

На правах рукописи



Котов Антон Дмитриевич

**Разработка алюминиевого сплава повышенной прочности,
обладающего высокоскоростной сверхпластичностью**

Специальность 05.16.01

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва 2013

Диссертационная работа выполнена на кафедре Металловедения цветных металлов
Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего
профессионального образования «Национальный исследовательский технологический
университет «МИСиС»

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ:

Доцент, кандидат технических наук, Михайловская А.В.

НАУЧНЫЙ КОНСУЛЬТАНТ:

Профессор, доктор технических наук, Портной В.К.

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ:

Д.т.н., заведующий лабораторией, Маркушев М.В. (ИПСМ РАН)

Д.т.н., главный научный сотрудник, Телешов В.В. (ОАО «ВИЛС»)

ВЕДУЩЕЕ ПРЕДПРИЯТИЕ:

ИМЕТ РАН им. А.А. Байкова

Защита диссертации состоится «10» октября 2013 г в 17:00 часов на заседании
Диссертационного совета Д 212.132.08 при НИТУ «МИСиС» по адресу: 119049, г.
Москва, ГСП-1, Ленинский проспект, д.4, ауд. 607

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИТУ «МИСиС»

Автореферат разослан «9» сентября 2013 г.

Ученый секретарь

Диссертационного совета, проф.



Мухин С.И.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Сверхпластическая формовка представляет большой интерес для производства деталей сложной формы в авиационной, автомобильной и других отраслях промышленности. Метод обеспечивает возможность изготовления сложных по форме деталей с чрезвычайно большими степенями общей и местной деформации за одну технологическую операцию, сокращает количество стыков и швов в конструкции и гарантирует высокое качество с минимальной дополнительной обработкой поверхности. Однако, основным сдерживающим фактором промышленного применения, являются низкие скорости сверхпластической деформации, реализуемые в известных алюминиевых сплавах.

Алюминиевые сплавы относятся к разряду сплавов с матричной структурой, у которых основная матричная фаза образует непрерывную сетку высокоугловых границ, а избыточные фазы разной дисперсности равномерно распределены по границам зерен и их объему. Для сплавов с такой структурой одним из известных и эффективных подходов к формированию ультрамелкозернистой структуры, необходимой для проявления сверхпластичности, является рекристаллизация в присутствии крупных (1–4 мкм) частиц второй фазы, вблизи которых возникают дополнительные центры рекристаллизации, и частиц дисперсоидов (размером меньше 0,3 мкм), сдерживающих рост образующихся мелких зерен при нагреве и во время сверхпластической деформации.

Большинство алюминиевых сплавов, для которых известны технологии получения сверхпластичного листа с хорошими показателями, не обладают высокой прочностью. Промышленный интерес представляют сплавы, обладающие улучшенным комплексом механических и технологических свойств. Самые высокопрочные алюминиевые сплавы 7000 серии (США) проявляют сверхпластичность при малых скоростях – порядка 10^{-4} с^{-1} , требуют при производстве листов дополнительных отжигов, значительных степеней холодной деформации, высокоскоростных нагревов в селитре и противодавления при формовке. Известные на сегодняшний день методы интенсивной деформации, обеспечивающие высокие показатели сверхпластичности лабораторных объектов небольших размеров пока трудно реализуемы в промышленности.

Таким образом, актуальной является разработка новых алюминиевых сплавов, обладающих высокими эксплуатационными свойствами и способностью к

высокоскоростной сверхпластической формовке, и технологий их получения, пригодных для имеющегося в промышленности оборудования.

Цель работы

Цель - разработка новых термически упрочняемых сплавов на основе алюминия и технологий получения из них листов, обладающих способностью к сверхпластической формовке при скоростях более 10^{-3} с^{-1} и повышенными прочностными характеристиками.

Для достижения этой цели поставлены задачи изучить:

1. Влияние содержания растворимых в твердом алюминии Zn, Mg и Cu на структуру и показатели сверхпластичности.
2. Влияние дисперсоидообразующих добавок Mn, Zr, Sc на зеренную структуру и показатели сверхпластичности.
3. Влияние эвтектикообразующих элементов (Ni и Fe) на изменение зеренной структуры в процессе термомеханической обработки и сверхпластической деформации.
4. Влияние технологических параметров получения листов выбранных сплавов на их структуру и показатели сверхпластичности, разработка оптимальной технологии получения листов с повышенными показателями сверхпластичности.

Научная новизна

1. Экспериментально показано, что в сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr одного бимодального распределения частиц - крупных эвтектических и дисперсоидов, недостаточно для формирования микрозеренной структуры и проявления сверхпластичности, так как затруднена рекристаллизация во время нагрева и начальной стадии деформации. По мере увеличения содержания легирующих элементов в алюминиевом твердом растворе до их предела растворимости, во время сверхпластической деформации формируется все более мелкое зерно и достигается высокоскоростная сверхпластичность.

2. Установлено, что в сплавах, твердый раствор которых содержит Zn, Mg, Cu и дисперсоиды Al_3Zr для формирования мелкозернистой структуры и обеспечения сверхпластичности при скоростях до $5 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$ достаточно двух процентов объемной доли крупных сферических частиц фазы Al_3Ni , а при увеличении ее объемной доли до пяти процентов сплавы проявляют высокоскоростную сверхпластичность ($1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$)

3. Разработан и запатентован сплав системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr, сочетающий высокоскоростную сверхпластичность без применения интенсивной деформации при

получении листовых заготовок с прочностными характеристиками при 20 °С, присущими наиболее прочным алюминиевым сплавам.

4. Установлено, что в сплавах системы Al-Cu-Mg-Ni-Fe-Mn-Zr, после горячей прокатки присутствуют выделения S-фазы (Al_2CuMg), поэтому в холоднокатаном состоянии формируется грубая полигонизованная структура, а при нагреве до температуры сверхпластической деформации образуются крупные неравноосные зерна и не проявляется сверхпластичность. Увеличение легированности твердого раствора из-за растворения S-фазы (Al_2CuMg) при отжиге формирует мелкочаеистую структуру с повышенной плотностью дислокаций в холоднокатаном состоянии, которая при нагреве до температуры сверхпластической деформации обеспечивает равноосное мелкое зерно и сверхпластичное состояние сплава.

Практическая значимость работы

1. В сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr показана возможность получения сверхпластичного состояния в горячекатаных полуфабрикатах, что позволяет реализовать изготовление сверхпластичных листов повышенных толщин или полуфабрикатов для объемной штамповки. Технология получения сверхпластичного листа высокопрочного сплава на основе алюминия защищена Ноу-Хау №10-013-2012 от 09.04.2012.

2. Разработан высокопрочный сплав системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr, имеющий предел прочности до 600 МПа и обладающий сверхпластичностью при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-1} \text{ с}^{-1}$, что позволяет сократить время формовки на один-два порядка по сравнению с известными сплавами той же системы (патент РФ № 2491365).

3. Предложена технология получения сверхпластичного листа из сплава системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni-Zr, включающая регламентированный отжиг перед холодной прокаткой. Технология защищена Ноу-Хау №19-013-2011 от 07.04.2011.

Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы доложены и обсуждены

1. На международной научной школе для молодежи «Материаловедение и металлофизика легких сплавов», Екатеринбург, 2010 г.
2. На 11-й международной конференции по сверхпластичности современных материалов «ICSAM 2012», Альби, Франция, 3-5 Июля, 2012 г.
3. На открытой школе-конференции стран СНГ «Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы - 2012», Уфа, 8-12 октября, 2012 г.
4. На шестой научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур, ПРОСТ-2012", Москва, НИТУ МИСиС, 17-19 апреля, 2012 г.

