

Металлургия и материаловедение

УДК 621.762.2+536.46+621.74

МОДЕЛЬ РАСШИФРОВКИ ДИФРАКТОГРАММ ПРОДУКТОВ ГОРЕНИЯ СВС-СИСТЕМ НА ПРИМЕРЕ « $19\text{Si}+17\text{C}+6\text{NaN}_3+(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ »

С.И. Губанов, А.В. Болоцкая, Е.А. Амосов, А.Ю. Илларионов, Ю.В. Титова

Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Метод азидного самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС-Аз), использующий азид натрия в качестве азотирующего реагента, применен для получения композиции нитрида и карбида кремния из смеси « $19\text{Si}+17\text{C}+6\text{NaN}_3+(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ ». Фазовый состав продуктов синтеза определяли на автоматизированном рентгеновском дифрактометре ARL X'TRA. Съёмку рентгеновских спектров проводили с помощью Си-излучения. С помощью баз данных МИНКРИСТ и COD определили межплоскостное расстояние и параметры ячеек синтезированных продуктов и сравнили с результатами рентгенофазового анализа.

Ключевые слова: самораспространяющийся высокотемпературный синтез, азид натрия, нитрид кремния, карбид кремния, рентгенофазовый анализ.

В настоящее время керамические материалы на основе карбида и нитрида кремния находят разнообразное применение в современной технике – как конструкционные, жаропрочные, коррозионностойкие, огнеупорные, износостойкие материалы, обладающие высокими физико-механическими и физико-химическими характеристиками. Композиционные керамические материалы, особенно в ультрадисперсном и наносостоянии, широко используются как в виде готовых изделий, так и в виде покрытий. Потребность в них и ассортимент изделий из этих материалов возрастают с каждым годом во всех индустриально развитых странах [1].

В России промышленное производство нанопорошков карбида и нитрида кремния практически отсутствует. Функционирует незначительное количество опытных производств. Потребление данной продукции в России совсем недавно было весьма невелико, теперь отечественные предприятия нуждаются в дешевых карбиде и нитриде кремния.

Известные технологии получения карбида и нитрида кремния (печной способ, плазмохимический синтез, осаждение из газовой фазы и др.) характеризуют-

Сергей Игоревич Губанов, студент.

Анастасия Вадимовна Болоцкая, студент.

Евгений Александрович Амосов (к.т.н.), доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

Алексей Юрьевич Илларионов, аспирант.

Юлия Владимировна Титова (к.т.н.), доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

ся большим энергопотреблением, сложным оборудованием и не всегда обеспечивают наноразмерность порошков Si_3N_4 и SiC .

От этих недостатков свободен метод самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС) тугоплавких соединений, изобретенный в 1967 году российскими учеными академиком Мержановым А.Г., профессорами Боровинской И.П. и Шкиро В.М. [2, 3]. Этот метод обладает рядом конкретных преимуществ, таких как низкие затраты электроэнергии, малая продолжительность процесса, высокая чистота продуктов, возможность получения новых соединений, особенно многофазных композитов, которые трудно синтезировать с использованием других методов.

В работе [4] сообщается о синтезе композиции порошков Si_3N_4 - SiC . Показано, что композицию можно получить при сжигании смеси « Si-C-N » в режиме СВС. Это делает возможным получение полного спектра композиционных порошков Si_3N_4 - SiC с высокой чистотой и контролируемой морфологией. Синтез нанопорошка SiC осуществляется в две стадии. На первой стадии происходит азотирование поверхности кремния и одновременное азотирование и карбидизация жидкого кремния:



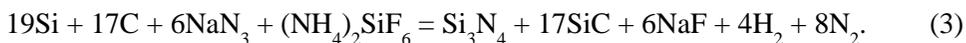
На второй стадии происходит карботермическое восстановление образовавшегося нитрида кремния:



В 1970 году в СамГТУ была разработана азидная технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза (СВС-Аз), которая позволяет получать микро- и нанопорошки нитридов высокого качества из-за использования порошка азида натрия в качестве азотирующего реагента и галоидных солей [5, 6].

