

УДК 621.789

Песин А.М., Пустовойтов Д.О., Пивоварова К.Г.

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В АЛЮМИНИЕВОМ СПЛАВЕ СИСТЕМЫ Al-Cu-Mg ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Аннотация. Исследованы с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) фазовые превращения в образцах промышленного алюминиевого сплава стандартного химического состава Д16, подвергнутых термической обработке (закалке) и асимметричной прокатке, основанной на целенаправленно создаваемой асимметрии за счет рассогласования окружных скоростей валков ($V_1=10$ об/мин и $V_2=1,5$ об/мин). На кривой ДСК нагрева зафиксированы эндотермические и экзотермические пики, ответственные за растворение и выделение метастабильных и стабильных упрочняющих фаз. Установлены значения температур начала, пика и конца фазового перехода. Показано, что процесс распада алюминиевого твердого раствора в сплаве после асимметричной прокатки имеет свои значимые отличия от распада сплава Д16 после термической обработки. Для образца сплава Д16 после асимметричной прокатки на кривой ДСК зафиксировано наличие в температурном интервале 562-580 °С эндотермического пика, предположительно соответствующего растворению высоколегированной медью γ_2 -фазы (Cu_2Al_3), и его отсутствие на кривой ДСК образца после термообработки. Полученные результаты исследования информативны и значимы для объяснения механизма упрочнения алюминиевых сплавов при интенсивной пластической деформации, в частности при асимметричной прокатке.

Ключевые слова: интенсивная пластическая деформация, асимметричная прокатка, алюминиевый сплав, Д16, кривая ДСК, фазовые превращения.

Введение

Алюминиевые сплавы, особенно термически упрочняемые системы Al-Cu-Mg (дуралюмины), относятся к конструкционным материалам, широко используемым в самолетостроении, автомобильной и других отраслях промышленности вследствие их малой плотности и высокой удельной прочности. Наиболее эффективным путем дальнейшего повышения прочности и других эксплуатационных и технологических характеристик алюминиевых сплавов является формирование в их объеме ультрамелкозернистой и/или нанокристаллической структуры на основе применения различных схем интенсивной пластической деформации (ИПД) [1-3].

Отметим, что в последние годы широкое применение приобрели высокоэффективные способы получения ультрамелкозернистых материалов на основе процессов асимметричной прокатки, совмещающих в одной схеме деформирования процессы собственно прокатки (осуществляющиеся в основном за счет трансляционного механизма деформации) и сдвига (за счет реализации ротационного механизма). При такой схеме деформирования происходит включение дополнительного канала размножения дислокаций, что позволяет значительно повысить концентрацию дефектов, которые принимают участие в структурообразовании [4].

В процессе ИПД сплавов аккумуляция внешней энергии системой атомов основы и легирующих элементов вызывает их смещение из равновесных положений (узлов кристаллической решетки). При этом формируются пары: дислоцированные атомы – вакансионные комплексы, являющиеся носителями избыточной энергии и своего рода «стоками» и «транспортом» для перераспределяющихся легирующих атомов.

В результате образуются пересыщенные твердые растворы и неравновесные предвыделения интерметаллидных фаз. Поэтому для достижения высоких прочностных и пластических свойств легированных сплавов необходимо помимо твердорастворного и зернограничного учитывать вклад дисперсионного упрочнения и твердофазные превращения под действием деформации [5].

Изучению связи между структурным состоянием и прочностными свойствами стареющих алюминиевых сплавов посвящено большое количество работ [6-10]. Исследован с помощью методов физико-химического анализа, в частности световой и сканирующей электронной микроскопии и дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), механизм распада пересыщенных твердых растворов и последовательность выделений зон Гинье-Престона (ГП), метастабильных и стабильных фаз, предложены теории предела текучести и деформационного упрочнения дисперсионно-твердеющих сплавов. Однако исследования, посвященные изучению влияния асимметричной прокатки на процессы, протекающие в матрице алюминиевых сплавов, отсутствуют. Опубликованные работы в этой области посвящены в основном эффективности влияния рассогласования окружных скоростей рабочих валков на энергосиловые и геометрические параметры прокатываемых полос и лент из различных металлов и их сплавов, в том числе из сплавов системы Al-Cu-Mg.

