в воде комнатной температуры после нагрева при 530 °C в течение 2 часов. После закалки подвергали стабилизации при температуре 150 °C в течение 20 мин для предотвращения естественного старения.

Таблица 1. Химический состав исследуемого алюминиевого сплава Al-Mg-Si, % по массе

Table 1. Chemical composition of the investigated Al-Mg-Si aluminum alloy, wt.%

Химический состав сплава (% по массе) / Chemical composition of the alloy (% of wt.)							
Al	Mg	Si	Cu	Mn	Ti	Sc	Hf
96,754	0,981	0,654	0,565	0,372	0,193	0,167	0,314

Нарезанные диски диаметром 20 мм и толщиной 1,5 мм подвергались кручению под высоким давлением на установке СКРУДЖ-200 при t = 20 °C, где образец помещали между бойками и сжимали под приложенным давлением 5,5 ГПа. Число оборотов кручения составляло 8, при скорости 1 об/мин. Образцы исследовали в исходном КЗ (крупнозернистом) состоянии и после КВД.

Микротвердость измеряли методом Виккерса по диаметру образцов с интервалом 1 мм между точками, длительностью нагружения 10 с, нагрузкой 100 г на автоматическом микротвердомере EMCO-Test DuraScan 50.

Механические испытания на растяжение проводили на малых плоских образцах с размерами рабочей части 4×1×0,5 мм на универсальной испытательной машине INSTRON-5982 со скоростью 10^{-3} c^{-1} при комнатной температуре.

Анализ микроструктуры проводили на сканирующем электронном микроскопе JSM-6490LV (СЭМ), оснащенном приставкой для ЭДС (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия). Исследование тонкой структуры проводили на просвечивающем электронном микроскопе ПЭМ (JEM-2100) при ускоряющем напряжении 200 кВ.