5. На II-ой Молодежной школе-конференции «Современные проблемы металловедения», Абхазия, Пицунда, 2011 г.
6. На XX-ой Международной конференции студентов, аспирантов и молодых учёных «Ломоносов-2013», Москва, 8-12 апреля, 2013.

Результаты диссертационной работы отражены в 12 публикациях (в том числе 4 в журналах входящих в перечень ВАК). По результатам работы получено два Ноу-Хау и патент.

Структура и объем работы

Диссертация состоит из введения, 5 глав, 7 выводов, библиографического списка из 102 источников. Работа изложена на 105 страницах машинописного текста, содержит 21 таблицу и 70 рисунков.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Глава 1 Обзор литературы

В обзоре литературы рассмотрены особенности микрозеренной сверхпластичности и методы ее получения, описаны необходимые требования к структуре материалов, рассмотрено влияние частиц вторых фаз на формирование зеренной структуры в процессе термической и деформационной обработок. Показано, что оптимальным для формирования ультрамелкозернистой структуры и получения хороших показателей сверхпластичности, является бимодальное распределение частиц вторых фаз.

Подробно рассмотрены существующие термически упрочняемые сплавы на основе алюминия, проявляющие сверхпластичность. Описаны методы и технологии получения в данных сплавах микрозеренной структуры. Показано, что при использовании методов легко реализуемых в промышленности, без применения методов интенсивной деформации, листы сплавов на основе систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg способны к сверхпластической формовке при скоростях около 10^{-4} с^{-1} . Показано, что перспективным направлением, с точки зрения получения высоких показателей сверхпластичности, является легирование сплавов эвтектикообразующими элементами (например, Fe и Ni) одновременно с легированием дисперсоидообразующими элементами (Zr, Mn, Sc, Cr).

По результатам проанализированной литературы сформулированы основные цели, задачи и методы исследования.

Глава 2 Методики исследования

В работе исследовали термически упрочняемые алюминиевые сплавы на основе систем Al-Cu-Mg и Al-Zn-Mg-Cu. Сплавы дополнительно легировали Ni, Fe для получения эвтектических частиц Al_9FeNi или Al_3Ni , являющихся местами предпочтительного

зарождения зерен в процессе рекристаллизации. Также, сплавы легировали Mn, Zr и Sc, как совместно, так и по отдельности, с целью получения дисперсных частиц, сдерживающих рост зерен.

Плавку осуществляли в лабораторной электрической печи сопротивления в графитошамотных тиглях. Слитки размерами $100 \times 40 \times 20 \text{ мм}^3$ получали литьем в медную водоохлаждаемую изложницу, а слитки размерами $250 \times 120 \times 30 \text{ мм}^3$ методом полунепрерывного литья.

Прокатку проводили при комнатной температуре и при $420 \pm 20 \text{ }^\circ\text{C}$ на лабораторном двухвалковом прокатном стане ДУО250 с диаметром валков 240 мм. Степень обжатия при горячей прокатке составляла 83-95%, холодной - 10-80%.

Термическую обработку сплавов проводили в муфельных электрических печах СНОЛ-1,6.2,0.0,8/9-M1 или СНОЛ 58/350 с точностью поддержания температуры $\pm(2-5) \text{ }^\circ\text{C}$. Рекристаллизационный отжиг холоднокатаных листов, имитирующий нагрев до температуры сверхпластической деформации, проводили при температурах $(0,90 - 0,97)T_{\text{пл}}$ в течение 20 минут в воздушной атмосфере, для некоторых сплавов применяли также отжиг в селитровой ванне.

Механические свойства листовых образцов при комнатной температуре (ГОСТ1497-84) проводили на универсальной испытательной машине Zwick Z250 со скоростью растяжения 4 мм/мин. На состояние испытывали по 3-4 образца, вырезанных вдоль направления прокатки. Измерение твердости методом Виккерса проводили на лабораторном твердомере ИТ 5010 (ГОСТ 23677–79).

Микрошлифы готовили методами механической шлифовки и полировки с использованием шлифовально-полировального станка Struers LaboPol-5. При необходимости применяли электролитическую полировку в хлорно-спиртовом электролите, травление или анодное оксидирование. Исследование микроструктуры сплавов проводили при помощи светового микроскопа 200MMAT фирмы «Carl Zeiss», сканирующего электронного микроскопа TESCAN Vega 3 LMN с энерго-дисперсионным детектором X-Max 80, просвечивающего электронного микроскопа «JEM–2000 EX», а также методами рентгеноструктурного анализа на дифрактометре D8 ADVANCE фирмы «Bruker AXS». Количественный анализ параметров микроструктуры проводили методом случайных секущих с использованием прикладной программы «Sizer» и при помощи специального программного модуля «Axio Vision» фирмы «Carl Zeiss».

Показатели сверхпластичности определяли на универсальной испытательной машине 1231-Y10 с компьютерным управлением перемещением траверсы. Испытания

проводили на образцах с размерами рабочей части $L \times 6 \times h$ мм, где L – длина, 6 мм – ширина, а h – толщина. Проводили испытания с постоянной скоростью деформации и со ступенчатым увеличением скорости деформации.

При испытаниях на растяжение со ступенчатым увеличением скорости деформации образец на каждой скорости деформировали на 2 %, после чего скорость увеличивали в 1,35 - 1,52 раза.

Сверхпластическую формовку деталей проводили на установке, оборудованной прессом и печью, состоящей из двух раскрывающихся полуформ с матрицами, точно передающими геометрию детали. Между элементами полуформ зажимали сверхпластичный лист размером (170×220) мм² и толщиной 1 мм. Затем подавали аргон при давлении до 4 атм., и после 20 минут выдержки формовали, ступенчато увеличивая давление аргона между листами. Температуру формовки 460-480 °С поддерживали с точностью ± 5 °С.

Глава 3 Разработка оптимального состава и технологии получения сверхпластичных листов сплавов системы Al-Cu-Mg-Ni-Fe (типа АК4-1)

В качестве базового в этом исследовании был принят стандартный сплав АК4-1, содержащий кроме меди и магния эвтектикообразующие добавки 1%Fe и 1%Ni. Составы исследуемых сплавов варьировали по основным компонентам Cu и Mg и дополнительно легировали дисперсоидообразующими элементами (Zr, Mn, Sc). На данном этапе работы исследовали характеристики зеренной структуры и сверхпластичность листов. После литья и гомогенизационного отжига слитков проводили горячую ($\epsilon=80\%$, $T=420-450$ °С), а затем холодную ($\epsilon=70\%$) прокатку. Конечная толщина холоднокатаного листа составила 1 мм.

С целью получения микрозеренной структуры оптимизировали состав и технологические параметры получения листов сплавов. Один из возможных путей улучшения показателей сверхпластичности - легирование сплавов скандием и цирконием совместно, так листы сплава с 0,2%Zr и 0,2%Sc при оптимальной скорости деформации $3 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ показали удлинение в 700%, а при увеличении скорости деформации до $8 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ - 450%. Однако, как известно, скандий значительно увеличивает себестоимость листов, поэтому использование другого сочетания дисперсоидообразующих элементов без скандия при разработке сплавов остается актуальным. Для сплавов системы Al-Cu-Mg-Ni-Fe-Mn-Zr с содержанием 1,3%Mg, меди (до 3,5%), марганца (до 0,8%) и циркония (до 0,25%) оптимизировали состав и технологию получения сверхпластичного листа. Листы

получали по двум технологическим режимам – без промежуточного отжига перед холодной деформацией (режим 1) и с высокотемпературным отжигом (режим 2).