Целью настоящей работы явилось исследование фазовых превращений алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg после асимметричной прокатки методом ДСК.

Материалы и методы исследования

Объектом исследования служил промышленный сплав Д16 стандартного химического состава, леги-

рующие элементы (Cu, Mg, Mn) которого обеспечивали повышение прочности по механизму твердорастворного упрочнения (табл. 1).

Таблица 1

Химический состав (легирующие элементы и примеси) сплава Д16 (ГОСТ 4784-2019)

Марка сплава	Массовая доля элементов, %								
	Cu	Mg	Mn	Zn	Fe	Si	Cr	Ti	Al
				Не более					
Д16	3,8-4,9	1,2-1,8	0,30-0,9	0,25	0,5	0,5	0,10	0,15	Остальное

Образцы (20×1000 мм) в виде полос толщиной 6,0 мм (исходное состояние), вырезанные из горячекатаного листа, подвергали термической обработке (закалке) и процессу асимметричной прокатки, основанной на целенаправленно создаваемой асимметрии за счет рассогласования окружных скоростей валков [11].

Закалку выполняли при температуре 495°C с последующим охлаждением в воде. Далее проводили естественное старение при комнатной температуре в течение 5 суток. Асимметричную прокатку образцов с толщины 6 до 0,9 мм проводили в лаборатории механики градиентных наноматериалов им. А.П. Жилиева ФГБОУ ВО «МГТУ им. Г.И. Носова» на опытно-экспериментальном лабораторном стане дуо с индивидуальным приводом рабочих валков при комнатной температуре и окружной скорости валков $V_1=10$ об/мин и $V_2=1,5$ об/мин соответственно. Технические характеристики стана представлены в работе [12].

Экспериментальные исследования выполняли на синхронном термоанализаторе STA 449 F3 Jupiter фирмы «Netzsch» (Германия), работающем в интервале температур 20–1500°C под управлением программного пакета Proteus, с помощью которого производили все необходимые измерения и обработку полученных результатов. Обработка полученных результатов сводилась к выявлению определенных характеристик термического эффекта, в роли которых выступают

температуры начала, окончания и пика эффекта, а также перегибов в области термического эффекта.

Для экспериментов вырезали образцы, имеющие форму дисков диаметром 3 мм и высотой 1 мм, шлифовали их поверхность с помощью наждачной бумаги, обезжиривали ацетоном. Измерения проводили в корундовых тиглях, закрытых крышкой с отверстием. В качестве эталона использовали пустой корундовый тигель. Перед проведением анализа прибор калибровали по температурам плавления эталонов, в качестве которых были использованы чистые металлы. Ошибка измерения температуры не превышала $\pm 0,1^\circ\text{C}$. Термические кривые образцов записывали со скоростью $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ в потоке аргона (газ защитный – $10\text{ см}^3/\text{мин}$, рабочий – $30\text{ см}^3/\text{мин}$) в диапазоне температур 30–750°C.

Результаты исследования и обсуждение

На кривой ДСК (рис. 1) для образца сплава Д16 после термической обработки и естественного старения можно отметить два интервала температур, в которых фиксируются термические эффекты: от 100 до 300°C и от 500 до 700°C. В первом интервале эндотермические эффекты с максимумами пика при 109 и 199°C соответствуют растворению зон ГП, богатых медью и магнием, и метастабильной θ' -фазы, имеющей кристаллическую решетку, отличную от твердого раствора и от стабильной θ -фазы (Al_2Cu). При дальнейшем повышении температуры выше 200°C на кривой ДСК фиксируются процессы, идущие с незначительным выделением теплоты (перегиб при температуре 238°C), соответствующий превращению θ' -фазы в стабильную θ -фазу и формированию S-фазы (Al_2CuMg). Незначительный эндотермический эффект в диапазоне температур 500–517°C соответствует растворению интерметаллидных θ и S-фаз. Эндотермический эффект, наблюдаемый в диапазоне температур 618–657°C, объясняется плавлением α -твердого раствора сплава Д16. Пик этой реакции приходится на 644°C.

