

Структура и механические свойства Al–Si (Ge) сплавов при закалке и центрифугировании расплавов

© М.П. Волков, В.Н. Гурин, С.П. Никаноров, Ю.А. Буренков, Л.И. Деркаченко,
Б.К. Кардашев, Л.Л. Регель*, В.Р. Вилкок*

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия
E-mail: s.nikanorov@mail.ioffe.ru

* Международный центр гравитационного материаловедения и приложений,
Потсдам, Нью-Йорк, 13699-5814, США

Исследована структура эвтектических бинарных сплавов Al–12.7 at.% Si и Al–29.7 at.% Ge, а также тройного сплава Al–10 at.% Si–10 at.% Ge, полученных закалкой левитированных расплавов, кристаллизацией при центробежном ускорении 7 g и без нее. Установлено, что центрифугирование приводит к увеличению содержания кремния в Al–Si сплаве в направлении, противоположном направлению центробежного ускорения, и германия в Al–Ge по направлению центробежного ускорения. Эти различия объяснены различием плотностей кластеров и центров кристаллизации кремния и германия по отношению к плотности жидкой фазы при температурах кристаллизации. Наблюдаемые при этом изменения значений модуля Юнга и зависимостей „напряжение–деформация“ могут быть связаны с изменением состава образцов, вырезанных из средних частей слитков, за счет седиментации. Установлено большое влияние процессов распада и восстановления на модули упругости исследованных сплавов.

Работа выполнена при финансовой поддержке Американского фонда гражданских исследований и разработок по проекту RE2-2347-ST-02.

В последние годы усилился интерес к исследованиям влияния центрифугирования расплавов на структуру и свойства затвердевающих сплавов [1]. Центрифугирование применялось не только для исследований особенностей структуры и анализа состава эвтектик в многокомпонентных системах [2], но и для разработки новых процессов затвердевания сплавов на основе алюминия [3]. Однако до настоящего времени не изучено влияние центрифугирования на структуру и свойства сплавов алюминия с кремнием и германием, важных в качестве основы многих технических сплавов. Центрифугирование расплава силуминов использовалось ранее для выяснения гетерогенности расплава. Седиментационный анализ [4] при центробежном ускорении 600 g показал, что в расплаве Al–7.5% Si образуются колонии, обогащенные кремнием, с плотностью немного большей плотности жидкой среды. Одновременно был отмечен разный характер структуры частей образца, затвердевшего при центрифугировании. В работе [4], нацеленной на изучение неоднородности структуры расплава при высокой температуре, изменение концентрации кремния по длине слитка определялось как разность концентрационных зависимостей для образцов, полученных кристаллизацией от высокой температуры и от температуры затвердевания. При этом обращалось внимание на то, что центрифугирование может оказывать влияние на структуру затвердевающих образцов как за счет седиментации компонент расплава при высоких температурах гомогенизации, так и за счет воздействия силового поля во время кристаллизации.

Исследования влияния центрифугирования на механические свойства сплавов алюминия с кремнием и гер-

манием отсутствуют. Поэтому в настоящей работе предполагалось исследовать влияние центрифугирования на структуру, упругость, микро- и макропластичность сплавов Al–Si, Al–Ge эвтектического состава и тройного сплава Al–Si–Ge. В то же время физико-механические свойства сплавов алюминия чувствительны к структурным изменениям, происходящим при процессах распада во время старения и к явлениям возврата [5,6]. В связи с этим предполагалось при исследовании влияния центрифугирования на структуру и свойства уделить внимание мало изученному влиянию процессов распада и явлений возврата на структуру и свойства исследуемых сплавов.

1. Методика эксперимента

Образцы Al–12.7 at.% Si, Al–29.7 at.% Ge и Al–10 at.% Si–10 at.% Ge были получены быстрым охлаждением расплавов, находящихся в состоянии левитации в атмосфере гелия при давлении 1×10^{-5} Pa под действием электромагнитного поля частотой около 500 Hz и мощностью 10 kW. Жидкий металл выливался в медную форму. Скорость охлаждения была около 10^4 K/s. Сплавы, полученные закалкой расплавов, находившихся в состоянии левитации, переплавлялись в вакууме в кварцевых тиглях в печи центрифуги HIRB [3]. Температура в средней части ампулы поднималась до 980°C, поддерживалась постоянной в течение 2.5 h и уменьшалась после выключения печи со средней скоростью около 10^{-2} K/s в интервале от 600°C до комнатной. Гомогенизация расплава и затвердевание проводились при центробежном ускорении 7 g. В печи центрифуги, но

без ее вращения производились выплавки контрольных образцов для выявления действия центробежных сил на структуру сплавов. Однако геометрия этих контрольных образцов позволяла произвести только испытания на твердость. Поэтому образцы Al-12.7 at.% Si были также приготовлены направленным затвердеванием методом Бриджмена-Стокбаргера в атмосфере Ar. Расплав гомогенизировался при температуре около 950°C. Скорость охлаждения от эвтектической температуры была около 10^{-2} K/s, т. е. близкой к скорости охлаждения образцов при кристаллизации на центрифуге.