После деформационной обработки исследованных сплавов частицы вторых фаз (Al_9FeNi и $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$) средним размером $1,6 \pm 0,1$ мкм с объемной долей 5 – 10 % в зависимости от состава, равномерно распределены в матрице алюминиевого твердого раствора. В структуре горячекатаных листов помимо указанных частиц эвтектического происхождения присутствуют дисперсные выделения в виде точек, которых не наблюдали после холодной прокатки. Сравнивая образцы горячекатаном состоянии и после промежуточного отжига обнаружили, что при дифференциально-термическом анализе в образцах с отжигом появляются пики при 230°C , у листов полученных по режиму с отжигом более

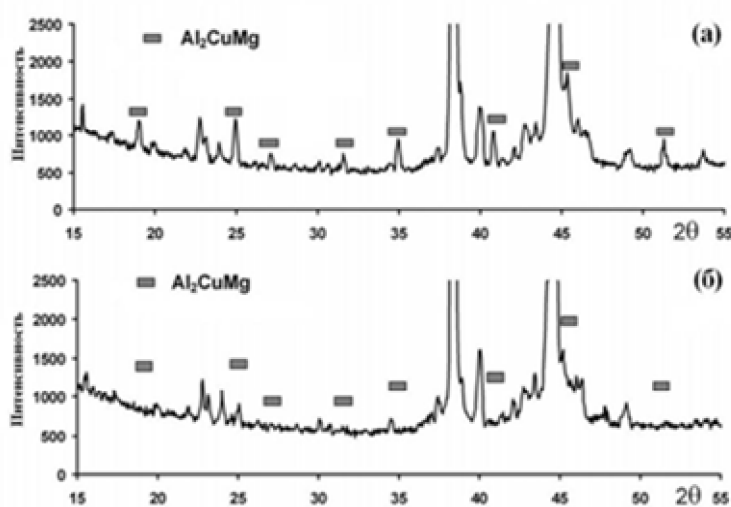


Рис.1 Дифрактограммы образцов исследованного сплава после 80 % горячей прокатки (а) и после промежуточного отжига при 520°C (б)

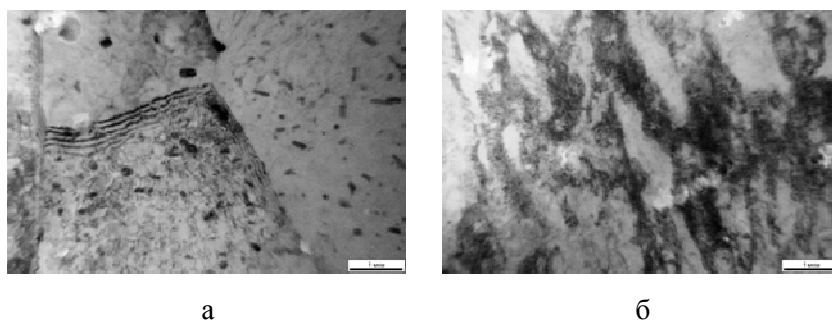


Рис. 2. Тонкая структура холоднокатаных образцов, полученных по режиму 1 (а) и по режиму 2 (б)

прокатка образцов с отжигом и без него обеспечивает существенные различия в дислокационной структуре сплавов. В случае получения листа без промежуточного отжига формируется субзеренная структура, с малым числом свободных дислокаций, в то

высокое значение электросопротивления, по данным рентгенофазового анализа в горячекатаном состоянии выявлены линии S-фазы (Рис. 1). Это означает, что в горячекатаном состоянии присутствует S-фаза Al_2CuMg , которая растворяется при промежуточном отжиге. В результате в образцах, полученных по режиму 2 с отжигом, мы имеем более высокую концентрацию меди и магния в твердом растворе.

Других отличий в структуре отожженных и горячекатаных образцов не наблюдали. Последующая холодная

время как при применении промежуточного отжига наблюдали ячеистую дислокационную структуру с большей плотностью дислокаций (Рис. 2).

Последующий нагрев до температуры $0,97T_{пл}$ холоднокатаных листов, не подвергнутых промежуточному отжигу, т.е. содержащих выделения S фазы, приводит к формированию крупных (в среднем более 12 мкм), вытянутых вдоль направления прокатки зерен (рис. 3 а) с коэффициентом формы 1,5-3,0. При обработке по режиму 2 с промежуточным отжигом, т.е. в случае более легированного твердого раствора, формируется благоприятная структура с мелким, равноосным зерном размером 5-9 мкм, в зависимости от состава сплава, (рис. 3 б) и коэффициентом формы близким к 1,0.

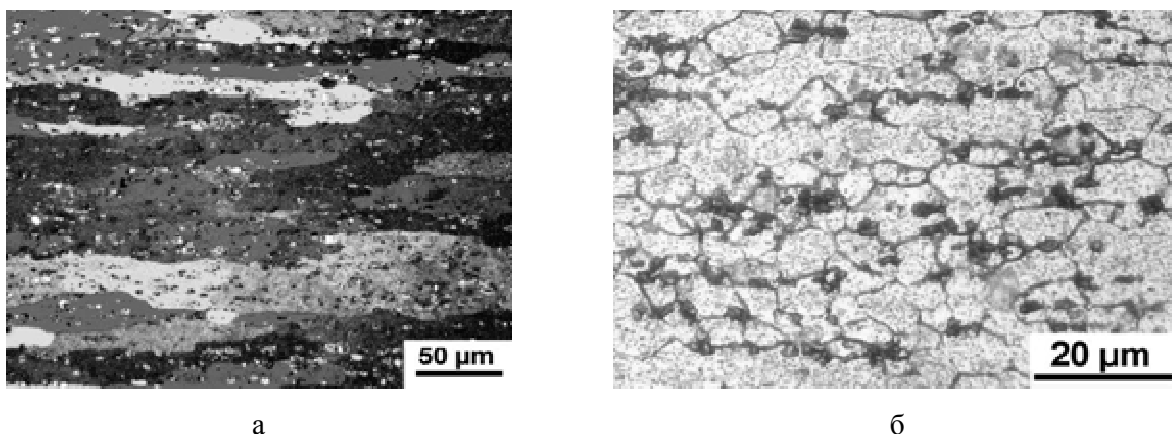


Рисунок 3. Структуры сплава Al-3,5%Cu-1,3%Mg-1%Ni-1%Fe-0,8%Mn-0,25%Zr после рекристаллизационного отжига при 520 °С в течение 20 мин. (а - режим 1, б – режим 2)

Наименьший средний размер зерна 5,1 мкм и хорошие показатели сверхпластичности - относительное удлинение 400% при оптимальной скорости деформации $1 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ среди сплавов, не содержащих скандий, имеют листы сплава Al-3,5%Cu-1,3%Mg-1%Ni-1%Fe-0,25%Zr (рис. 4), полученные по режиму с промежуточным отжигом.

При введении в указанный сплав 0,8%Mn и при одинаковых условиях получения листа средний размер зерна сохраняется, а относительное удлинение при той же скорости снижается до 320%. То есть, Mn неблагоприятно влияет на показатели сверхпластичности сплава с Zr.

Увеличение содержания Mg в сплаве Al-3,5%Cu-1,3%Mg-1%Ni-1%Fe-0,25%Zr с 1,3% до 2,0% практически не влияет на размер рекристаллизованного зерна и величину относительного удлинения, однако приводит к снижению напряжения течения (с 8 до 5 МПа) (рис. 5). Увеличение содержания Cu выше 3,5% приводит к образованию частиц, практически не фрагментирующихся при гомогенизационном отжиге и в процессе

последующей прокатки, в результате происходит преждевременное разрушение листов сплавов из-за интенсивного развития пористости около частиц.