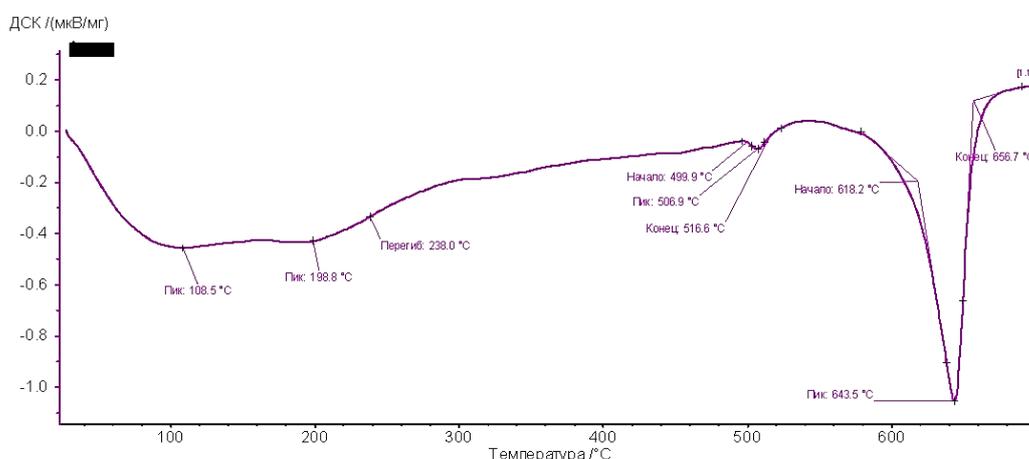


Рис. 1. Кривая ДСК нагрева алюминиевого сплава Д16 после термической обработки и естественного старения

Таким образом, после закалки при температуре 495°C и последующего естественного старения в сплаве Д16 основной структурной составляющей является α -твердый раствор и интерметаллидные фазы $S(Al_2CuMg)$ и $\theta(Al_2Cu)$, что согласуется с результатами исследований, представленными в работе [13].

Необходимо отметить, что в сплавах системы Al-Mg-Cu возможно образование других фаз, влияние которых на механические свойства описывается в литературе [14]. С одной стороны, такие фазы не дают абсолютного вклада в прочность, с другой – они связывают собой элементы, которые могли бы стать частью упрочняющих фаз. Например, T-фаза состава $Al_{12}Mn_2Cu$ повышает температуру рекристаллизации и незначительно механические свойства. Фазы составов $(Mn,Fe)Al_6$ и Al_2Cu_2Fe при образовании приводят к снижению прочности и пластичности, как и прочие железистые соединения. Существуют также фаза Mg_2Si и W-фаза состава $Al_xMg_3Cu_6Si_4$. Эти фазы и им подобные дают некоторое упрочнение, но относительное разупрочнение от обеднения материала растворенными компонентами гораздо больше, поэтому данные фазы считаются вредными и определить их методами термического анализа не представляется возможным из-за их незначительного содержания. Для их определения используют металлографические методы.

На кривой ДСК, снятой на деформированных образцах после асимметричной прокатки (рис. 2), видно, что на термограмме отсутствует пик при 109°C. Это может быть связано с тем, что ИПД, увеличивая плотность несовершенств кристаллической решетки, ускоряет все диффузионные процессы и за время асимметричной прокатки в сплаве полностью протекает стадия выделения зон ГП. Кроме того, четко прослеживается смещение второго пика в сторону более низких температур (186°C).

