

РОССИЙСКАЯ АКАДЕМИЯ НАУК

**Институт металлургии
и материаловедения
им. А.А. Байкова РАН**

80 лет

Москва

ИМЕТ РАН

2018 г.

УДК 669.1; 546.1; 546.3

Институт металлургии материаловедения им. А.А. Байкова РАН – 80 лет.
Сборник научных трудов.
М.: Интерконтакт Наука, 2018, 644 с.

ISBN 978-5-902063-58-2

Сборник подготовлен в связи с 80-летием создания Института Металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук. В статьях содержатся материалы по основным направлениям научной деятельности в области металлургии черных, цветных и редкоземельных металлов, материаловедения металлических, керамических, нанокристаллических, композиционных материалов, развития методов исследования состава, структуры и свойств материалов.

Материалы сборника могут представлять интерес для ученых и сотрудников научно-исследовательских и учебных институтов и университетов, промышленных предприятий, работающих в области металлургии черных, цветных и редких металлов, материаловедения неорганических материалов и методов исследования.

Редакционная коллегия

Академик К.А. Солнцев (ответственный редактор), академик О.А. Банных (зам. Ответственного редактора), академик В.М. Бузник, академик В.М. Иевлев, академик Ю.В. Цветков, чл.-корр. РАН М.И. Алымов, чл.-корр. РАН С.М. Баринов, чл.-корр. РАН Г.С. Бурханов, чл.-корр. РАН Григорович К.В., чл.-корр. РАН А.Г. Колмаков, чл.-корр. РАН В.С. Комлев, д.ф.-м.н. С.В. Симаков, к.т.н. О.Н. Фомина (ответственный секретарь)

ISBN 978-5-902063-58-2

© ИМЕТ РАН, 2018

Влияние недендритной структуры слитков алюминиевого сплава 1973 на процесс штамповки в твердо – жидком состоянии *

С.Г. Бочвар

ИМЕТ РАН

sgbochvar@yandex.ru.

DOI: 10.30791/978-5-902063-58-2-424-436

Введение

Технология деформации алюминиевых сплавов в твердо-жидком состоянии основана на способности материала со сфероидизированной или недендритной (субдендритной) структурой деформироваться в интервале температур между солидусом и ликвидусом с большой подвижностью. Такое поведение материала, при котором глобулярные зерна легко перемещаются в жидком металле, поворачиваясь друг относительно друга, позволяя материалу заполнять пресс-форму при относительно малых усилиях, соответствует «квазижидкому» (тиксотропному) состоянию. Можно считать, что по своим результатам деформация заготовки в тиксотропном состоянии близка к сверхпластичности. Идея этой технологии была предложена М. Флемингом (США) во второй половине XX века [1].

Преимуществом такой деформации являются: снижение усилий деформации, повышение коэффициента использования материала и производительности процессов изготовления изделий сложной формы. Для данного способа деформации предъявляются следующие требования к структуре материала и к условиям деформации [2]:

- зерна должны иметь глобулярную, недендритную или сфероидизированную форму;
- скорость деформации должна быть достаточно высокой;
- нагрев материала должен проводиться интенсивно, равномерно и с минимальными потерями тепла с тем, чтобы его структура не сильно укрупнялась.

Формирование глобулярной структуры в слитках обычно происходит в два этапа. На первом этапе за счет перемешивания расплава в кристаллизаторе (чаще всего с использованием электромагнитного поля) получают мелкую дендритную структуру [3, 4]. На втором – при нагреве в твердо-жидком состоянии дендритные ветви постепенно растворяются и

появляются сфероидизированные зерна. При этом могут проходить нежелательные для последующей тиксоформовки процессы, когда межграницная жидкость проникает в частицы твердой фазы, а зерно существенно укрупняется [5].

В работе [6] формирование недендритной структуры было предложено проводить за счет применения новой схемы – двунаправленного электро-магнитного перемешивания при литье. А в работе [7] формирование предельно измельченной недендритной структуры в слитках алюминиевых сплавов обеспечивалось непосредственно при литье применением ультразвуковой обработки (УЗО) жидкой ванны слитка.