Целью данной работы является разработка модели расшифровки дифрактограмм продуктов горения СВС-систем на примере смеси для получения композиции карбида и нитрида кремния.

Стехиометрическое уравнение реакции получения карбида и нитрида кремния в режиме СВС-Аз выглядит следующим образом:



Экспериментальные исследования проводились в реакторе СВС постоянного давления объемом 4,5 л, описанном в книгах [5, 6]. Исследовались химический и фазовый состав, морфология и размер частиц продуктов горения. Исследовались образцы системы « $\text{Si-NaN}_3-(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6\text{-C}$ » диаметром 4 см при насыпной плотности исходной смеси и давлении внешнего азота в реакторе 4 МПа.

Фазовый состав продуктов синтеза определяли на автоматизированном рентгеновском дифрактометре ARL X'TRA. Съемку рентгеновских спектров проводили с помощью Cu -излучения при непрерывном сканировании в интервале углов 2θ от 20 до 80 градусов со скоростью 2 град/мин. Полученные спектры обрабатывали с помощью специального пакета прикладных программ WinXRD. На рис. 1 представлена рентгенограмма продуктов синтеза смеси « $19\text{Si} + 17\text{C} + 6\text{NaN}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ ».

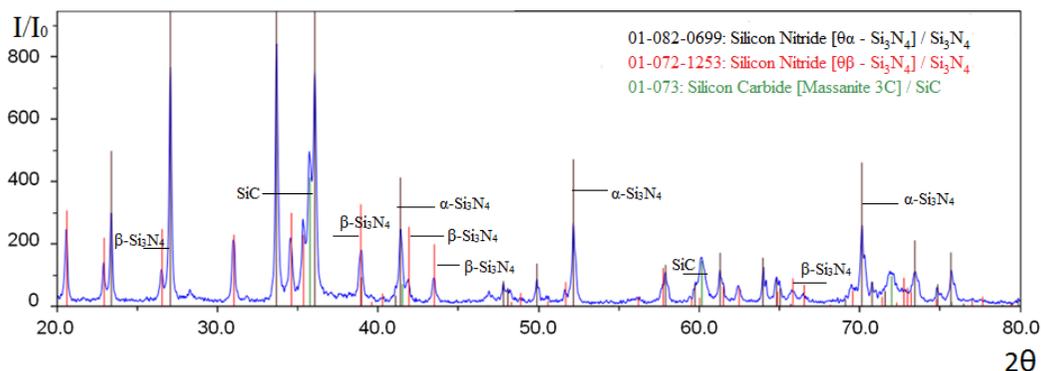


Рис. 1. Результаты РФА продуктов горения смеси «19Si + 17C + 6NaN₃ + (NH₄)₂SiF₆»

Продукты горения смеси «19Si + 17C + 6NaN₃ + (NH₄)₂SiF₆» содержат три фазы: тригональный нитрид кремния (α -Si₃N₄), гексагональный нитрид кремния (β -Si₃N₄) и карбид кремния (SiC).

По дифрактограмме, представленной на рис. 1, определим межплоскостное расстояние и сравним полученные результаты рентгенофазового анализа с данными из баз МИНКРИСТ и COD.