Микрошлифы вырезались алмазной пилой, шлифовались и полировались. Образцы для измерения плотности и изучения механических свойств вырезались электроискровым методом. Плотность измерялась методом гидростатического взвешивания.

Модуль Юнга определялся на основе измерений резонансных частот продольных упругих колебаний образцов в виде стержней длиной от 12.3 до 29.3 mm резонансным методом на установке с электростатическим возбуждением колебаний на частотах от 90 до 200 kHz как $E = 4\rho l^2 f^2 n^{-2} / (1 + \Delta l/l)$, где ρ — плотность образца при комнатной температуре, l — длина образца, f — резонансная частота продольных колебаний образца, n — номер возбуждаемой гармоники (в данной работе $n = 1$), Δl — обратимое удлинение образца вследствие теплового расширения. Температурный коэффициент расширения сплава Al-12% Si составляет около 0.88 от теплового расширения алюминия [4], поэтому обратимое удлинение образца при нагреве до 500°C приведет к изменению модуля около 1% и этим можно пренебречь. Однако во время измерений температурной зависимости модуля Юнга могут происходить необратимые изменения плотности сплава, длины и модуля Юнга образца из-за изменения остаточных напряжений и изменения количества кремния/германия в α твердом растворе Si/Ge в Al. Скорости нагрева и охлаждения образцов были около 3×10^{-2} K/s. Каждая экспериментальная точка на зависимостях $E(T)$ регистрировалась после выдержки до стабилизации температуры. Во время опытов при некоторых температурах наблюдалось необратимое изменение плотности и длины образцов. Это учитывалось повторными измерениями плотности сплавов и длин образцов при комнатной температуре после изучения температурных зависимостей модуля Юнга.

Измерение поглощения энергии упругих колебаний и модуля упругости образцов Al-Si при комнатной температуре производилось также резонансным методом с помощью составного вибратора, состоящего из образца и пьезокварцевого электромеханического преобразователя. Установка, контролируемая компьютером, обеспечивала возбуждение продольных колебаний в образце на его резонансной частоте около 100 kHz и измеряла декремент образца δ и его модуль Юнга. Измерения производились при амплитудах относительных колебательных деформаций в области от 10^{-6}

до 3×10^{-4} . Твердость сплава по Виккерсу определялась при нагрузке 5 kg. Деформационные испытания трехточечным изгибом производились на машине Инстрон 1341 при скорости стрелы прогиба около 0.5 $\mu\text{m/s}$, причем измерения нагрузки делались каждую секунду. Размеры образцов для этих испытаний были $1.6 \times 2.5 \times 20$ mm.

2. Результаты

На рис. 1 показаны микроструктуры образцов Al-12.7 at.% Si, полученных быстрым охлаждением расплава в состоянии левитации (рис. 1, *a*), кристаллизацией в печи центрифуги без вращения (рис. 1, *b*) и на центрифуге при центробежном ускорении 7 g в верхней, ближней к оси центрифуги (рис. 1, *c*) и нижней, наиболее удаленной от оси (рис. 1, *d*) частях слитка. Видно, что слиток, полученный быстрым охлаждением расплава, находившегося в состоянии левитации, имеет мелкокристаллическую структуру (рис. 1, *a*). Кристаллизация в печи центрифуги без ее вращения (рис. 1, *b*) вызывает образование аномальной эвтектической структуры (темная окраска соответствует кремнию, светлая — α твердому раствору кремния в алюминии) с первичными кристаллами твердого раствора кремния в алюминии (белые овальные зоны). Верхняя часть слитка, затвердевшего при центрифугировании (рис. 1, *c*), имеет структуру, подобную предыдущей, но в ней отсутствуют первичные дендриты α твердого раствора. В нижней части слитка (рис. 1, *d*) наблюдаются первичные кристаллы α твердого раствора кремния в алюминии (в виде светлых дендритов). Геометрический анализ шлифов показывает, что содержание кремния в нижней части слитка меньше, чем в верхней, приблизительно на 30% преимущественно за счет образования первичных кристаллов α твердого раствора.

На рис. 1, *e-h* показана микроструктура слитков Al-29.7 at.% Ge. Сплав, полученный литьем расплава, находившегося в состоянии левитации (рис. 1, *e*) имеет мелкозернистую структуру, в которой содержатся тонкие дендриты α твердого раствора германия в алюминии (белого цвета). Размер зерна аномальной эвтектической структуры возрастает после кристаллизации в печи центрифуги (рис. 1, *f*). Такой же характер структуры наблюдается в нижней части слитка, затвердевшего под действием центробежной силы при ускорении 7 g (рис. 1, *h*). В верхней части слитка (рис. 1, *g*) плотность пластин германия меньше, чем в нижней, в верхней части наблюдаются овальные зоны α твердого раствора германия в алюминии белого цвета. Содержание германия в нижней части больше, чем в верхней, как за счет увеличения размеров игл, так и их концентрации. Геометрический анализ шлифов показывает, что это различие составляет около 5%.