Чаще всего для твердо-жидкой деформации (ТЖД) используют доэвтектические сплавы системы Al-Si-Mg типа литейного сплава АЛ9 (А356 и А357 по стандартам США) или Al-Si-Cu (А319 по стандартам США) [8-10]. В работе [11] было изучено влияние УЗО на процесс получения литых заготовок из сплава типа АЛ9-1 с недендритной структурой, проведено численное моделирование процесса штамповки в условиях, близких к условиям ТЖД и установлены оптимальные температурно-скоростные параметры процесса, позволяющие получить фасонную штамповку с недендритной структурой.

Большой интерес представляет применение этого процесса для конструкционных алюминиевых сплавов разных систем, в том числе для малопластичных высокопрочных сплавов системы Al – Zn – Mg – Cu – Zr типа 1973, 1960 и др. (7050, 7055 по стандартам США). Изготовление из этих сплавов тонкостенных и сложных по конструкции штамповок, предназначенных, в том числе, для применения в конструкциях специального назначения для атомной промышленности, затруднительно.

Целью настоящей работы являлось изучение влияния недендритной структуры в слитках сплава типа 1973 на формирование структуры и на свойства штамповок при ТЖД в интервале кристаллизации.

Литье слитков сплава типа 1973 с недендритной структурой

Для исследования были отлиты слитки диаметром 178 мм из сплава типа 1973 следующего состава: 5,7 %Zn, 2,15 %Mg, 2,0 %Cu, 0,12 %Zr, 0,18 %Fe, 0,25 %Si, 0,01 %Ti, ост. Al. Схема литья представлена на рис. 1

Литье проводили при температуре 720-740 °С, как с УЗО потока расплава и введением модифицирующего прутка (комплексное внепечное модифицирование) состава Al – 5 % Ti – 1 % В под ультразвуковой инструмент в зону кавитации для его ускоренного растворения и активации

зародышевых центров из расчета добавления в сплав 0,01 %Ti, так и без модифицирования. УЗО потока расплава осуществляли на частоте колебаний 17,9 кГц, при мощности 4 кВт и амплитуде смещения излучателя 16 мкм. Температуры контролировались тарированными хромель-алюмелевыми термопарами с измеряющим цифровым прибором Ф-266 с погрешностью $\pm 2,7$ °С.

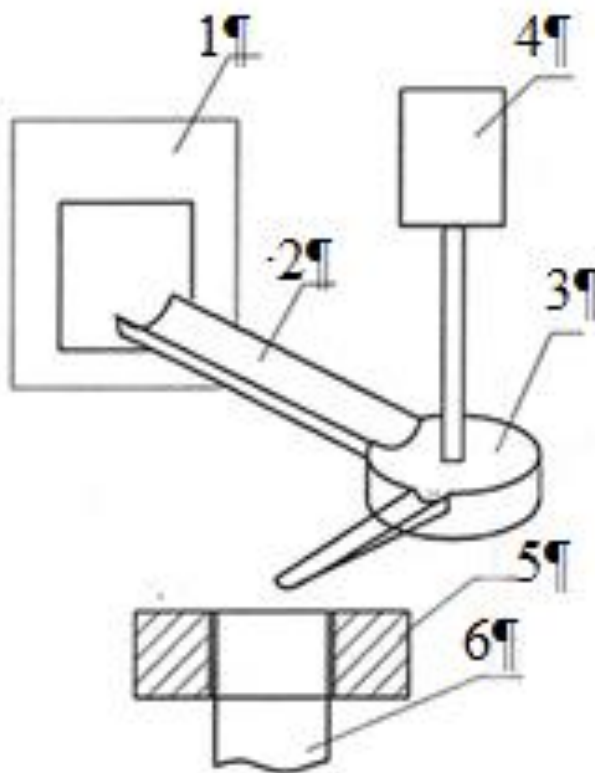


Рис.1. Схема литья слитков сплава типа 1973 с УЗО потока расплава: 1 – печь; 2 – желоб; 3 – промежуточная емкость; 4 – ультразвуковой инструмент; 5 – кристаллизатор; 6 – слиток

Исследования зеренной структуры проводили на микроскопе Neophot-2 после электрополирования в электролите, содержащем 40 мл ортофосфорной кислоты, 100 мл серной кислоты, 50 г хромового ангидрида и 25 мл воды, при плотности тока 1,0–1,5 А/см² и температуре 70–90 °С и последующего анодного оксидирования в электролите, состоящем из 25 мл плавиковой кислоты и 12,5 г борной кислоты, при этом на 98 г воды

приходилось 2 мл раствора. Размер зерна ($D_{\text{зер}}$) определяли методом секущих в предположении, что зерна имеют сферическую форму, исходя из средней длины хорды ($X_{\text{ср}}$) по формуле $D_{\text{зер}} = 4/\pi \cdot X_{\text{ср}}$. Доверительный интервал изменения структурных характеристик определяли с вероятностью 95 %.