В сплавах данной системы хорошие показатели сверхпластичности сочетаются с типичными для сплавов данной системы механическими свойствами: $\sigma_{0,2} = 290-300$ МПа и $\sigma_B = 380-420$ МПа.

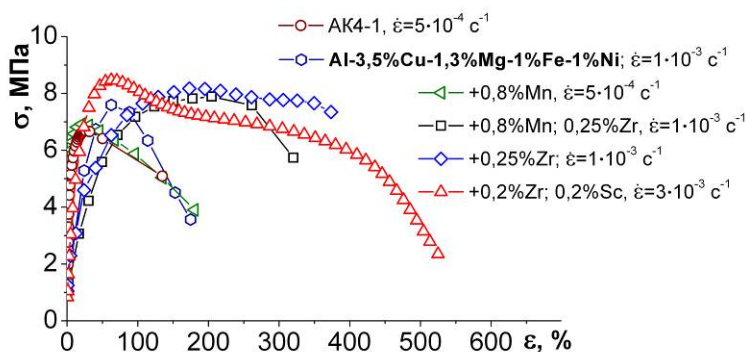


Рис. 4. Кривые растяжения листов исследованных сплавов при температуре $0,97T_{пл}$

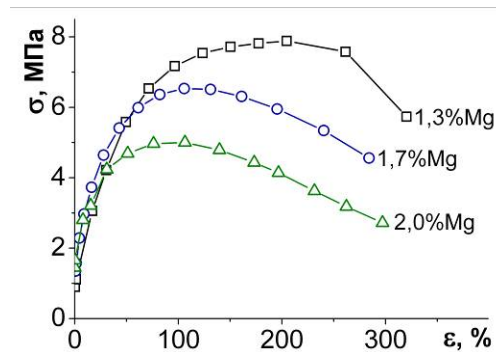


Рис. 5. Кривые растяжения листов сплавов с разным содержанием Mg при температуре $0,97T_{пл}$

Глава 4. Оптимизация состава сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu для получения улучшенных показателей сверхпластичности

Группа высокопрочных сплавов на основе системы Al-Zn-Mg-Cu является перспективной с точки зрения разработки сплавов с улучшенным комплексом прочностных свойств при комнатной температуре и показателей сверхпластичности. Исследовали влияние растворимых в твердом алюминии цинка, магния и нерастворимых эвтектикообразующих никеля и железа, образующих частицы вторых фаз, на формирование структуры и показатели сверхпластичности. Все исследованные сплавы содержат цирконий в количестве 0,3%, обеспечивающий формирование дисперсных частиц Al_3Zr . Сплавы разделены на две группы: легированные только Ni (1-4%), и совместно 1%Ni и 0,8%Fe. Соответственно, в структуре сплавов первой группы присутствуют эвтектические частицы фазы Al_3Ni с объемной долей 0,02-0,07, в сплавах второй группы частицы Al_9FeNi с объемной долей 0,05. После литья в медную водоохлаждаемую изложницу и гомогенизационного отжига слитки подвергали горячей ($\epsilon=80\%$, $T=420^\circ\text{C}$), а затем холодной ($\epsilon=70\%$) прокатке. В процессе гомогенизационного отжига помимо растворения неравновесных фаз происходит фрагментация и сфероидизация эвтектических частиц Al_3Ni и Al_9FeNi .

В холоднокатаном состоянии (Рис. 6 а) структура большинства сплавов состоит из равномерно распределенных в матрице алюминиевого твердого раствора частиц фазы Al_3Ni (или Al_9FeNi). Структура всех сплавов после нагрева и выдержки при температуре

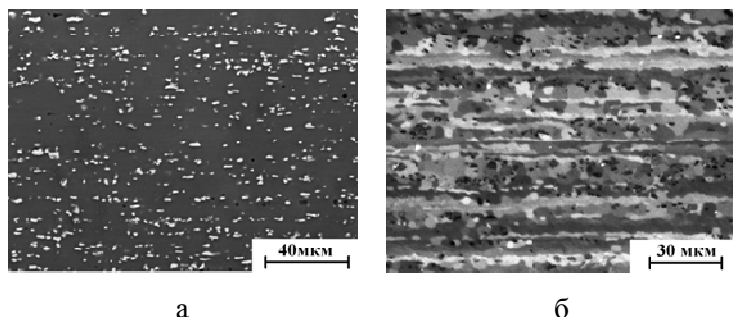


Рис. 6. Микроструктуры сплава $\text{Al-4\%Zn-4\%Mg-0,8\%Cu-3\%Ni-0,3\%Zr}$ после 70 % холодной прокатки (а) и после отжига при $0,97T_{\text{пл}}$ в течение 20 мин. (б)

сверхпластической деформации рекристаллизуется только частично (Рис. 6 б), благодаря наличию дисперсных частиц Al_3Zr .

Исследование влияния Zn и

Mg. На рисунке 7 (сплошная линия) показана зависимость среднего размера

рекристаллизованных зерен при изменении концентрации Zn от 0 до 7% при содержании 4%Mg, 0,8%Cu, 3%Ni и 0,25%Zr.

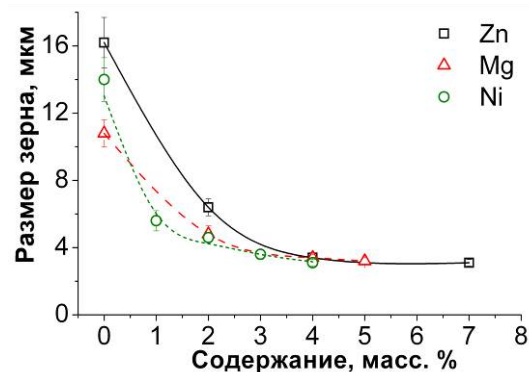


Рис. 7. Зависимость размера рекристаллизованного зерна после отжига при $0,97T_{\text{пл}}$ (20 мин.) от содержания в сплаве Zn, Mg и Ni

Наиболее существенное измельчение зерна происходит с увеличением концентрации Zn до 4% (с 16,2 до 3,4 мкм), при дальнейшем увеличении с 4 до 7%Zn

размер зерна практически не меняется. По результатам испытаний с постоянной скоростью сверхпластической деформации (Рис. 8 а и 9 а) видно, что с увеличением концентрации Zn происходит некоторое уменьшение напряжения и довольно сильный рост величины относительного удлинения (Рис. 9 а). При этом, снижение относительного удлинения в сплаве с 7%Zn связано с наличием в структуре сплава грубых частиц неравноосной формы, выделившихся в процессе кристаллизации и, как следствие, развитием пористости при сверхпластической деформации.

Влияние концентрации Mg исследовали при содержании 4%Zn, 0,8%Cu, 3%Ni и 0,25%Zr. Показано, что 1-4% Mg входит в алюминиевый твердый раствор при температуре СПД, а при 5%Mg образуются грубые, не сфероидизирующиеся в процессе термомеханической обработки, частицы. Увеличение содержания Mg в твердом растворе приводит к уменьшению размера зерна и улучшению показателей сверхпластичности (Рис. 7, 8 б и 9 б). Таким образом, увеличение концентрации Zn и Mg в

алюминиевом твердом растворе приводит к уменьшению среднего размера рекристаллизованных зерен, снижению напряжения течения, увеличению показателя m и росту относительного удлинения.