На рис. 1, *i-m* видна микроструктура слитков Al-10 at.% Si-10 at.% Ge. Слиток, полученный быстрым

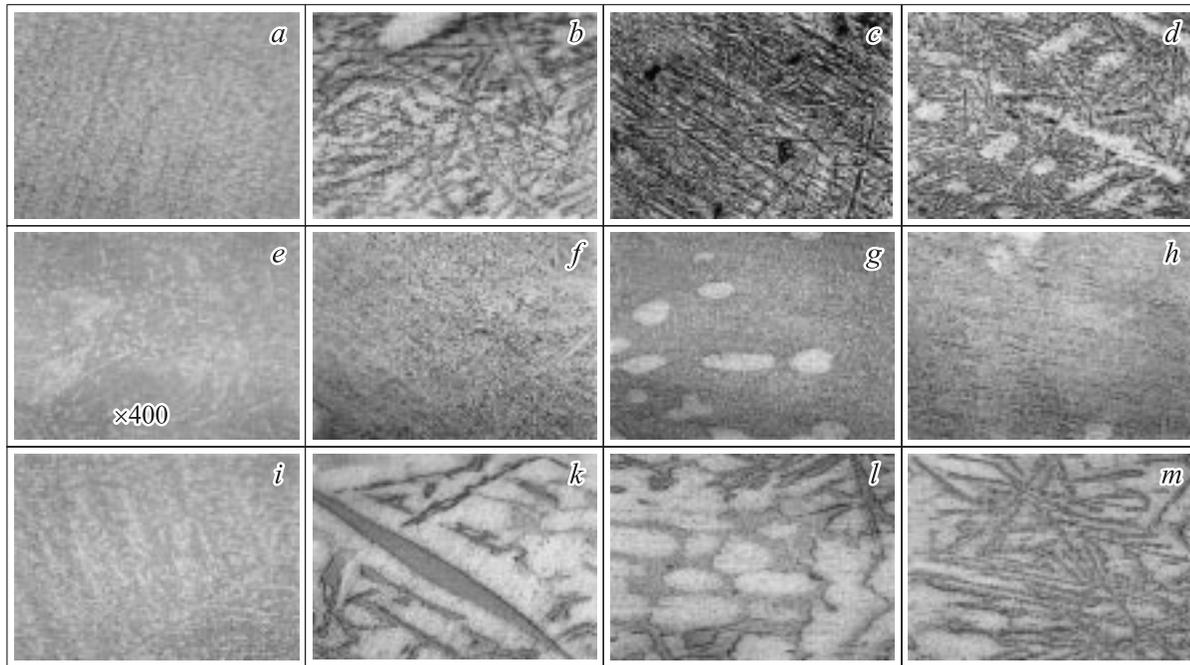


Рис. 1. Шлифы образцов сплавов Al–12.7 at.% Si (*a–d*), Al–29.7 at.% Ge (*e–h*) и Al–10 at.% Si–10 at.% Ge (*i–m*), полученных закалкой при $v = 10^4$ K/s (*a, e, i*), кристаллизацией при $v = 10^{-2}$ K/s на центрифуге без вращения (*b, f, k*) и на центрифуге при ускорении 7g верхней части слитков, ближней к оси центрифуги (*c, g, l*) и нижней части слитков (*d, h, m*). Увеличение всюду, кроме 1, *e*, 200×.

Таблица 1. Плотность сплавов ρ (в kg/m^3), закристаллизованных при скорости охлаждения v (в K/s) и центробежном ускорении ω (в единицах ускорения свободного падения g) при 20°C

v	ω	Состояние	Сплав		
			Al–12.7 at.% Si	Al–29.7 at.% Ge	Al–10 at.% Si–10 at.% Ge
10^4	0	закален, состарен	2.659	3.475	2.995
		отпущен	2.655	3.608	3.001
10^{-2}	0	закристаллизован	2.660	–	–
		нагрет, охлажден	2.632	–	–
10^{-2}	7g	закристаллизован	2.632	3.565	3.026
		нагрет, охлажден	2.632	3.567	3.054

Примечание. Образцы нагревались во время измерения температурной зависимости модулей Юнга, для Al–12.7 at.% Si до 550°C, для Al–29.7 at.% Ge до 315°C, в случае Al–10 at.% Si–10 at.% Ge до 244°C. Измерения $E(T)$ закаленных образцов проводились после естественного старения при комнатной температуре в течение 3 месяцев.