В таблице 1 приведены размеры литого зерна и дендритного параметра слитков сплава 1973 в зависимости от условий литья. На рис. 2 приведена типовая микроструктура слитков.

Таблица 1

Размеры зерна и дендритного параметра в литых заготовках сплава 1973

№№	Условия литья	Тип структуры	Размер зерна, мкм	Размер дендритного параметра, мкм
1	без модифицирования	дендритная	> 1000	50-70
2	модифицирование прутком	дендритная	400	50-70
3	комплексное внепечное модифицирование	недендритная	50*	-

Влияние изотермических выдержек в твердожидкой области на размер зерна

Как было сказано выше, для ТЖД требуются заготовки с зеренной структурой, имеющие сфероидизированную или глобулярную, недендритную форму (тиксотропное состояние). Тогда при нагреве заготовок под деформацию в интервале кристаллизации происходит их оплавление, в том числе по границам зерен, что может привести к снижению усилий деформации, но также и к изменению зеренной структуры. Поэтому, следовало определить температуры возникновения тиксотропии для исследуемого сплава, а также характер изменения размеров зерна в интервале кристаллизации при этих температурах для слитков с дендритной и недендритной структурой.

Были определены температуры ликвидуса и солидуса для сплава 1973, которые составили 630 и 510 °С соответственно. Было определено, что количество жидкой фазы при температурах 560, 580, 600, 610 и 620 °С составляют 8, 18, 26, 35 и 45% соответственно. Соотношение жидкой и твердой фазы определяли по кривым охлаждения и нагрева, в соответствии с изменением темпа кристаллизации. Температуры деформации выбирали таким образом, чтобы количество жидкой фазы в образце не превышало 50 %, чтобы в процессе нагрева и выдержки заготовка не меняла форму (не

оплавлялась) и легко резалась ножом. После достижения необходимой температуры образец выдерживали в течении $30 \div 40$ с, визуально оценивали состояние поверхности, а путем резки ножом – степень тиксотропности, т. к. в состоянии тиксотропности материал обладает вязкостью масла. В результате пробных экспериментов установлено, что тиксотропное состояние образцов наблюдается в интервале температур $600 \div 620$ °С.

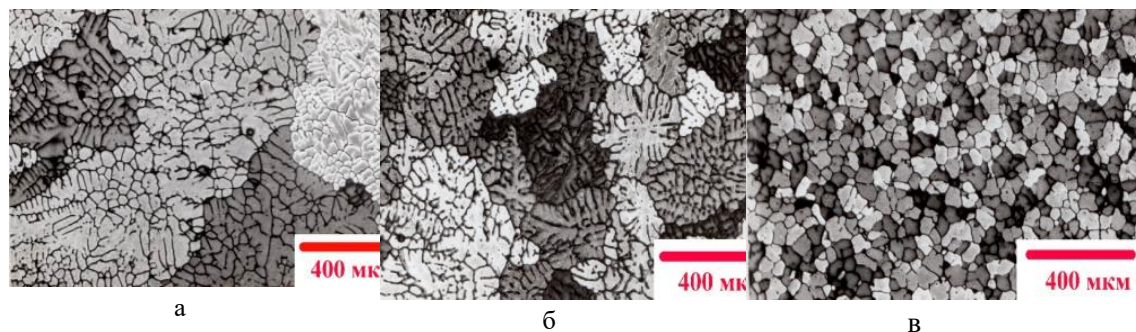


Рис.2. Структура слитков сплава 1973 в зависимости от технологии литья:
 а – без модифицирования; б – модифицирование прутком Al – Ti – В; в – комплексное внепечное модифицирование. Световая микроскопия, поляризованный свет

Изменения размеров зерна при нахождении расплава в интервале кристаллизации были исследованы в работе [12] методом изотермических выдержек на сплавах Al-6 %Cu (исходное дендритное зерно $\sim 350 \div 400$ мкм) и типа 1570 двух составов: 5,62 %Mg, 0,45 %Mn, 0,22 % Sc, 0,05 % Zr, 0,08 % Fe, 0,06 % Si, 0,05 %Ti ост. Al (исходное дендритное зерно $\sim 190 \div 200$ мкм) и 6,1 %Mg, 0,3 %Mn, 0,29 % Sc, 0,15 % Zr, 0,42 %Ni, 0,46 % Fe, 0,05 % Si, 0,03 %Ti ост. Al (исходное недендритное зерно ~ 20 мкм).