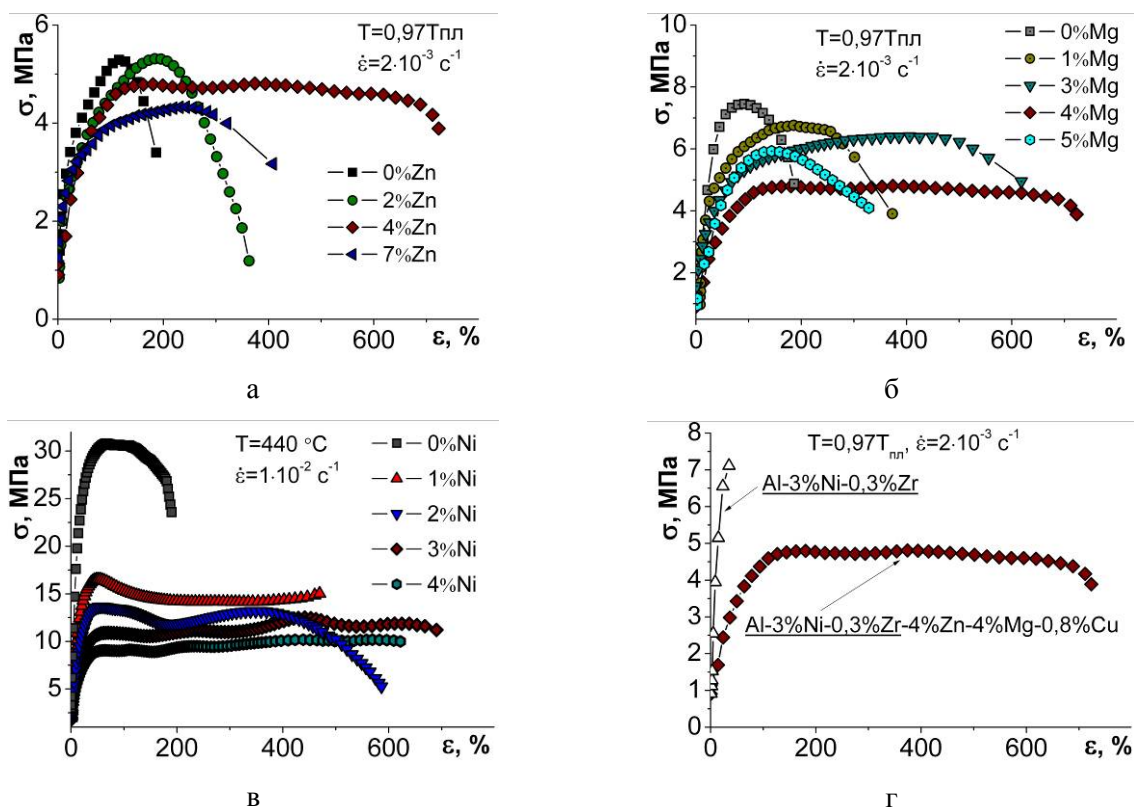


Рис.8. Кривые растяжения при сверхпластической деформации сплавов с разным содержанием Zn (а), Mg (б) и Ni (в) и сплавов Al-3%Ni-0,3%Zr и сплавов Al-4%Zn-4%Mg-1%Cu-3%Ni-0,3%Zr (г)

Сравнивая показатели сверхпластичности (рис.8 г) сплава Al-4%Zn-4%Mg-0,8%Cu-3%Ni-0,3%Zr с оптимально легированным твердым раствором со сплавом Al-3%Ni-0,3%Zr со слаболегированным твердым раствором, т.е. не содержащим Zn, Mg и Cu, можно сделать вывод о том, насколько существенна роль твердого раствора. При близкой исходной зеренной структуре сплав без цинка, магния и меди практически не проявляет признаков сверхпластичности в интервале температур $0,75-0,97T_{пл}$: зависимость напряжения от скорости слабо выражена, как следствие коэффициент m не превышает 0,3, а удлинение при испытании с постоянной скоростью деформации $2 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ составило всего 40%. Причиной низких свойств служит тот факт, что структура сплава со слаболегированным твердым раствором остается практически нерекристаллизованной как перед началом, так и во время сверхпластической деформации, соответственно, т.е. не выполняется основное условие для проявления сверхпластичности – наличие мелкого зерна. Таким образом, наличие в сплаве лишь бимодального распределения частиц по

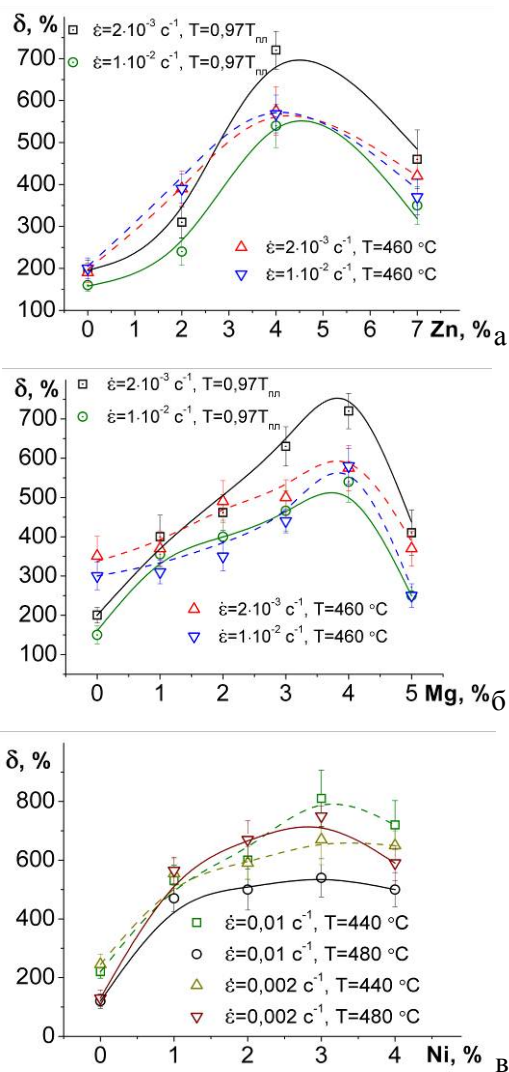


Рис. 9. Зависимость относительного удлинения (в,г) при сверхпластической деформации листов сплавов от содержания цинка (а) и магния (б) и никеля (в) (масс.%) при различных скоростях и температурах деформации.

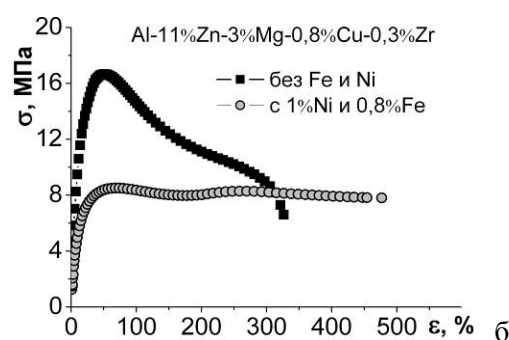
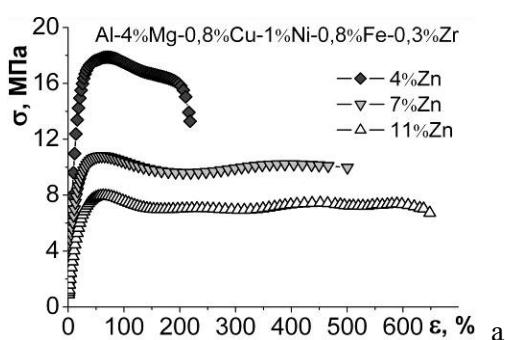


Рис. 10. Кривые растяжения при сверхпластической деформации сплавов при $0,97T_{пл}$ с постоянной скоростью деформации $1 \cdot 10^{-2} \text{ c}^{-1}$ 510%. Это, очевидно, является результатом увеличения в 2 раза объемной доли частиц, инициирующих зарождение новых рекристаллизованных зерен. При сравнении сплавов

размерам - дисперсных и крупных, не обеспечивает эффекта сверхпластичности. Для получения высоких показателей сверхпластичности, необходим также сильнолегированный твердый раствор.