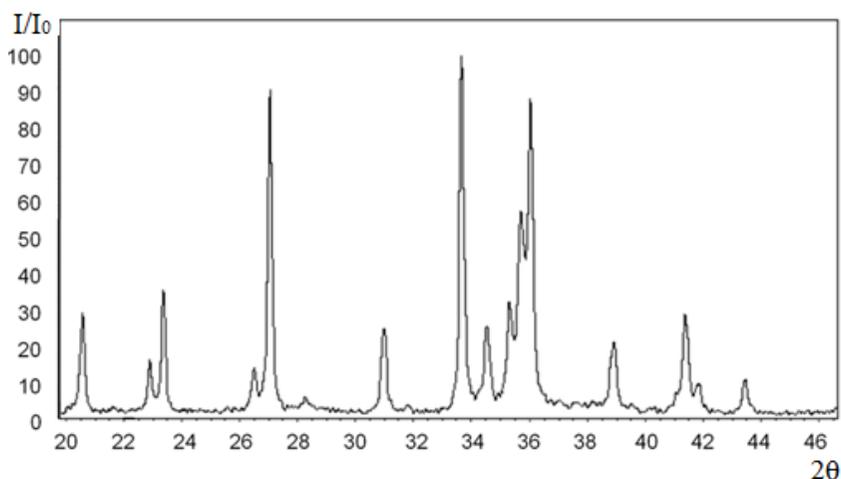


Рис. 2. Дифрактограмма продуктов горения смеси «19Si + 17C + 6NaN₃ + (NH₄)₂SiF₆»

Рассмотрим удвоенные углы отражения 27; 33,6 и 36 градусов, полагая, что это отражения от альфа-фазы нитрида. Определив значение двойного угла отражения Θ и используя таблицу «Пересчет углов отражения в межплоскостные расстояния», можно определить межплоскостное расстояние d в ангстремах (Å):

$$\Theta = 27/2 = 13,5 - d = 3,3022 \text{ Å}, \quad (4)$$

$$\Theta = 33,6/2 = 16,8 - d = 2,6671 \text{ Å}, \quad (5)$$

$$\Theta = 36/2 = 18 - d = 2,4947 \text{ Å}. \quad (6)$$

По результатам расчетов можно сделать вывод, что пики угла отражения данного порошка соответствуют α -Si₃N₄. Значения d в ангстремах согласуются со значениями в информационных карточках для элементов в базе данных МИН-

КРИСТ [7], а также схожи со значениями, упомянутыми в статьях по нитриду кремния в открытой кристаллографической базе данных [8]. Параметры элементарной ячейки α - Si_3N_4 по этой базе соответственно равны $a = 7,7 \text{ \AA} \mid c = 5,6 \text{ \AA}$.

Определим межплоскостные расстояния для углов 34,6 и 39 градусов, полагая, что это бета-фаза нитрида:

$$\Theta = 34,6/2 = 17,3 - d = 2,5923 \text{ \AA}, \quad (7)$$

$$\Theta = 39/2 = 19,5 - d = 2,3094 \text{ \AA}. \quad (8)$$

По результатам расчетов можно сделать вывод, что пики угла отражения данного порошка соответствуют β - Si_3N_4 , так как полученное значение двойного угла, а также значение d в ангстремах соотносятся со значениями в информационных карточках для элементов в базе данных МИНКРИСТ [7], а также схожи со значениями d , упомянутыми в статьях по нитриду кремния в открытой кристаллографической базе данных [8]. Параметры элементарной ячейки β - Si_3N_4 по этой базе равны $a = 7,6 \text{ \AA} \mid c = 2,9 \text{ \AA}$.

Также нами был проведен расчет межплоскостного расстояния для пиков, соответствующих пикам порошка карбида кремния:

$$\Theta = 35,8/2 = 17,9 - d = 2,5081 \text{ \AA}. \quad (9)$$

По результатам расчетов можно сделать вывод, что пики угла отражения данного порошка соответствуют SiC спецификации t-wurtzite 6H, пространственной группы $R\bar{6}(3)mc$, так как полученное значение двойного угла, а также значение d в ангстремах согласуются со значениями в информационных карточках для элементов в базе данных МИНКРИСТ [7]. Параметры элементарной ячейки SiC по этой базе составляют $a = 3,07 \text{ \AA} \mid c = 15,08 \text{ \AA}$.