Таблица 2. Твердость по Виккерсу в МПа для сплавов, полученных при разных скоростях охлаждения v (в K/s) и центробежных ускорениях ω (в единицах g)

v/ω	Часть слитка	Сплав		
		Al–12.7 at.% Si	Al–29.7 at.% Ge	Al–10 at.% Si–10 at.% Ge
$10^4/0$	средняя	450 ± 20	900 ± 20	660 ± 30
$10^{-2}/7g$	верхняя	430 ± 20	780 ± 20	660 ± 20
$10^{-2}/7g$	нижняя	410 ± 10	830 ± 30	660 ± 30

Примечание. Закалка $v = 10^4$ K/s, $\omega = 0$ и кристаллизация на центрифуге $v = 10^{-2}$ K/s, $\omega = 7g$. Нагрузка 5 kg.

охлаждением расплава в состоянии левитации, имеет структуру, подобную структуре сплава алюминия с германием (рис. 1, *i*). Затвердевание в печи центрифуги при $g=0$ (рис. 1, *k*) вызывает появление крупных кристаллов Si-Ge. Нижняя часть слитка, полученного при затвердевании при центробежном ускорении $7g$ (рис. 1, *m*), отличается от верхней части (рис. 1, *l*) большей концентрацией пластин Si-Ge.

Плотность всех сплавов была измерена на образцах, полученных литьем левитированного расплава и затвердеванием на центрифуге при ускорении $7g$. В случае сплава Al-Si плотность измерялась также на образце, полученном затвердеванием в отсутствие центробежного ускорения при режиме, близком к режиму затвердевания в печи центрифуги. Из данных табл. 1 видно, что плотность Al-Si эвтектики падает приблизительно на 1% в случае отжига образцов закристаллизованных с малой скоростью. Отжиг образцов, выращенных во время центрифугирования, который происходил во время измерения температурной зависимости модуля Юнга, не приводит к изменению плотности. Плотность сплавов Al-29.7 at.% Ge и Al-10 at.% Si-10 at.% Ge, полученных при быстром охлаждении, растет при отжиге на 3.8 и 0.2% соответственно. Отжиг этих сплавов, полученных на центрифуге, не приводит к изменению плотности.

Твердость по Виккерсу приведена в табл. 2. Видно, что твердость образцов, полученных закалкой, равна или выше твердости образцов, затвердевших при малой скорости кристаллизации на центрифуге. У эвтектики Al-Si твердость верхней части слитка больше, чем в нижней части. В случае эвтектики системы Al-Ge, наоборот, твердость растет в направлении действия центробежной силы. В сплаве Al-10 at.% Si-10 at.% Ge изменения твердости по Виккерсу вдоль направления действия центробежной силы не наблюдается.

Модули Юнга образцов всех слитков, измеренных при нагревании и охлаждении в области температур от комнатной до 525°C для Al-12.7 at.% Si, до 315°C для Al-29.7 at.% Ge и до 250°C для Al-10 at.% Si-10 at.% Ge, показаны на рис. 2.

Видно, что модуль Юнга образца Al-Si, закаленного от температуры расплава в состоянии левитации, возрастает после нагрева и охлаждения во время измерений на 3% (кривая 1). У образца, вырезанного из слитка, закристаллизованного при усредненной скорости охлаждения около 10^{-2} K/s, температурный гистерезис модуля отсутствует (кривая 2). $E(T)$ для образца из слитка, затвердевшего при охлаждении со средней скоростью 10^{-2} K/s во время центрифугирования (кривая 3) подобна температурной зависимости для слитка, полученного в отсутствии действия центробежной силы, но абсолютная величина модуля больше на 7%.

В случае закаленных образцов Al-Ge замечается более быстрое уменьшение модуля Юнга при температурах выше 200°C (кривая 4). Это вызывается изменением модуля во времени. При температуре 315°C модуль за