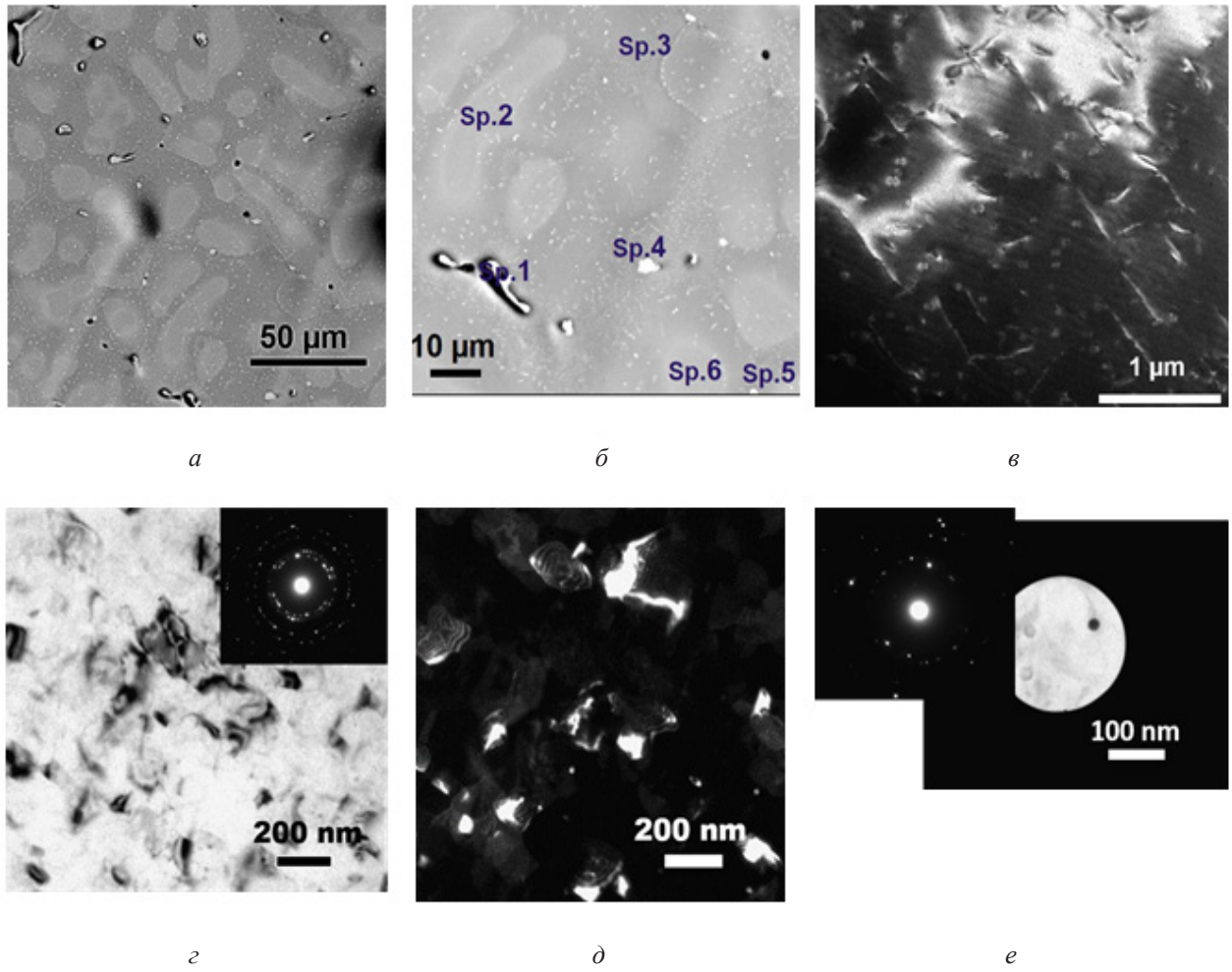
2. Результаты и обсуждение

Микроструктура в исходном состоянии представляет собой зерна со средним размером 45 мкм (рис. 1, *а*). Границы ячеек выявляются в некоторых местах более отчетливо благодаря расположенным вдоль них частицам интерметаллического соединения, что указывает на их образование на последних стадиях кристаллизации, т.е формирование в процессе кристаллизации эвтектики, состав которой представлен в спектре 1 на рис. 1, *б*.

На рис. 1, *а, б* представлено изображение, полученное в режиме BSE (Backscattered Electrons, или обратно рассеянные электроны) в РЭМ, которое показывает распределение фаз и химический состав образца. Светлые частицы соответствуют фазам с более высоким средним атомным номером – в данном случае это соединения, обогащенные тяжелыми элементами (Ti, Sc, Hf, Cu, Mn), тогда как темные области отвечают α-Al-матрице и выделениям на основе Mg и Si с меньшим атомным номером. В центральных областях ячеек выявлены локальные скопления в виде пятен, обогащенных титаном (рис. 2, *б*, спектры 2 и 6). Наряду с ними редко обнаруживаются включения неправильной формы, содержащие железо.

Видны частицы второй фазы, которые расположены хаотично внутри зерен твердого раствора в виде стержнеобразных выделений, предположительно относящихся к фазам β и Q, также наблюдаются наноразмерные частицы на границах зерен. На рис. 1, *в* с помощью ПЭМ наблюдается фаза β″ с наноразмерными частицами $(Sc_{1-x}\ Hf_x)Al_3$. Применение КВД приводит к измельчению зеренной структуры до 180 нм, также наблюдаются частицы размерами 15–30 нм $(Sc_{1-x}\ Hf_x)Al_3$.

Применение КВД обеспечивает максимальную прочность данного сплава, которая не была достигнута в исследованиях с использованием РКУП [19]. Такая структурная перестройка приводит к резкому повышению механических свойств: предел прочности возрастает с 278 МПа (крупнозернистое состояние) до 720 МПа, тогда как пластичность закономерно снижается до 2%. Анализ поверхностей разрушения подтверждает эти результаты: фрактограмма КЗ образца (рис. 2, *б*) характеризуется более развитым рельефом, тогда как на фрактограмме УМЗ образца (рис. 2, *в*) наблюдаются участки квазискола и хрупкого разрушения, что согласуется со снижением пластичности до 2%.