Очевидно, что более высокая степень деформации делает сплав термодинамически менее стабиль-

ным и увеличивает скорость распада пересыщенного твердого раствора и, как следствие, старение сплава в таких условиях идет более интенсивно. В интервале температур 200–300°C наблюдается очень слабое проявление экзотермического эффекта, связанного с процессом синтеза интерметаллических фаз типа $AlCu$, $AlCu_3$, Al_2Cu , Al_4Cu_9 и др. [15]. Надо отметить, что на кривой ДСК фиксируется еще дополнительный пик в диапазоне температур 562–580°C, который может соответствовать высоколегированной медью γ_2 -фазе (Cu_9Al_4), которая ранее была обнаружена в сплаве Д16 после интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) [16]. Как было показано в работе [17], в равновесных условиях γ_2 -фаза (Cu_9Al_4), согласно диаграмме Cu-Al, формируется в результате высокотемпературного (при 565°C) распада фазы Cu_3Al на эвтектоидную смесь ($\alpha + \gamma_2$) фаз.

Заключение

В результате асимметричной прокатки с рассогласованием окружных скоростей рабочих валков в алюминиевом сплаве Д16 происходит формирование зон α -твердого раствора на основе Al, пересыщенных атомами Cu. В таких зонах происходит твердофазное превращение (перемешивание, механическое легирование), способствующее повышению твердости и прочности сплава Д16 за счет выделения высоколегированных медью (84,2%) частиц γ_2 -фазы (Cu_9Al_4). Полученные результаты исследования однозначно свидетельствуют в пользу того, что процесс распада алюминиевого твердого раствора в асимметрично прокатанном сплаве имеет свои значимые отличия от распада сплава Д16 после термической обработки. Это выражается в разнице выделившихся интерметаллических фаз, способствующих повышению твердости и прочности сплава Д16, прежде всего за счет дисперсионного (межфазного) вклада в упрочнение.

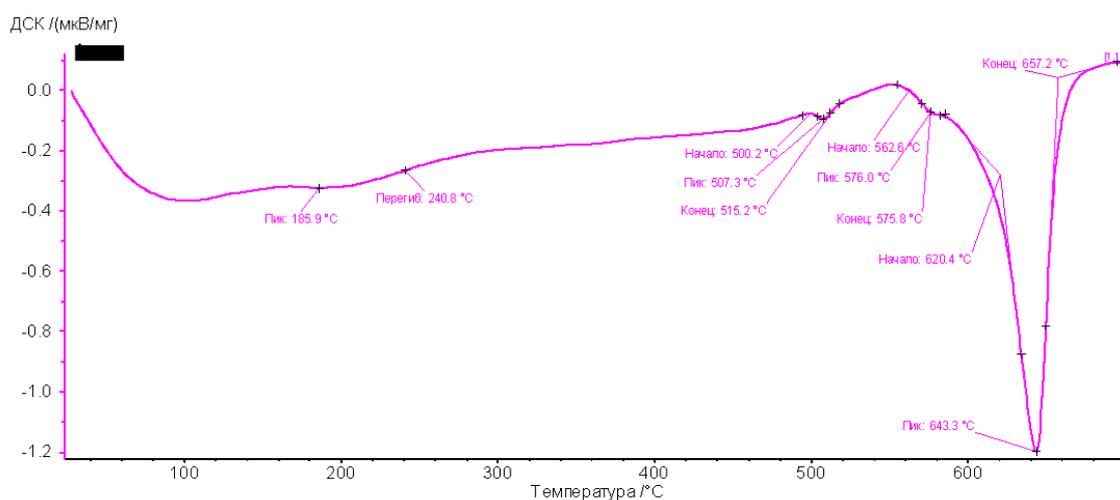


Рис. 2. Кривая ДСК нагрева алюминиевого сплава Д16 после асимметричной прокатки и естественного старения