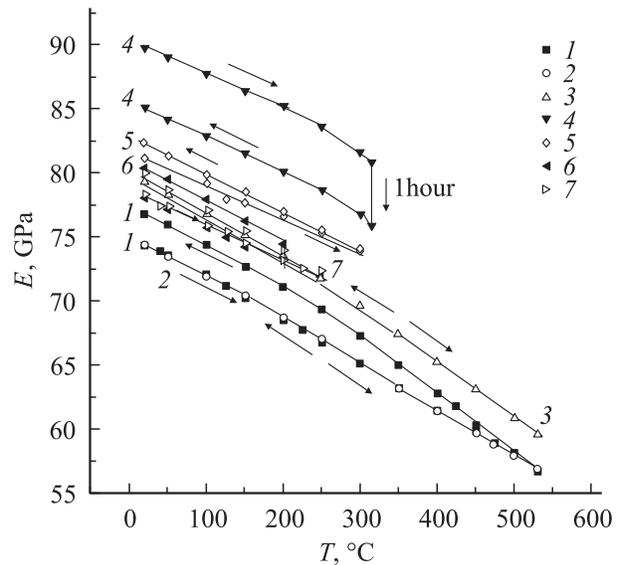


Рис. 2. Температурная зависимость модуля Юнга для образцов сплавов: Al-12.7 at.% Si (1-3), Al-29.7 at.% Ge (4, 5) и Al-10 at.% Si-10 at.% Ge (6, 7), полученных закалкой при $v = 10^4$ K/s (1, 4, 6), кристаллизацией при $v = 10^{-2}$ K/s (2), кристаллизацией на центрифуге при ускорении $7g$ и $v = 10^{-2}$ K/s (3, 5, 7).

1 h падает на 7%. Это уменьшение модуля сохраняется при охлаждении до комнатной температуры. После такого отжига величина модуля не меняется со временем при изменениях температуры до 315°C . Следует отметить, что при изменении модуля, рассчитываемого на основе измерения резонансной частоты образца, наблюдается также увеличение плотности на 3.8% и уменьшение длины образца на 1.4%. Поэтому при расчете модуля Юнга по результатам измерения резонансной частоты образца вводилась поправка, учитывающая изменение ρ и Δl , вызываемое структурными превращениями. Образец из слитка Al-Ge, полученного при центрифугировании, имеет такой же характер температурного гистерезиса модуля, как в случае сплава с кремнием. Величина модуля Юнга образца, полученного из слитка, затвердевшего при средней скорости охлаждения около 10^{-2} K/s во время действия центробежного ускорения $7g$, после нагрева до 310°C и охлаждения до комнатной температуры возросла на 1%. Для выяснения причин необратимых изменений модуля при температуре около 315°C были проанализированы шлифы образца Al-Si до и после нагрева. До измерения температурной зависимости образец имел мелкозернистую эвтектическую структуру с дендритами, состоящими из овальных зерен алюминия размером около $2-4 \mu\text{m}$. После нагрева образца до 315°C и охлаждения эти дендриты алюминия растворялись.

Образцы Al-10 at.% Si-10 at.% Ge имеют модуль Юнга, величина которого лежит между величинами для Al-Si и Al-Ge. Характер зависимостей $E(T)$ образцов, получен-

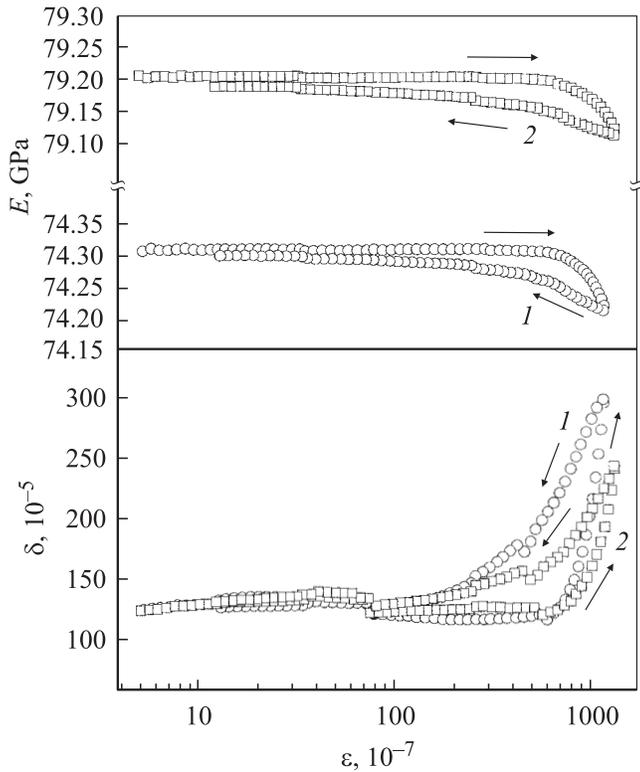


Рис. 3. Амплитудная зависимость модуля Юнга и декремента для образцов сплава Al–12.7 at.% Si, полученного со средней скоростью охлаждения 10^{-2} K/s направленной кристаллизацией (1) и переплавкой на центрифуге при ускорении 7 g (2).

ных закалкой при скорости охлаждения около 10^4 K/s (кривая б), мало отличается от зависимости для образцов, полученных при центрифугировании (кривая 7).