а *б* *в*

г *д* *е*

Spectral analysis, in weight % (b)

Sp	Mg	Al	Si	Sc	Ti	Mn	Fe	Cu
Sp 1	1,39	73,22	23,98	0,23		0,77		0,41
Sp 2	1,03	97,93			0,28	0,31		0,45
Sp 3	1,14	97,54	0,36			0,31		0,65
Sp 4	0,70	76,19	5,12	2,67		8,32	6,05	0,95
Sp 5	0,92	84,61	3,74	1,04		5,64	3,47	0,58
Sp 6	1,20	97,46			0,33	0,43		0,58

Рис. 1. Структура исследуемого сплава системы Al-Mg-Si до (*а, б, в*) и после (*г, д, е*) КВД

Fig. 1. Structure of the studied Al-Mg-Si alloy before (*а, б, в*) and after (*г, д, е*) HPT

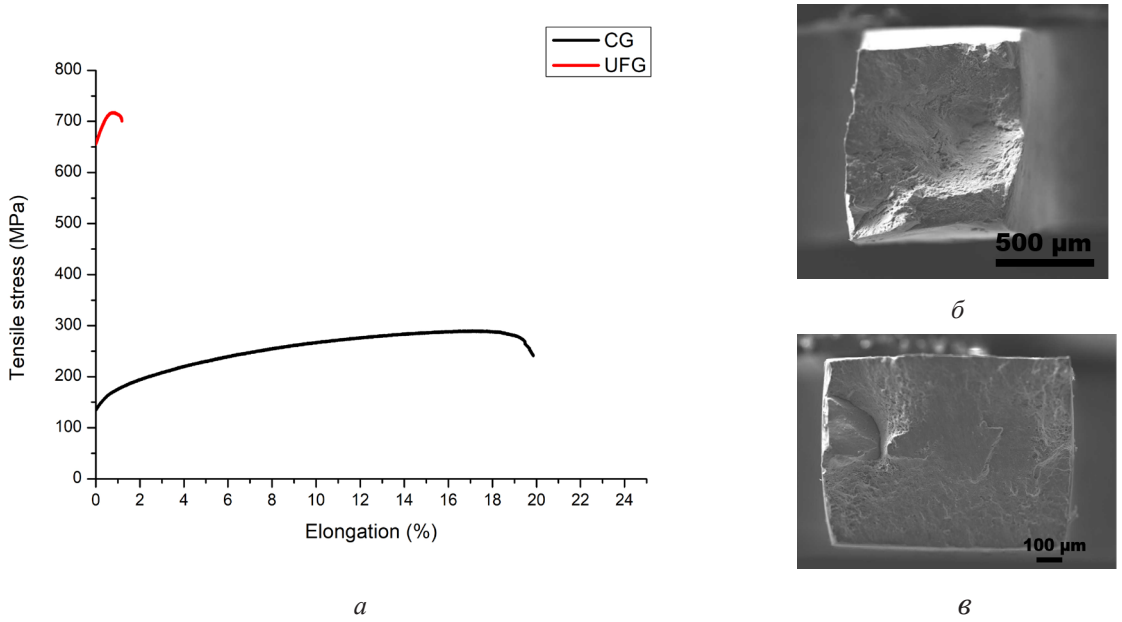


Рис. 2. Механические свойства и характер разрушения сплава системы Al–Mg–Si до и после КВД:
а – кривые растяжения; б – фрактограмма КЗ образца; в – фрактограмма УМЗ образца

Fig. 2. Effect of HPT on the mechanical properties of the Al–Mg–Si alloy:
a – stress-strain curves; б – fracture surface of the CG specimen; в – fracture surface of the UFG specimen

Формирование нанокристаллической структуры со средним размером зерна 180 нм дает вклад зернограничного упрочнения в соответствии с соотношением Холла–Петча, тогда как выделение наноразмерных дисперсных частиц $(Sc_{1-x}Hf_x)Al_3$ размером 15–30 нм обеспечивает дисперсионное упрочнение и Zener-торможение границ зерен, препятствуя их миграции и росту.

Выводы

Установлено, что совместное легирование Cu, Ti, Mn, Sc и Hf приводит к формированию многофазной структуры со средним размером зерна 45 мкм с дисперсными частицами $(Sc_{1-x}Hf_x)Al_3$ и фазы β″. Применение КВД обеспечивает формирование нанокристаллической структуры со средним размером зерна 180 нм и выделение наноразмерных дисперсоидов $(Sc_{1-x}Hf_x)Al_3$ размером 15–30 нм. Это приводит к изменению последовательности выделения фаз и обеспечивает синергетический эффект зернограничного и дисперсионного упрочнения.