Суть методики состояла в следующем: образец исследуемого сплава расплавляли в печи, переносили в термостат, предварительно охладив его со скоростью около 10^2 К/с, до заданных температур двухфазной области. После выдержки в термостате от 1 до 200 минут образец закачивали в воду со скоростью 10^3 К/с. Температуры и скорости охлаждения измеряли бронированными термопарами с записью на шлейфовом осциллографе. Точность измерения температур составляла ± 5 °С.

Предварительно были определены температуры ликвидуса и солидуса сплавов. Они составили для сплава с медью 640 и 547 °С и 630 °С (температура начала кристаллизации твердого раствора) и 565 °С для сплава 1570. Температуры ступеней выбирали из расчета, чтобы количество жидкой фазы не превышало 50%. Так, количество жидкой фазы для сплава с медью

составило при температурах 620, 600 и 580 °С соответственно 50, 20 и 2%, а для сплава 1570 при 610, 590 и 570 °С соответственно 50, 17 и 2%.

Таблица 2

Зависимость величины зерна от количества жидкой фазы и времени изотермической выдержки

Количество жидкой фазы, %	выдержки								
	50			20 (17 – для сплава 1570)			2		
Время, мин	1	20	200	1	20	200	1	20	200
Al-6 %Cu	380	390	330	390	380	360	340	320	350
Размер зерна, мкм	1570 дендритное зерно								
	150	150	165	140	135	145	-	-	-
	1570 недендритное зерно								
	35	50	100	30	45	75	30	40	55

Результаты исследований представлены в табл. 2. Было определено, что увеличения размеров дендритного зерна в процессе выдержки до 200 минут для обоих сплавов не происходит, вне зависимости от их первоначального размера. Выявленный некоторый разброс в значениях связан с исходной неоднородностью зеренной структуры образца.

Недендритное зерно в сплаве 1570 в процессе изотермических выдержек растет, но не достигает значений для этого сплава с дендритным зерном. Такой рост при выдержках до 200 минут тем больше, чем выше температура этой выдержки. Это связано с большим количеством жидкости и, соответственно, с большими возможностями диффузионных процессов.

Моделирование процесса штамповки сплавов типа 1973**

Для моделирования процесса получения штамповок из сплава 1973 в интервале кристаллизации в условиях тиксотропного состояния (доля жидкой фазы ограничена от 18 до 45%) была выбрана модель вязко-пластического поведения [13]. Испытания проводили на образцах 10 x 13 мм на прессе EU-100 со скоростью деформации $\sim 0,1 \text{ с}^{-1}$ в диапазоне температур 420 ÷ 610 °С. Чтобы получить достаточно надежные результаты для определения сопротивления деформации была использована методика экстраполяции, предложенная Хойсенем [14]. Сущность этой методики заключается в том, что в области твердого деформирования проводятся параллельные испытания на осадку и внедрения индентора. По результатам испытаний рассчитывается коэффициент подобия, как отношение соответствующих напряжений. Затем в области твердо – жидкой деформации проводят только испытания на внедрения индентора и проводят экстраполяцию данных для осадки путем

перерасчета соответствующих значений сопротивления деформации. Таким образом, были определены зависимости сопротивления деформации от температуры, скорости деформации и степени накопленной деформации. Полученные результаты представлены в таблице 3.

Видно, что сопротивление деформации, главным образом, зависит от температуры, тогда как влияние скорости деформации и накопленной деформации на сопротивление деформации незначительно.

На основании полученных зависимостей, а также теплофизических констант исследуемого материала проводили численное моделирование по программе QForm в рамках вязко – пластической модели методом конечных элементов.

Таблица 3.