Аналогичные зависимости получены при исследовании сплавов, содержащих другую эвтектическую фазу Al_9FeNi . Увеличение концентрации Zn (Рис. 10 а) способствует снижению напряжений и увеличению продолжительности устойчивого течения. При увеличении концентрации цинка с 4 до 11% относительное удлинение возрастает с 250 до 680%. При этом в сплаве с 11%Zn образуются нерастворимые при гомогенизационном отжиге частицы Т-фазы (AlZnMgCu) с объемной долей около 0,06, которые после прокатки имеют благоприятную, близкую к сферической, форму. Размер частиц близок к размеру частиц фазы Al_9FeNi – 1,5-2,0 мкм. Как видно из рис. 10 б, при добавлении 1%Ni и 0,8%Fe к сплаву с 11%Zn, снижается напряжение течения (в 2 раза) и возрастает относительное удлинение с 360 до

типа Al-4%Zn-4%Mg-0,8%Cu-0,3%Zr, отличающихся содержанием либо никеля, с эвтектической фазой Al_3Ni , либо никеля и железа (фаза Al_9FeNi) с близкими объемной долей и средним размером частиц этих фаз, можно утверждать, что использование частиц фазы Al_3Ni обеспечивает более низкие напряжения течения и более высокие значения относительного удлинения (Рис. 8 и 10 а), т.е. более эффективно.

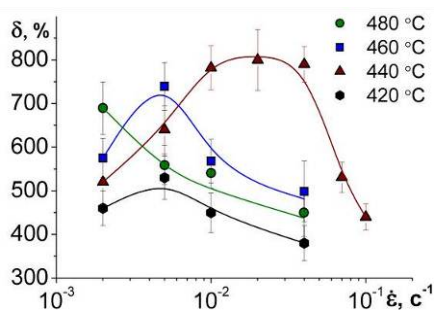


Рис. 11. Зависимость относительного удлинения сплава Al-4%Zn-4%Mg-1%Cu-3%Ni-0,3%Zr от скорости деформации в интервале температур 420-480 °C

В сплаве оптимального по Zn и Mg состава: Al-4%Zn-4%Mg-0,8%Cu-0,3%Zr исследовали влияние содержания никеля на структуру и показатели сверхпластичности. При изменении концентрации Ni от 1 до 4% объемная доля частиц Al_3Ni увеличивается с 0,02 до 0,07. Из рис. 8 видно, что при объемной доле частиц равной 0,02 (содержание никеля 1%) напряжение течения в 2 раза ниже, а относительное удлинение более чем в 2 раза выше, по сравнению со сплавом без никеля.

Увеличение содержания Ni до 3% приводит к дальнейшему снижению напряжения течения и увеличению значений относительного удлинения. При 4%Ni, вследствие появления в структуре грубых неравноосных частиц, относительное удлинение понижается. Таким образом, 3% Ni обеспечивает наилучшие свойства, но при 2%Ni, и даже при 1%Ni показатели сверхпластичности находятся на высоком уровне.

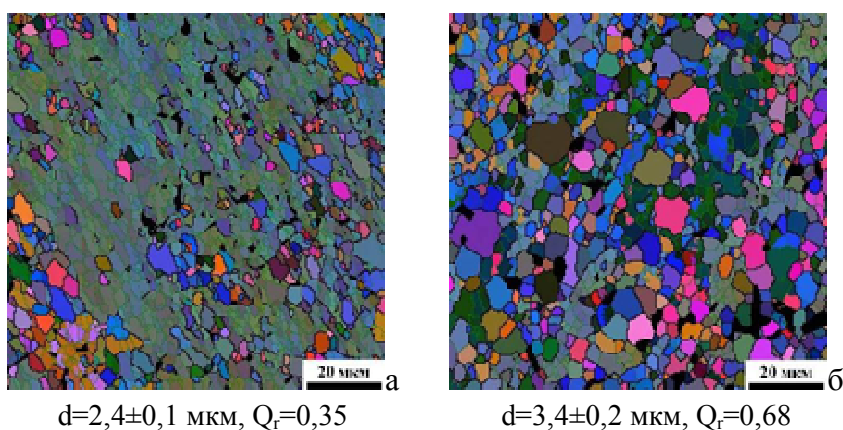


Рис.12. Микроструктура сплава Al-4%Zn-4%Mg-0,8%Cu-3%Ni-0,3%Zr: EBSD-карты после 20 минут отжига при 440 °C (а) и 480 °C (б). Под рисунком указаны объемная доля рекристаллизованных зерен Q_r и размер зерна d

Как видно из рис. 11, сплав Al-4%Zn-4%Mg-0,8%Cu-3%Ni-0,3%Zr показывает наибольшее удлинение в 800% при температуре 440 °C в интервале постоянных скоростей деформации $1 \cdot 10^{-2} - 4 \cdot 10^{-2}$ с⁻¹. Кроме того, при скорости $1 \cdot 10^{-1}$ с⁻¹ относительное

удлинение составило 450 %. При повышении и понижении температуры относительно 440 °C максимум удлинения смещается в область меньших скоростей деформации

(Рис. 11). При температуре 440 °С по данным EBSD анализа (рис. 12 а) по сравнению с температурой 480 °С (рис. 12 б) перед началом СПД меньше доля рекристаллизованного объема и средний размер зерна. В процессе сверхпластической деформации растет доля рекристаллизованного объема за счет преобразования малоугловых границ в высокоугловые, а величина зерна сохраняется на уровне 2 мкм (табл. 1). Следует отметить, что температура 440°С составляет 0,9Т_{пл}, что достаточно низко для оптимальной температуры большинства алюминиевых сплавов.

Таблица 1. Объемная доля рекристаллизованных зерен (Q_r) и размер зерна (d) в процессе СПД при температуре 440°С листов сплава Al-4Zn-4Mg-1Cu-3Ni-0,3Zr

Параметр	Перед СПД ¹	50%	100%	200%	400%
Q_r	0,35	0,40	0,82	0,88	0,92
d , мкм	2,4±0,1	2,4±0,2	1,9±0,1	2,2±0,2	2,0±0,1

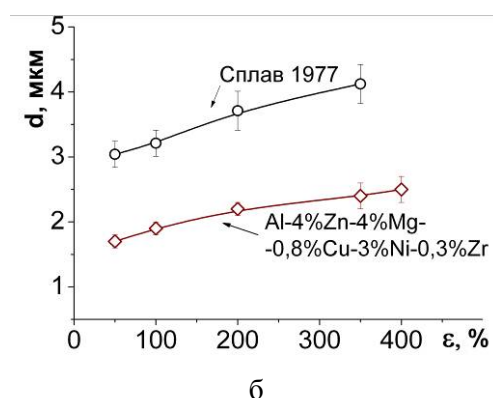
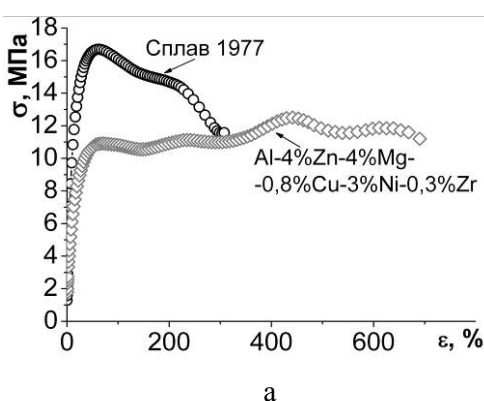


Рис. 13. Кривые растяжения сплавов 1977 и Al-4%Zn-4%Mg-1%Cu-3%Ni-0,3%Zr и зависимость размера зерна от степени СПД при $T=440\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $\dot{\epsilon}=1\cdot 10^{-2}\text{ c}^{-1}$

Для сравнения исследовали сверхпластичность промышленного высокопрочного алюминиевого сплава 1977², с близким к разработанному сплаву содержанием Zn, Mg, Cu и Zr, но отличающегося содержанием 0,2%Sc и отсутствием Ni. Этот сплав проявляет признаки сверхпластичности в интервале температур 390-450 °С. Разработанный сплав по сравнению со сплавом 1977 при одинаковой температуре и скорости деформации имеет меньшее напряжение течения и в 2 раза большее относительное удлинение (рис. 13 а). Это объясняется более мелким и более стабильным зерном в процессе СПД у сплава с никелем (рис. 13 б).