Показано, что совместный эффект комплексного легирования и КВД обеспечивает рекордное для данной системы повышение прочности: предел прочности возрастает с 278 МПа (КЗ) до 720 МПа (УМЗ), что в 2,6 раза превышает исходное значение. При этом пластичность снижается до 2%, что подтверждается фрактографическим анализом.

Благодарности / Acknowledgments

Исследование выполнено в рамках государственного задания № 075-00320-26-00. Авторы выражают благодарность канд. техн. наук, ст. науч. сотр. ИМЕТ РАН Елене Александровне Лукьяновой за помощь в проведении плавки образцов алюминиевого сплава.

This research was carried out within the framework of state assignment No. 075-00320-26-00. The authors express their gratitude to

Elena Alexandrovna Lukyanova, Candidate of Technical Sciences and Senior Research Fellow at IMET RAS, for her assistance in the melting of the aluminum alloy samples.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Khangholi S.N., Javidani M., Maltais A., et al. Review on recent progress in Al–Mg–Si 6xxx conductor alloys // Journal of Materials Research. 37, 670–691 (2022). DOI: 10.1557/s43578-022-00488-3.

2. Edwards G.A., Stiller K., Dunlop G.L., Couper M.J. The precipitation sequence in Al–Mg–Si alloys // Acta Materialia. 46(11), 3893 (1998). 10.1016/S1359-6454(98)00059-7.

3. Buha J., Lumley R.N., Crosky A.G., Hono K. Secondary precipitation in an Al–Mg–Si–Cu alloy // Acta Materialia. 55(9), 3015 (2007). DOI: 10.1016/j.actamat.2007.01.006.

4. Andersen S.J., Zandbergen H.W., Jansen J., et al. The crystal structure of the β″ phase in Al–Mg–Si alloys // Acta Materialia. 46, 3283–3298 (1998). DOI: 10.1016/S1359-6454(97)00493-X.

5. Poole W.J., Wang X., Embury J.D., Lloyd D.J. The effect of manganese on the microstructure and tensile response of an Al-Mg-Si alloy // Materials Science and Engineering: A. 755, 307–317 (2019). ISSN 0921-5093. DOI: 10.1016/j.msea.2019.03.015.

6. Gottstein G., Shvindlerman L.S. On the retardation of grain boundary motion by small particles // Scripta Materialia. 63, 1089–1091 (2010). DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.08.005.

7. Hundert O., Nes E., Ryum N. On the Zener drag–Addendum // Acta Metallurgica. 37, 129–133 (1989).

8. Wang S., Chen S., Matsuda K., et al. Effect of Mn or Fe addition on age-hardening behaviour of Al–Mg_2Si // Alloys. 53, 1521–1528 (2012). DOI: 10.2320/matertrans.MAW201219.

9. Cong-Hui Lu, Xin-Ming Zhang, Jian-Guo Tang, et al. Effect of copper on precipitation and baking hardening behavior of Al-Mg-Si alloys // Transactions of Nonferrous Metals Society of China. 24, 2289–2294 (2014). ISSN 1003-6326. DOI: 10.1016/S1003-6326(14)63346-X.

10. Remøe M.S., Marthinsen K., Westermann I., et al. The effect of alloying elements on the ductility of Al-Mg-Si alloys // Materials Science and Engineering: A. 693, 60–72 (2017). ISSN 921-5093, DOI: 10.1016/j.msea.2017.03.078.

11. Ziyuan Zhao, Daoxiu Li, Xirui Yan, et al. Insights into the dual effects of Ti on the grain refinement and mechanical properties of hypoeutectic Al–Si alloys // Journal of Materials Science & Technology. 189, 44–59 (2024). ISSN 1005-0302. DOI: 10.1016/j.jmst.2023.12.014.

12. Wu Y., Liao H., Lue C. Dynamic precipitation and recrystallization in Al-12,5 wt.%Si-0,6 wt.%Mg-0,1 wt.%Ti alloy during hot-rolling and their impacts on mechanical properties //Journal of Alloys and Compounds. 788, 125–135 (2019).