Зависимость сопротивления деформации (σ) от степени накопленной деформации (ϵ), температуры (Т) и скорости деформации (V)

ϵ , с ⁻¹	0,05 ÷ 1,2								
	Т, °С	420			580			610	
V, мм/с	0 ⁻¹ 0 ⁰ 0 ¹ 0 ⁻¹ 0 ⁰ 0 ¹ 0 ⁻¹ 0 ⁰ 0 ¹								
	σ , МПа	05	10	25	4,0	4,2	4,5	,0	,2

Расчетная температура заготовки под штамповку была выбрана равной 610 °С, что соответствует 35% жидкой фазы, температура штампа – 400 °С, скорость перемещения штампа - 30 мм/с. Поперечное сечение штамповки показано на рис. 3.

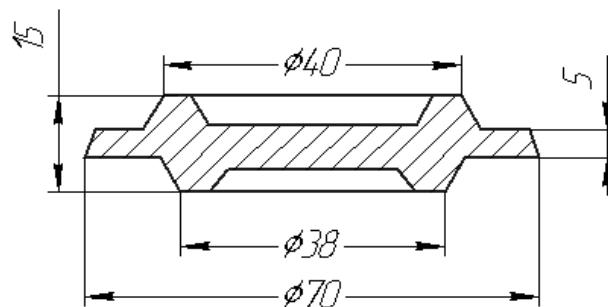


Рис.3. Поперечное сечение штамповки

Полученные результаты по распределению температуры, накопленной деформации и средних напряжений при штамповке представлены на рис. 4. Распределение температуры по сечению штамповки (рис. 4 а) достаточно равномерно, максимальное значение составляет 580 °С, а минимальное – 573,5 °С, что в среднем соответствует ~18% жидкой фазы. Распределение накопленной деформации неравномерно по сечению штамповки (рис. 4 б), в верхней части штамповки образовалась складка с максимальным значением накопленной деформации 3,8. Средние напряжения по сечению штамповки (рис. 4 в) – сжимающие во всем объеме изделия и изменяются от -110 МПа в центральной части до -50 МПа на периферии.

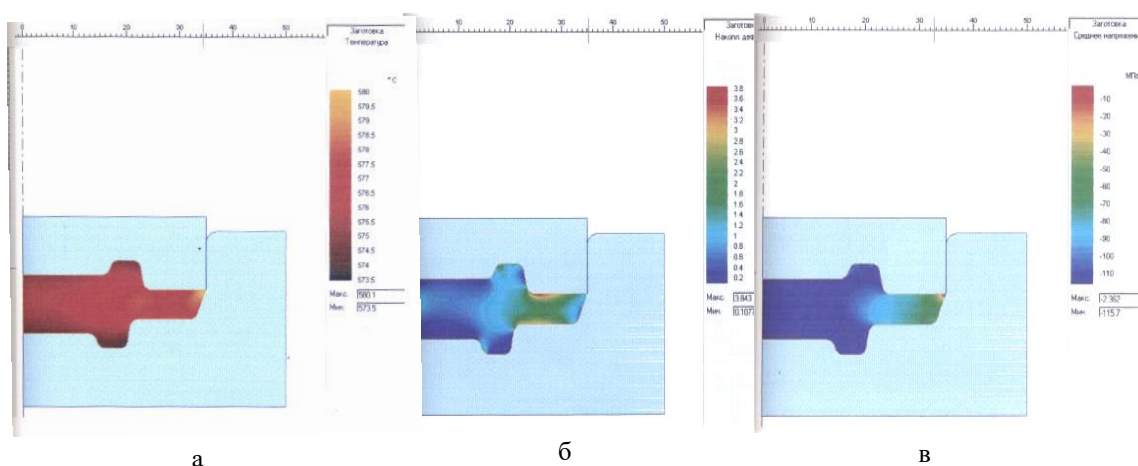


Рис.4. Распределение параметров деформирования при штамповке: а – температура; б – накопленная деформация; в – среднее напряжение

Из полученных расчетных данных следует, что штамповку высокопрочного сплава типа 1973 с недендритной структурой в твердо – жидком состоянии следует производить в диапазоне температур, соответствующих 18 – 35 % доли жидкой фазы, при скоростях не ниже 1 с^{-1} и при разнице температур в различных точках заготовки не более $8 \div 10 \text{ } ^\circ\text{C}$.