¹ Отжиг в течение 20 мин. при температуре СПД

² Листы сплава 1977 предоставлены проф. В.В.Захаровым

Глава 5. Разработка технологических параметров получения листов нового высокопрочного сплава системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr с оптимальными показателями сверхпластичности

Исследовали сплав состава Al-4%Zn-4%Mg-0,8%Cu-3%Ni-0,3%Zr, который имел наилучшие показатели сверхпластичности (см. главу 4). Для получения слитков вместо алюминия марки А99 использовали алюминий марки А85.

При литье указанного сплава в медную водоохлаждаемую изложницу (метод А, размер слитка $100 \times 40 \times 20 \text{ мм}^3$) скорость охлаждения при кристаллизации составила 15 К/с, при использовании полунепрерывного литья (метод Б, размер слитка $250 \times 120 \times 30 \text{ мм}^3$) скорость охлаждения 3 К/с. Первичных кристаллов алюминида циркония в слитках отлитых обоими методами не наблюдали, а листы, полученные из этих слитков, при нагреве до температуры сверхпластической деформации имели частично рекристаллизованную структуру. Следовательно, скорости охлаждения 3 К/с достаточно для получения пересыщенного твердого раствора Zr в Al. В листах из слитков полунепрерывного литья средний размер зерна после отжига при $0,97T_{пл}$ выше (табл. 2) на ~1 мкм. Уменьшение скорости охлаждения при литье приводит к снижению относительного удлинения листов сплава до 430 - 500% при испытаниях с постоянными скоростями деформации $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и $1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, напряжение течения при этом практически не меняется. Некоторое снижение показателей сверхпластичности можно объяснить большим средним размером частиц, т.е. число крупных частиц, инициирующих зарождение новых зерен при рекристаллизации, снижается.

Таблица 2. Показатели сверхпластической деформации и параметры микроструктуры сплава в зависимости от скорости охлаждения при кристаллизации

Метод литья	Скорость охлаждения, К/с	Размер частиц фазы Al_3Ni , мкм	Размер зерна ($0,97T_{пл}$), мкм	$5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$; $T = 460 \text{ }^\circ\text{C}$		$1 \cdot 10^{-2} \text{ с}^{-1}$; $T=440 \text{ }^\circ\text{C}$	
				δ , %	σ , МПа	δ , %	σ , МПа
А	15	$2,0 \pm 0,2$	$3,6 \pm 0,3$	750	7,8	650	12,9
Б	3	$3,0 \pm 0,2$	$4,5 \pm 0,3$	500	7,4	430	14,4

Влияние степени обжатия при холодной прокатке на структуру и показатели сверхпластичности представлено на рис. 14. Видно, что относительное удлинение (рис. 14 а), напряжение течения (рис. 14 б) и размер зерна после 100% сверхпластической деформации (Рис. 14 в) слабо зависят от обжатия при холодной прокатке.

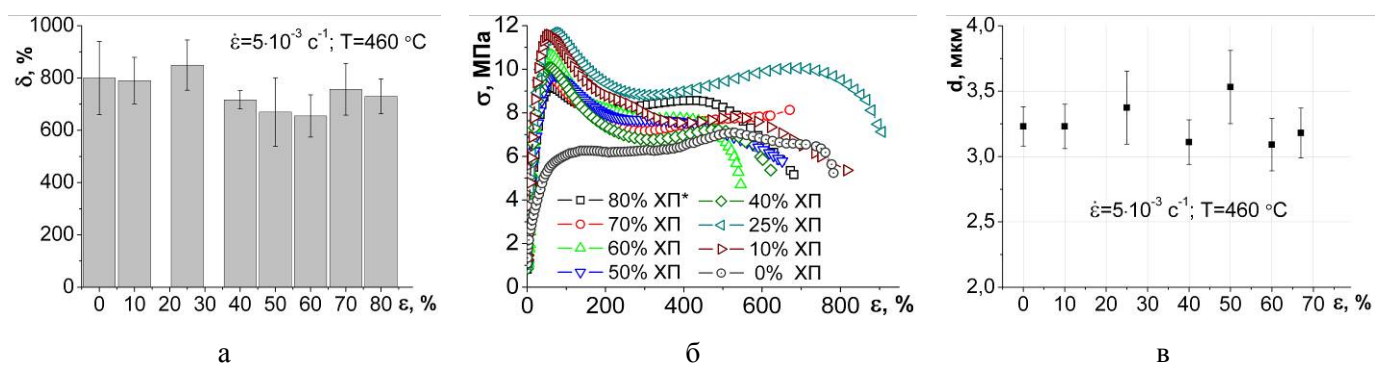


Рисунок 14. Зависимость относительного удлинения (а) и среднего размера зерна сплава 4Мн после 100% СПД (б) от степени деформации при холодной прокатке и кривые растяжения исследованных образцов ($T=460 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon}=5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$).

Так как, степень обжатия при холодной прокатке слабо влияет на показатели сверхпластичности разработанного сплава, для упрощения режима получения сверхпластичного листа логично либо уменьшение степени холодной прокатки, либо получение листов большей толщины при помощи только горячей деформации. Последнее также перспективно для получения массивных полуфабрикатов, применяющихся в объемной штамповке.

После упрочняющей термической обработки по выбранным режимам листов сплава без сверхпластической деформации значения предела текучести составили 520-570 МПа, предела прочности 570-610 МПа. После 100% или 200% СПД значения предела текучести и предела прочности снижаются на $\sim 100 \text{ МПа}$, что является следствием формирования в сплаве во время СПД полностью рекристаллизованной структуры.

На листах разработанного сплава была опробована сверхпластическая формовка деталей сложной формы, получение которых иными способами трудоемкий процесс (рис. 15).

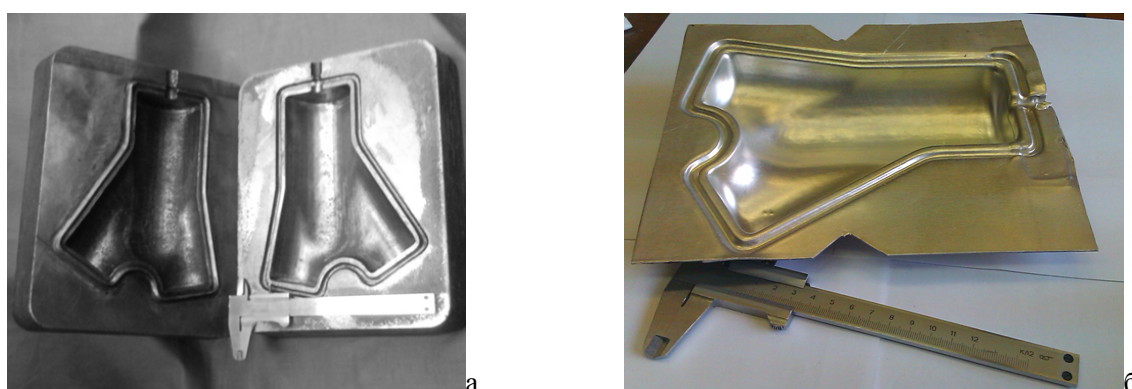


Рис. 15. Внешний вид полуформ (а) и детали после сверхпластической формовки (б).