Амплитудная зависимость декремента $\delta(\varepsilon)$ и модуля Юнга $E(\varepsilon)$ для образцов Al–12.7 at.% Si, полученных кристаллизацией при скорости охлаждения 10^{-2} K/s в отсутствие центробежной силы и при ускорении 7g, показана на рис. 3. Видно, что абсолютное значение модуля Юнга образца, затвердевшего в поле центробежной силы, выше на 11%. Характер амплитудной зависимости E и δ у этого образца мало изменяется по сравнению с образцом, вырезанным из слитка, который был получен кристаллизацией при отсутствии центробежного ускорения. По данным рис. 3 можно найти неупругую колебательную деформацию $\varepsilon_{in} \approx \varepsilon(\Delta E/E)_h$, где ΔE есть разность между E при данной полной колебательной деформации ε и амплитудно-независимой частью модуля Юнга, а также амплитуды колебательных напряжений $\sigma = E\varepsilon$. Зависимость $\sigma(\varepsilon_{in})$ показана на рис. 4. Эти зависимости показывают нелинейную микропластическую деформацию образцов в координатах „напряжение–деформация“. Видно, что уровень напряжений, необходимых для достижения одной и той же микропластической деформации, возрастает для образцов, полученных на центрифуге.

На рис. 5 показана зависимость нагрузки на образец от стрелы прогиба при постоянной скорости деформирования $0.5 \mu\text{m/s}$ образцов одинаковой геометрии, полученных при центрифугировании и его отсутствии. Из рисунка следует, что уровень напряжений, необходимых для достижения одной и той же деформации при квазистатическом деформировании в случае образцов, полученных на центрифуге, выше, чем в отсутствие центробежного ускорения.

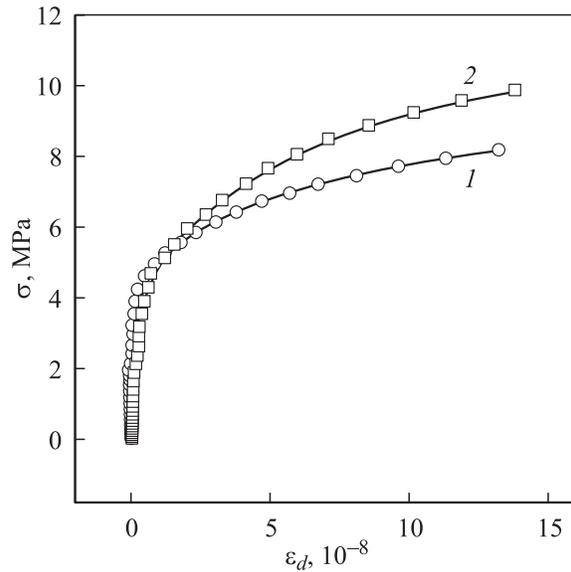


Рис. 4. Зависимость напряжения деформирования от неупругой деформации для образцов, полученных без центрифугирования (1) и при центрифугировании (2).

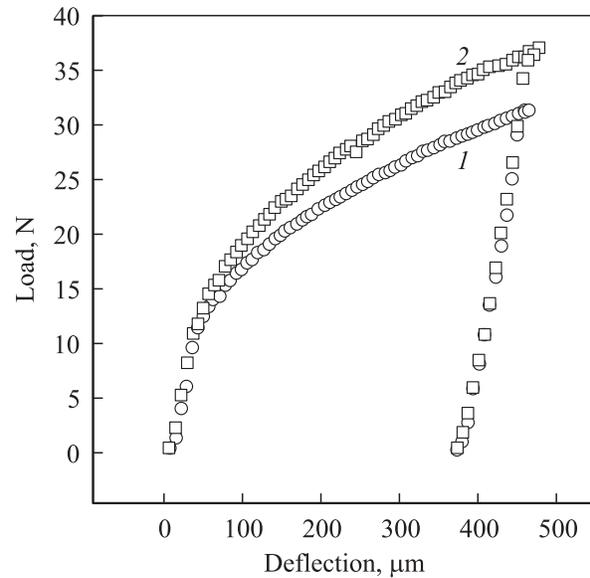


Рис. 5. Зависимость нагрузки от стрелы прогиба при постоянной скорости деформирования трехточечным изгибом образцов Al–12.7 at.% Si, полученных без центрифугирования (1) и при центрифугировании (2).

3. Обсуждение результатов

Разная структура образцов, показанная на рис. 1, отражает особенности методики получения слитков. В случае всех сплавов быстрое охлаждение расплава, находящегося в состоянии левитации, со средней скоростью около 10^4 K/s приводит к образованию мелкокристаллической структуры. В случае Al-Si (рис. 1, *a*) размер кристаллических зерен кремния в эвтектике (β твердый раствор алюминия в кремнии) менее $0.3 \mu\text{m}$. На шлифах закаленных кристаллов Al-Ge и Al-Si-Ge (рис. 1, *e* и *i*) видна мелкокристаллическая эвтектика и дендриты алюминия (белого цвета).