13. Zakharov V.V., Rostova T.D. Effect of scandium, transition metals, and impurities on the strengthening of aluminum alloys during solid-solution decomposition // Metallovedenie i Termicheskaya Obrabotka Metallov. 9, 12–19 (2007). (In Russian) [Захаров В.В., Ростова Т.Д. Влияние скандия, переходных металлов и примесей на упрочнение алюминиевых сплавов при распаде твердого раствора // МиТОМ. 9, 12–19 (2007)].

14. Aksenov D.A., Raab G.I., Asfandiyarov R.N., et al. Structural changes in the Cu-Ni-Si system alloy after ECAP at different temperatures // Materials. Technologies. Design. 3, 5–10 (2021). (In Russian) [Аксенов Д.А., Рааб Г.И., Асфандияров Р.Н. и др. Структурные изменения в сплаве системы Cu-Ni-Si после РКУП при разной температуре // Materials. Technologies. Design. 3, 5–10 (2021)]. DOI: 10.54708/26587572_2021_3465.

15. Martynenko N.S., Temralieva D.R., Chistyukhina E. I., et al. Improving mechanical properties of pure Zn by alloying with Mg and Zr and subsequent equal-channel angular pressing // Materials. Technologies. Design. 8, 32–43 (2026). (In Russian) Мартыненко Н.С., Темралиева Д.Р., Чистюхина Э.И. и др. Улучшение механических характеристик чистого Zn путем легирования Mg и Zr и последующего равноканального углового прессования // Materials. Technologies. Design. 8, 32–43 (2026)]. https://doi.org/10.54708/26587572_2026_812432.

16. Krajňák T., Janeček M., Minárik P., et al. Microstructure evolution in Cu–0.5 wt% Zr alloy processed by a novel severe plastic deformation technique of rotational constrained bending // Metals. 11(1), 63 (2021). DOI: 10.3390/met11010063.

17. Martynenko N.S., Chistyukhina E.I., Nikitin I.S., et al. The effect of rotary swaging on the microstructure and mechanical properties of brass L63 alloyed with Sn // Materials. Technologies. Design. 7, 40–50 (2025). (In Russian) [Мартыненко Н.С., Чистюхина Э.И., Никитин И.С. и др. Влияние ротационной ковки на микроструктуру и механические характеристики латуни Л63, легированной Sn // Materials. Technologies. Design. 7, 40–50 (2025)]. DOI: 10.54708/26587572_2025_732240.

18. Bochvar N.R., Rybalchenko O.V., Leonova N.P., et al. Effect of scandium and other transition metals on the recrystallization of Al-Mg2Si alloys after equal-channel angular pressing // Metally. 2, 31–35 (2021). (In Russian) [Бочвар Н.Р., Рыбальченко О.В., Леонова Н.П. и др. Влияние скандия и других переходных металлов на рекристаллизацию сплавов Al-Mg2Si после

равноканального углового прессования // Металлы. 2, 31–35 (2021)].

19. Bochvar N.R., Rokhlin L.L., Rybalchenko O.V., et al. The effect of transition metals on the structure and hardening of Al-Mg-Si alloys after cold plastic deformation // Journal of Physics: Conference Series. 1431, 012050 (2020). DOI: 10.1088/1742-6596/1431/1/012050.

20. Bochvar N.R., Rybalchenko O.V., Tabachkova N.Yu., et al. Kinetics of phase precipitation in Al–Mg–Si alloys subjected to equal-channel angular pressing during subsequent heating // Journal of Alloys and Compounds. 881, 160583 (2021). DOI: 10.1016/j.jallcom.2021.160583.

21. Polenok M.V., Khafizova E.D., Abdrakhmanova E.D., Islamgaliev R.K. Investigation of mechanical properties of Zn-Fe-Mg alloy after high pressure torsion // Materials. Technologies. Design. 4, 55–62 (2022). (In Russian) [Поленок М.В., Хафизова Э.Д., Абдрахманова, Э.Д., Исламгалиев Р.К. Изучение механических свойств сплава Zn-Fe-Mg после кручения под высоким давлением // Materials. Technologies. Design. 4, 55–62 (2022)]. https://doi.org/10.54708/26587572_2022_441055.

22. Bobruk E.V., Murashkin M.Y., Ramazanov I.A., et al. Low-temperature superplasticity and high strength in the Al 2024 alloy with ultrafine grains // Materials. 16(2), 727 (2023). DOI: 10.3390/ma16020727.