Выводы

1. Выявлены закономерности влияния легированности твердого раствора, объемной доли частиц эвтектических фаз на субструктуру, зеренную структуру и показатели сверхпластичности алюминиевых сплавов систем Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr и Al-Cu-Mg-Ni-Fe-Mn-Zr.

2. Для сплавов на основе систем Al-Zn-Mg-Cu и Al-Cu-Mg, дополнительно легированных дисперсоидообразующими (Zr, Mn) и эвтектикообразующими (Ni, Fe) элементами установлено, что для формирования микроструктуры и получения сверхпластичного состояния кроме наличия гетерогенной структуры с бимодальным распределением частиц вторых фаз необходимо приближающееся к пределу растворимости содержание в твердом растворе Cu, Mg и Zn.

3. Установлено, что в сплавах системы Al-Cu-Mg-Ni-Fe-Mn-Zr, содержащих крупные, размерами $1,6 \pm 0,1$ мкм, частицы фаз Al_9FeNi и Al_7Cu_2Fe эвтектического происхождения, после горячей прокатки присутствуют выделения S-фазы (Al_2CuMg), поэтому в холоднокатаном состоянии формируется грубая субзеренная структура, а при нагреве до температуры сверхпластической деформации образуются крупные неравноосные зерна размерами 12-35 мкм и не проявляется сверхпластичность. Увеличение легированности твердого раствора из-за растворения S-фазы (Al_2CuMg) при отжиге формирует мелкочаистую структуру (размер ячеек 0,5-1 мкм) с повышенной плотностью дислокаций в холоднокатаном состоянии, которая при нагреве до температуры сверхпластической деформации обеспечивает равноосное мелкое зерно размерами 5-9 мкм и повышенные показатели сверхпластичности. Технология получения сверхпластичного листа сплава, включающая регламентированный отжиг перед холодной прокаткой защищена Ноу-Хау №19-013-2011 от 07.04.2011.

4. Выявлено, что в сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr при отсутствии легирующих элементов (Zn, Mg, Cu) в твердом растворе и наличии крупных эвтектических Al_3Ni и дисперсных частиц Al_3Zr , затруднена рекристаллизация как во время нагрева, так и во время сверхпластической деформации, т.е. не формируется мелкозернистая структура и, как следствие, отсутствует сверхпластичность. Увеличение содержания указанных легирующих элементов в алюминиевом твердом растворе до их предела растворимости в сплавах с бимодальным распределением частиц - крупных эвтектических и дисперсоидов, обеспечивает существенное улучшение показателей сверхпластичности благодаря формированию стабильной при температуре деформации ультрамелкозернистой структуры.

5. Установлено, что в сплаве Al-4%Zn-4%Mg-0,8Cu-0,3%Zr, легированном никелем, для формирования мелкозернистой структуры и обеспечения высоких показателей сверхпластичности достаточно 0,02 объемной доли частиц фазы Al_3Ni средним размером $1,6 \pm 0,1$ мкм, а при увеличении их объемной доли до 0,05 сплав проявляет высокоскоростную сверхпластичность с удлинением 450% при постоянной скорости деформации $1 \cdot 10^{-1} \text{ с}^{-1}$.

6. В сплавах системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr показана возможность получения сверхпластичного состояния при использовании традиционных для промышленности технологических операций – отжига и горячей прокатки без применения холодной прокатки, что позволяет реализовать изготовление сверхпластичных полуфабрикатов повышенной толщины или полуфабрикатов для объемной штамповки.

7. Разработан высокопрочный сплав на основе системы Al-Zn-Mg-Cu-Ni-Zr (патент РФ № 2491365), который после литья со скоростью охлаждения 3-15 К/с, горячей и холодной прокатки обладает сверхпластичностью в интервале скоростей $10^{-3} - 10^{-1} \text{ с}^{-1}$ и температур 400 – 480 °С и после упрочняющей термической обработки, включающей закалку и старение имеет предел текучести 520 - 590 МПа, предел прочности 570 - 610 МПа и удлинение 2-3%.

Основное содержание диссертации изложено в следующих публикациях:

1. Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К., Сагалова Т.Б. Получение микрозернистой структуры и сверхпластичного состояния в сплавах системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni. МиТОМ, 2012, №7, 19-23.

2. Михайловская А.В., Синагейкина Ю.В., Котов А.Д., Портной В.К. Алюминиевые сплавы повышенной прочности для сверхпластической формовки. МиТОМ, №7, 2012, 23-27.

3. Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К. Сверхпластичность сплава Al-11%Zn-3%Mg-0,8%Cu-0,3%Zr с добавками Fe и Ni. МиТОМ, №7, 2013, 22-25.

4. Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К. Влияние добавок марганца и циркония на структуру и сверхпластичность сплавов типа АК4-1. Письма о материалах, т.3, 2013, 118-121.

5. Kotov A.D., Mikhaylovskaya A.V., Golovin I.S., Portnoy V.K.. Fine-grained structure and superplasticity of Al-Cu-Mg-Fe-Ni alloys. Materials Science Forum, V.735, 2013, pp. 55-60.

6. Патент РФ № 2491365. Сверхпластичный сплав на основе алюминия. Портной В.К., Михайловская А.В., Чурюмов А.Ю., Синагейкина Ю.В., Котов А.Д. Заявка №2011133287/02 от 09.08.2011.

Тезисы докладов конференции:

7. Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К. Получение микрозеренной структуры и сверхпластичного состояния в сплавах типа АК4-1. Сборник трудов Всероссийской молодежной школы-конференции «Современные проблемы металловедения», Пицунда, Абхазия, 2011, с.29-34.

8. Котов А.Д., Михайловская А.В., Непорожнев В.С., Портной В.К. Влияние добавок переходных металлов на структуру и показатели сверхпластичности сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu. Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы: тезисы докладов Открытой школы-конференции стран СНГ, Уфа, 2012, с. 134.

9. Непорожнев В.С., Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К. Исследование влияния фазового и химического состава сплавов системы Al-Zn-Mg-Cu с добавками переходных металлов на показатели сверхпластичности. Тезисы докладов научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур. ПРОСТ-2012», Москва, 2012, с. 41.

10. Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К. Получение микрозеренной структуры и исследование сверхпластичности системы Al-Fe-Mn. Тезисы докладов международной научной школы для молодежи «Материаловедение и металлофизика легких сплавов», Екатеринбург, 2010, с.128-132.

11. Anton Kotov, Anastasia Mikhaylovskaya, Vladimir K. Portnoy. FINE-GRAINED STRUCTURE AND SUPERPLASTICITY OF Al-Cu-Mg-Fe-Ni ALLOYS. 11th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials. Albi – France July 3 – 5, 2012, Book of Abstracts, p.87.

12. Струля Б.И., Котов А.Д. Высокопрочный алюминиевый сплав с высокими показателями сверхпластичности. Материалы Международного молодежного научного форума «Ломоносов-2013», Секция «Фундаментальное материаловедение и наноматериалы», 2013, с.164.