Список литературы

1. Пустовойтов Д.О., Песин А.М., Свердлик М.К. Математическое моделирование эволюции зерна при асимметричной прокатке чистого алюминия и сплава 7075 // Вестник Магнитогорского государственного университета им. Г.И. Носова. 2015. № 4. С.81-87.
2. Ji Y.H., Park J.J. Development of severe plastic deformation by various asymmetric rolling processes // Materials Science and Engineering A: Structural Materials Properties Microstructure and Processing. 2009. Vol. 499. Iss. 1-2. P.14-17.
3. Рааб Г.И. Развитие методов интенсивной пластической деформации для получения объемных ультрамелкозернистых материалов // Вестник УГАТУ. 2004. № 3(11). С. 67-75.
4. Получение высокопрочных титановых лент путем консолидации порошка с использованием технологии асимметричной прокатки / К.А. Гогаев, В.С. Воропаев, Ю.Н. Подрезов, Я.И. Евич, В.И. Даниленко // Физика и техника высоких давлений. 2016. Т. 26. № 3-4. С. 5-19.
5. Skotnikova M. A., Martynov M. A. Practical Electron Microscopy in Mechanical Engineering. Monograph. St. Petersburg: St. Petersburg Institute of mechanical engineering, 2005. 92 p.
6. Особенности структуры алюминиевого сплава Д16, интенсивно деформированного при температуре жидкого азота / Е.В. Автократова, С.В. Крымский, М.В. Маркушев, О.Ш. Ситдиков // Письма о материалах. 2011. Т. 1. С. 92-95.
7. Вальтер А.И., Шамордин М.В. Влияние параметров охлаждения при кристаллизации на структуру и свойства алюминиевых сплавов // Известия ТулГУ. Технические науки. 2017. Вып. 1. С.166-170.
8. Маркушев М.В. О природе разрушения и трещиностойкости интенсивно пластически деформированных алюминиевых сплавов // Деформация и разрушение металлов. 2007. № 12. С. 26-32.
9. Исследование покрытий на алюминиевом сплаве Д16, полученных методом микродугового оксидирования / Р.Р. Гринь, Ф.Ф. Кутусова, Н.Ю. Дударева, И.В. Александров, Ф.Ф. Мусин // Вестник УГАТУ. 2013. Т. 17. № 8 (61). С. 143-148.
10. Panigrahi S.K., Jayaganthan R. Development of ultrafine-grained Al 6063 alloy by cryorolling with the optimized initial heat treatment conditions // Materials & Design. 2011. Vol. 32. Iss. 4. P. 2172-2180.
11. Pesin A., Pustovoytov D. Influence of process parameters on distribution of shear strain through sheet thickness in asymmetric rolling // Key Engineering Materials. 2014. Vol. 622-623. P. 929-935.
12. Асимметричная прокатка листов и лент: история и перспективы развития / А.М. Песин, Д.О. Пустовойтов, О.Д. Бирюкова, А.Е. Кожемякина // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». 2020. Т. 20, № 3. С. 81-96.
13. Воробьев Р.А., Сорокина С.А., Евстифеева В.В. Фазовый состав деформируемых алюминиевых сплавов Д16 и В95 с количественной оценкой пережога разных стадий развития // Известия вузов. Цветная металлургия. 2020. № 1. С. 68-78.
14. Елисеев А.А. Закономерности структурно-фазовых превращений в термоупрочняемых алюминиевых сплавах при сварке трением с перемешиванием с ультразвуковым воздействием: автореф. дис. ... канд. техн. наук (01.04.07) / Елисеев Александр Андреевич; ИФПМ СО РАН. Томск, 2018. 18 с.
15. Влияние интенсивной пластической деформации на структуру и свойства алюминиевого сплава системы Al-Cu-Mg / О.В. Паитова, Е.В. Бобрук, С.А. Шашерина, М.А. Скотникова // Известия вузов. Приборостроение. 2020. Т. 63, № 6. С. 569-576.
16. Влияние условий деформации сдвигом под давлением на твердофазные превращения в системе Al-Cu / А.К. Муртазина, М.Р. Лукманов, Л.У. Киеккужина, В.Н. Даниленко // Ультрамелкозернистые и наноструктурные материалы – 2018: сб. трудов. Уфа: БашГУ, 2018. С. 129.
17. Burnyshev I.N., Valiakhmetova O. M., Lys V.F. Multicomponent diffusion saturation of cuprous alloys // Chemical physics and mesoscopy. 2010. Vol. 12. No. 4. P. 519-525.