ТЖД образцов слитков сплава 1973 с различным размером зерна

ТЖД проводили при температурах 610, 600, 590 и 560 °С на образцах, вырезанный из слитков сплава 1973 №1, 2 и 3, с дендритной и недендритной структурой. Штамп и пресс-шайбы нагревали до температуры 350 °С, средняя скорость деформации находилась в пределах $0,1 \text{ с}^{-1}$, время деформации – 1 с.

В таблице 4 и на рис. 5 представлены результаты исследования деформации в твердо – жидком состоянии при температуре 590 °С литых заготовок сплава 1973 с дендритной (№1, 2) и недендритной (№3) структурой при скоростях деформации от 0,2 до 0,8 мм/с.

Хорошо видно, что усилия деформации в твердо – жидком состоянии заметно уменьшаются в том случае, когда исходная структура является недендритной и, характерно, что при этом усилие практически не зависит от скорости штамповки. Если в случае дендритной структуры усилие деформации в зависимости от исходного размера зерна в среднем составляет от 4000 до 8000 Н, то при переходе на недендритную структуру заготовки усилие деформации снижается до 1800 ÷ 2100 Н.

Температурные условия также заметно влияют на поведение материала при деформации. Если количество жидкой фазы велико, то предотвратить выдавливания ликвата из формы практически невозможно. Кроме того, структура деформированной заготовки при этом очень близка к литой, т.е. отсутствует проработка структуры. При малом количестве жидкой фазы идет деформация недендритных зерен, и структура и свойства штамповки удовлетворительны, но получение требуемой формы изделия может быть затруднено.

Таблица 4

Влияние размера зерна и типа структуры на условия ГЖД слитков сплава 1973 со скоростью 0,2 мм/с

№№ образца	Тип структуры	Размер зерна, мкм	Напряжение начала течения, МПа
1	дендритная	>1000	1,67
2	дендритная	400	1,67
3	недендритная	50	0,72

Анализ структуры показал, что при выдержках в интервале температур 560 ÷ 610 °С (8 - 35 % жидкой фазы) в деформированном материале вне зависимости от типа исходной литой структуры размер дендритного зерна в процессе выдержки не меняется, а величина дендритного параметра возрастает (рис. 6). Наблюдаются отдельные зоны с мелкой недендритной структурой, что, вероятно, можно связать с процессами динамической рекристаллизации.

Величина недендритного зерна при всех температурах деформации в интервале кристаллизации несколько увеличивалась и составляла около 70

мкм (рис. 7). Следует отметить, что структура достаточно равномерная в отличие от штамповок с дендритной структурой. Средняя часть штамповки (рис. 7 а) состоит из слабодеформированных зерен, тогда как в районе «приливов» зерна литые, с четко выявляемой между ними границей в виде тонких прослоек эвтектических составляющих (рис. 7 б).

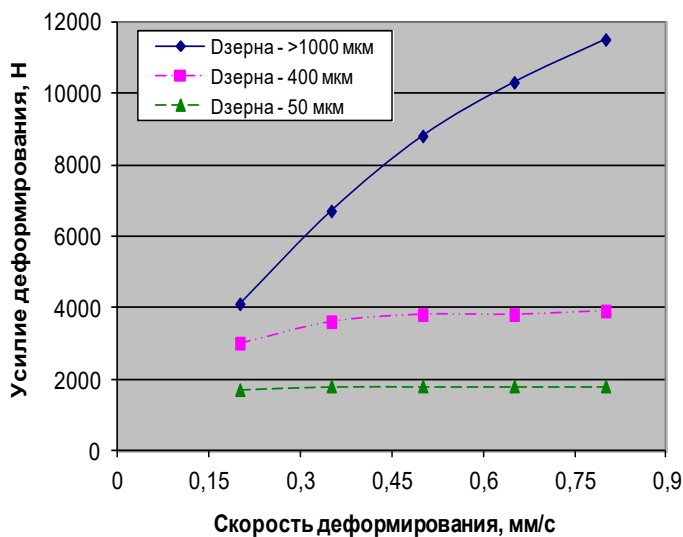


Рис.5. Влияние размера зерна и скорости деформации литых заготовок сплава 1973 на усилие деформации в интервале кристаллизации