При затвердевании образцов в печи центрифуги при средней скорости около 10^{-2} K/s в отсутствие центробежного ускорения образуется аномальная эвтектическая структура. Размер игл Si-Ge в тройной системе значительно больше, чем кремния или германия в двойных системах. Центрифугирование вызывает образование структуры разного характера в нижней части слитка, наиболее удаленной от оси центрифуги, и верхней части. В случае Al-Si в нижней части слитка наблюдается образование первичных кристаллов алюминия дендритного характера (светлая окраска). Иглы кремния, составляющие эвтектическую структуру Al-Si, имеют большие размеры в верхней части слитка. В случае системы Al-Ge и тройной системы Al-Si-Ge, наоборот, содержание германия больше в нижней части слитка, а выделений алюминия больше в верхней части кристалла.

По-видимому неоднородность состава по длине слитка Al-Si, затвердевшего в поле центробежных сил, вызвана тем, что центры кристаллизации эвтектического кремния и кластеры кремния, обеспечивающие рост эвтектического кремния во время кристаллизации, имеют меньшую плотность по сравнению с плотностью жидкой фазы. В то же время центры кристаллизации и кластеры алюминия имеют большую плотность, чем дисперсионная фаза. Это приводит к меньшей концентрации кремния в эвтектике и к увеличению роста первичных кристаллов алюминия в нижней части слитка. В работе [4] методом седиментационного анализа при центробежном ускорении 600 g была показана микро-неоднородность расплавов силумина. Предполагалось, что при температурах до 1100°C в расплавах алюминия существуют группировки, обогащенные кремнием, причем удельный вес колоний больше удельного веса дисперсионной среды. Согласно нашим наблюдениям, при протекании процесса затвердевания плотность возникающих и растущих центров кристаллизации кремния меньше плотности алюминия. Известно [4], что при 700°C плотность кремния составляет 2.30 g/cm^3 , а плотность алюминия — 2.40 g/cm^3 . Это значит, что структура сплава определяется структурой кластеров не при высокой температуре, а при температуре кристаллизации. Атомы кремния при этом образуют кластеры за счет направленных, ковалентных сил связей.

В случае сплава алюминия с германием имеет место обратное соотношение плотностей. Плотность алюминия в твердом состоянии при 20°C равна 2.7 g/cm^3 , в жидком при 659°C равна 2.382 g/cm^3 . Это приводит не только к изменению содержания кремния или германия в эвтектике под действием центробежной силы, но также и к тому, что в нижней части слитка Al-Si и в верхней части слитка Al-Ge образуются первичные кристаллы алюминия. В случае тройной системы имеет место промежуточная ситуация, но ее структура ближе к структуре Al-Ge, так как при равной концентрации кремния и германия в сплаве 10 at.% разница в плотностях жидкой и твердой фаз значительно больше для германия.

Неоднородность состава за счет центрифугирования расплава подтверждается измерениями твердости. Из табл. 2 видно, что твердость верхней части образцов Al-Si выше, чем нижней, а в случае Al-Ge наоборот.

Модуль Юнга образца Al-12.7 at.% Si, полученного быстрым охлаждением левитированного расплава, после нагрева до 500°C и охлаждения возрастает на 3%. При повторном увеличении температуры в этом интервале $E(T)$ не меняется. Этот гистерезис модуля может быть объяснен искусственным старением образца во время измерений при повышенных температурах. При старении в сплаве могут возникать зоны, обогащенные кремнием, в которых возможно действие направленных ковалентных связей. Образец, полученный направленной кристаллизацией при средней скорости охлаждения 10^{-2} K/s имеет температурную зависимость модуля, совпадающую с прямым ходом $E(T)$ для закаленного образца. Гистерезис модуля отсутствует. У этого же сплава, затвердевшего при центрифугировании с ускорением 7 g при такой же средней скорости охлаждения, модуль Юнга выше на 7% и температурный гистерезис модуля Юнга также отсутствует.

Из рис. 3 следует, что амплитудно-зависимая часть внутреннего трения для образцов, полученных без центробежного ускорения и при ускорении 7 g, а также амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга в обоих случаях приблизительно одинаковы. Образцы отличаются лишь величиной модуля Юнга. Согласно современным представлениям [7,8], амплитудно-зависимая часть декремента и дефекта модуля определяются неупругим дислокационным вкладом в колебательную деформацию, который растет с увеличением плотности дислокаций. Это значит, что более высокая величина модуля образца, затвердевшего при действии центробежной силы, связана не с изменением дислокационной структуры, а с изменением характера формирования структуры сплава. Более высокая „жесткость“ сплава, затвердевшего под действием центробежной силы, проявляется также в увеличении уровня напряжений для достижения одинаковых деформаций как при микропластическом деформировании материала (рис. 4), так и при макропластической деформации (рис. 5).

Однако различия в модулях упругости, микро- и макропластичности образцов, полученных в отсутствие и при действии центробежной силы, того же порядка, что и изменения, вызываемые процессами распада при старении и явлениями возврата. Поэтому для выявления влияния центрифугирования на механические свойства сплава необходимы дополнительные исследования.