Сведения об авторах

Песин Александр Моисеевич – доктор технических наук, профессор кафедры технологий обработки материалов, ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», Магнитогорск, Россия. E-mail: pesin@bk.ru

Пустовойтов Денис Олегович – кандидат технических наук, доцент кафедры технологий обработки материалов, ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», Магнитогорск, Россия. E-mail: d.pustovoytov@magtu.ru

Пивоварова Ксения Григорьевна – кандидат технических наук, доцент кафедры технологий обработки материалов, ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г.И. Носова», Магнитогорск, Россия. E-mail: k.pivovarova@magtu.ru

PHASE TRANSFORMATIONS IN ALUMINUM ALLOY OF THE Al-Cu-Mg SYSTEM UNDER INTENSE PLASTIC DEFORMATION

Pesin Alexander M. – Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Department of materials processing technologies, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia. E-mail: pesin@bk.ru

Pustovoytov Denis O. – Ph. D (Eng.), associate Professor of the Department of materials processing technologies, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia. E-mail: d.pustovoytov@magtu.ru

Pivovarova Ksenia G. – Ph. D (Eng.), associate Professor of the Department of materials processing technologies, Nosov Magnitogorsk State Technical University, Magnitogorsk, Russia. E-mail: k.pivovarova@magtu.ru

Abstract. Phase transformations in samples of industrial aluminum alloy of standard chemical composition D16 subjected to heat treatment and asymmetric rolling based on purposefully created asymmetry due to mismatch of the circumferential speeds of the rolls ($V_1=10$ rpm and $V_2=1.5$ rpm) were investigated using differential scanning calorimetry (DSC). Endothermic and exothermic peaks responsible for the dissolution and release of metastable and stable hardening phases are recorded on the DSC heating curve. The values of the temperatures of the beginning, peak and end of the phase transition are established. It is shown that the process of decomposition of aluminum solid solution in the alloy after asymmetric rolling has its significant differences from the decay of alloy D16 after heat treatment. For the D16 alloy sample after asymmetric rolling on the DSC curve, the presence of an endothermic peak in the temperature range 562-580°C, presumably corresponding to the dissolution of the high-alloyed copper γ_2 -phase (Cu₉Al₄), and its absence on the DSC curve of the sample after heat treatment, was recorded. The obtained research results are informative and significant for explaining the mechanism of hardening of aluminum alloys under intense plastic deformation, in particular, during asymmetric rolling.

Keywords: intensive plastic deformation, asymmetric rolling, aluminum alloy, D16, DSC curve, phase transformations.

Ссылка на статью:

Песин А.М., Пустовойтов Д.О., Пивоварова К.Г. Фазовые превращения в алюминиевом сплаве системы Al-Cu-Mg при интенсивной пластической деформации // Теория и технология металлургического производства. 2022. №1(40). С. 25-29.

Pesin A.M., Pustovoytov D.O., Pivovarova K.G. Phase transformations in aluminum alloy of the Al-Cu-Mg system under intense plastic deformation *Teoria i tehnologia metallurgiceskogo proizvodstva*. [The theory and process engineering of metallurgical production]. 2022, vol. 40, no. 1, pp. 25-29.