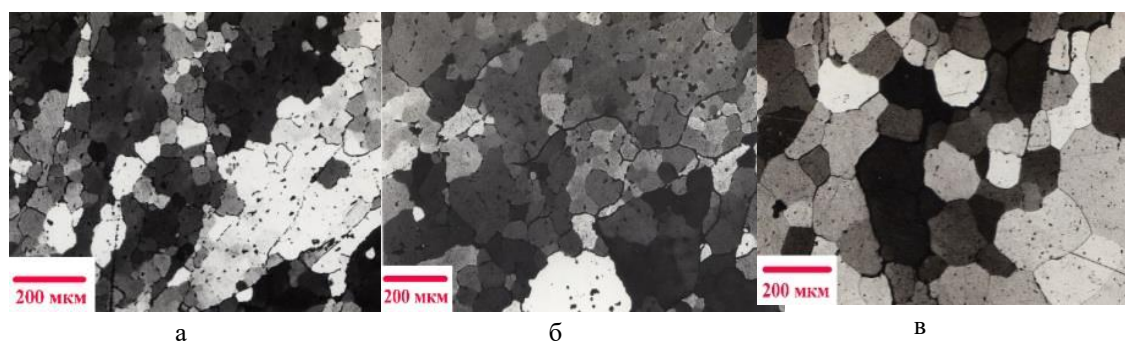


Рис.6. Структура штамповки из сплава 1973 после деформации слитков с величиной дендритного зерна 400 мкм при температурах: а – 560 °С; б – 580 °С; в – 610 °С. Световая микроскопия, поляризованный свет

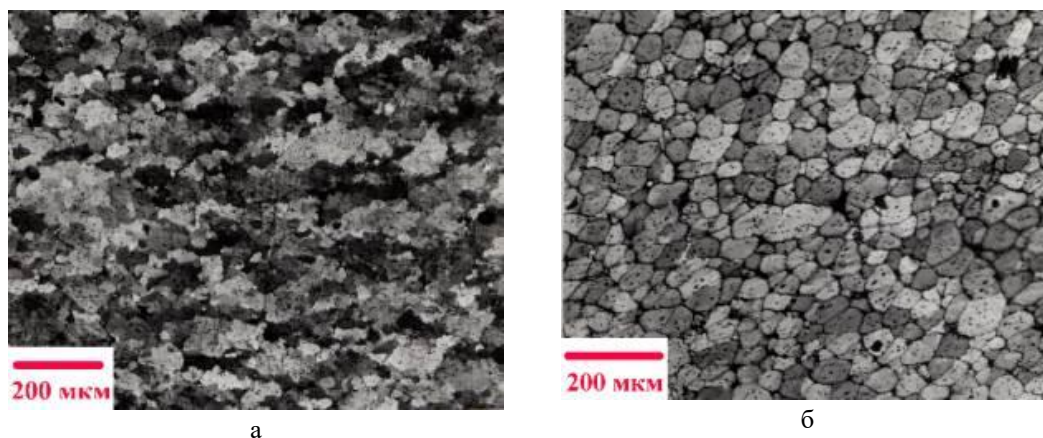


Рис.7. Структура штамповки из сплава 1973 после деформации слитка с недендритным зерном 50 мкм при температуре 610 °С: а – средняя часть штамповки, б – «приливы». Световая микроскопия, поляризованный свет

Механические свойства штамповки, полученной методом ТЖД из слитка с исходным недендритным зерном, в сравнении со свойствами штамповки из слитка с дендритной структурой, после термической обработки (закалка в воду при 460 °С, выдержка 2 ч + старение 140 °С, 16 часов) представлены в табл. 5.

Было определено, что свойства штамповки после ТЖД не уступают аналогичным свойствам штамповки после деформации по стандартным режимам, а деформирование заготовок с недендритной структурой позволяет повысить свойства по сравнению с заготовками с дендритной структурой.

Таблица 5

Влияние типа структуры и условий деформации на механические свойства деформированных слитков сплава 1973

Тип структуры	Условия деформации	Механические свойства	
		Временное сопротивление, МПа	Относительное удлинение, %
дендритная	стандартные	660	7,0
дендритная	ТЖД	650	7,8
недендритная		670	10,9

Заключение

Проведенные исследования показали, что ТЖД литых заготовок из высокопрочного сплава 1973 с предельно измельченной недендритной структуры приводит к снижению силовых затрат на штамповку более, чем в два раза. Установлено, что при температуре ТЖД недендритное зерно

практически не меняется в ходе процесса деформации. Показано, что механические свойства (прочность и пластичность) штамповок из высокопрочного сплава 1973 после ТЖД слитков с недендритной структурой выше, чем свойства аналогичных штамповок, полученных в твердом состоянии. Предложены следующие параметры ТЖД: штамповку производить в диапазоне температур, соответствующих $18 \div 35$ % доли жидкой фазы при скоростях деформации не ниже 1 с^{-1} .