В случае сплавов Al-Ge нагревание образца, полученного быстрым охлаждением левитированного сплава, до 315°C приводит к уменьшению величины модуля. Это может быть объяснено процессами возврата. На микрофотографиях структуры образца Al-Ge, полученного закалкой и состаренного в течение 3 месяцев, видны дендриты α твердого раствора. Они образовались при распаде закаленного образца с пересыщенным твердым раствором. Нагрев до 315°C привел к гомогенизации структуры за счет растворения некоторого количества германия в твердом растворе. Это вызывает уменьшение содержания германия с ковалентными силами связи и уменьшения модуля Юнга. При переходе атомов германия в α твердый раствор удельный объем всего сплава должен уменьшиться. Это подтверждается увеличением плотности сплава после нагрева (табл. 1).

В образцах Al-Ge сплава, полученных кристаллизацией на центрифуге с малой скоростью, 10^{-2} K/s, не было значительного пересыщения α твердого раствора германием. Поэтому распад в них происходил при нагревании во время измерения $E(T)$ до 300°C. Распад вызывал образование зон с повышенным содержанием атомов германия, связанных ковалентными силами. Это проявлялось в увеличении модуля Юнга при комнатной температуре после измерения температурной зависимости. Следует заметить, что при этом наблюдается увеличение плотности на 3.6% и уменьшение длины образца, что может быть вызвано кинетикой вакансий.

В случае тройного сплава Al-Si-Ge температурный гистерезис модуля Юнга подобен тому, что наблюдалось для сплава Al-Si. В обоих случаях, как для Al-Ge, так и для Al-Si-Ge, образцы, полученные на центрифуге, имели модуль меньший, чем образцы, полученные закалкой левитированного сплава, несмотря на то, что они были состарены при повышенных температурах.

Более высокое значение модуля Юнга у образцов, вырезанных из средней части слитков Al-Si, и более низкое у образцов Al-Ge, которые были закристаллизованы во время центрифугирования, может быть объяснено изменением содержания кремния и германия в образцах по сравнению с образцами, полученными без центрифугирования. В случае Al-Si средняя часть слитка во время затвердевания при центрифугировании обогащалась кремнием за счет смещения центров кристаллизации α твердого раствора кремния в алюминии в нижнюю часть образца при незначительной седиментации кремния. Образцы Al-Ge, вырезанные из средней части слитка, имели более низкое содержание Ge по сравнению с исходным за счет седиментации его центров кристаллизации и кластеров.

Таким образом, в настоящей работе установлено незначительное уменьшение содержания кремния в сплаве Al-12 at.% Si и увеличение содержания германия и твердого раствора германия-кремния в сплавах Al-29.7 at.% Ge и Al-10 at.% Si-10 at.% Ge в направлении действия центробежного ускорения 7g при их кристаллизации во время центрифугирования. Центрифугирование приводит также к увеличению концентрации первичных кристаллов α твердого раствора в Al-Si сплаве и уменьшению в Al-Ge и Al-Ge-Si сплавах в направлении центробежного ускорения 7g. Этот факт объясняется различием в плотностях центров кристаллизации и кристаллообразующих кластеров по сравнению с плотностью жидкой фазы во время кристаллизации. Наблюдающиеся изменения механических характеристик при кристаллизации во время центрифугирования могут быть связаны с изменением состава средней части затвердевающих слитков, из которых вырезаются образцы, за счет явлений седиментации.

Результаты работы показывают, что центрифугирование сплавов алюминия с кремнием и германием во время кристаллизации может быть использовано для модификации структуры и управления их механическими свойствами.

Авторы благодарны Р. Раманафану за предоставление силуминовых слитков.

Список литературы

- [1] Processing by Centrifugation / Ed. L.L. Regel, W.R. Wilcox. Kluwer Academic/Plenum Publishers, N. Y. (2001). 372 p.
- [2] J.F. Loffler, S. Bossuyt, A. Peker, W.L. Johnson. Appl. Phys. Lett. **81**, 4159 (2002).
- [3] Y. Oya-Seimiya, T. Shinoda, Y. Fukui, N. Yamaguchi, T. Saitou, T. Yamada, K. Minegishi. J. of the Japan Institute of Metals **64**, 315 (2000).
- [4] В.А. Измайлов, А.А. Вертман. Изв. АН СССР. Металлы **6**, 217 (1971).
- [5] L.F. Mondolfo. Aluminum Alloys: Structure and Properties. Butterworths, London/Boston (1979). 639 p.
- [6] Н.Н. Буйнов, Р.Р. Захарова. Распад металлический пересыщенных твердых растворов. Металлургия, М. (1964). 141 с.
- [7] G. Gremaud, S. Kustov. Phys. Rev. B **60**, 9353 (1999).
- [8] S.P. Nikanorov. Solid State Phenomena **89**, 191 (2003).