Работа выполнялась по государственному заданию № 007-00129-18-00.

** - Автор выражает благодарность д-ру техн. наук Г.И.Эскину и канд. техн. наук В.В.Белоцерковцу за неоценимую помощь в проведении работы и обсуждение полученных результатов.*

*** - моделирование было проведено канд. физ.-мат. наук В. Н. Серебряным и канд. техн. наук М. В. Моисеевой.*

Литература

1. Flemings M. C. Behavior of metal alloys in semi –solid state // Metal. Trans. A. 1991. V. 22A. P. 957–980.
2. Эскин Г. И., Бочвар С. Г., Белоцерковец В. В. Влияние структуры литой заготовки на процесс штамповки в твердо-жидком состоянии высокопрочных сплавов // Технология легких сплавов. 1998. № 3. С. 23–28.
3. Flemings M. C. Semi – Solid Processing // Proc. 3 Int. Conf. on Semi – Solid Processing of Alloys and Composites. 13–15 June. 1994. Univ. of Tokyo. Japan. P. 3 – 6.
4. Courtois J. A., Koch A. A. Commercialization of Semi-Solid Forming Technology // Proc. 3 Int. Conf. on Semi – Solid Processing of Alloys and Composites. 13–15 June. 1994. Univ. of Tokyo. Japan. P. 32 – 34.
5. Jiang J., Wang Y., Atkinson H.V. Microstructural coarsening of 7005 aluminum alloy semisolid billets with high solid fraction // Materials Characterization. 2014. V. 90. No 4. P. 52-61.
6. Борисов В. Г. Технология производства фасонных изделий из алюминиевых сплавов методом тиксоформовки. Проблемы и решения // Технология легких сплавов. 2016. № 2. С. 71–79.
7. Добаткин В. И., Эскин Г. И., Боровикова С. И. Особенности ультразвукового воздействия на процесс кристаллизации при непрерывном литье // Физика и химия обработки металлов. 1973. Вып. 6. С. 37–41.
8. Thuong N.V., Zuhailawati H., Seman A.A. et. al. Microstructural evolution and wear characteristics of equal channel angular pressing processed semi-solid-cast hypoeutectic aluminum alloys //Materials and Design. 2015. No 67. P. 448–456.
9. Lourençato L. A., Zoqui E. J. Evolution of Microstructure in Semi-Solid of Al-2wt%Si-0.5wt%Mg and Al-4wt%Si-05wt% Alloys during Isothermal Holding // Advanced Materials Research. 2015. V.1082. P.152–166.

10. Alhawaria K.S., Omara M.Z., Ghazalia M.J. et. al. Effect of Thixoforming on the Wear Properties of Al-Si-Cu Aluminum Alloy // Jurnal Teknologi (Sciences & Engineering). 2017. V. 79. No 5-2. P. 83–87
11. Эскин Г. И., Моисеева М. В., Серебряный В. Н. и др. Оптимизация процесса твердо – жидкого деформирования заготовок сплава типа АЛ9-1 с дендритной структурой // Технология легких сплавов. 2003. № 4. С. 3–7.
12. Бочвар С. Г. Закономерности изменения дендритного параметра и величины зерна модельных алюминиевых сплавов в зависимости от времени изотермической выдержки в интервале кристаллизации // Технология легких сплавов. 1992. № 7. С. 15–18.
13. Kumar P., Martin C.L., Brown S. Shear Rate Thickening Flow Behavior of Semisolid Slurries // Metall. Trans. 1993. V. 24A. No 5. P. 1107–1116.
14. Kopp R., Nendenberger D., Wimmer M. et. al. Thixoforming – Basic Experiment and Optimized Tool Design // Proc. 5 Int. Conference on Semi – Solid Processing of Alloys and Composites. 23–29 June. 1998. Colorado School of Mines. USA. P.165–172.