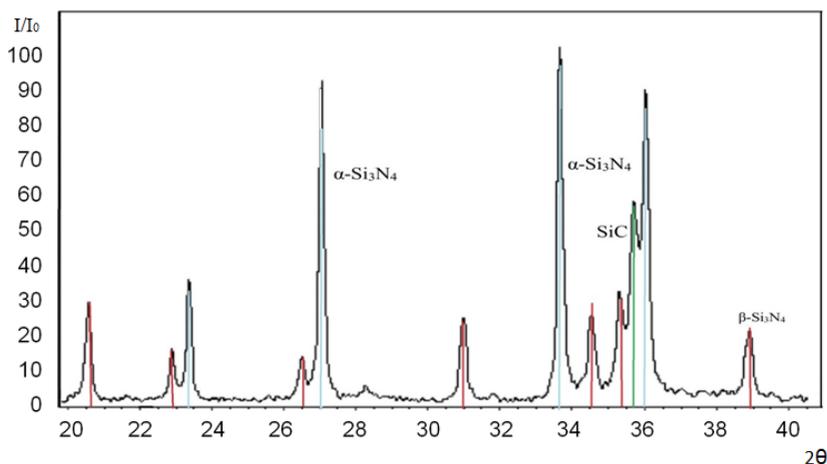


Рис. 3. Результаты расшифровки дифрактограммы продуктов горения смеси « $19\text{Si} + 17\text{C} + 6\text{NaN}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ »

Таким образом, можно сделать вывод, что синтезированный нами продукт имеет следующие параметры ячейки: α - Si_3N_4 : $a = 7,7 \text{ \AA} \mid c = 5,6 \text{ \AA}$; β - Si_3N_4 : $a = 7,6 \text{ \AA} \mid c = 2,9 \text{ \AA}$; SiC: $a = 3,07 \text{ \AA} \mid c = 15,08 \text{ \AA}$, что полностью согласуется с результатами расшифровки рентгенофазового анализа продуктов горения смеси « $19\text{Si} + 17\text{C} + 6\text{NaN}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ », который показывает наличие трех фаз: α - Si_3N_4 , β - Si_3N_4 и SiC.

Следовательно, наша модель расшифровки дифрактограммы продуктов горения СВС-реакции полностью идентична результатам рентгенофазового анализа.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Бошицкая Н.В.* Сравнительная устойчивость порошков нитридов кремния и алюминия в биологических и неорганических средах // *Наноструктурное материаловедение*. – 2009. – № 2. – С. 111–120.
2. *Леваиов Е.А., Рогачев А.С., Курбаткина В.В. и др.* Перспективные материалы и технологии самораспространяющегося высокотемпературного синтеза: Учеб. пособие. – М.: Изд. дом МИСиС, 2011. – 377 с.
3. *Амосов А.П., Боровинская И.П., Мержанов А.Г.* Порошковая технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза материалов: Учеб. пособие / Под науч. ред. В.Н. Анциферова. – М.: Машиностроение, 2007. – 567 с.
4. *Kata D.* Preparation of fine powder in the Si–C–N system using SHS method [Text] / D. Kata, J. Lis, R. Pampuch, L. Stobierski // *International Journal of Self-Propagating*.
5. *Амосов А.П., Бичуров Г.В.* Азидная технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза микро- и нанопорошков нитридов. – М.: Машиностроение–1, 2007. – 526 с.
6. *Бичуров Г.В., Шуганова Л.А., Титова Ю.В.* Азидная технология самораспространяющегося высокотемпературного синтеза микро- и нанопорошков нитридных композиций: Монография. – М.: Машиностроение, 2012. – 519 с.
7. http://database.iem.ac.ru/mincrist/rus/s_carta.php?NIERITE+8275.
8. <http://www.crystallography.net/cod/search.html>.

Статья поступила в редакцию 21 марта 2017 г.

MODEL OF DISTRIBUTION OF THE DIFFRACTOGRAM OF COMBUSTION PRODUCTS OF SHS SYSTEMS BY THE EXAMPLE « $19\text{Si} + 17\text{C} + 6\text{NaN}_3 + (\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ »

S.I. Gubanov, A.V. Bolotskaya, E.A. Amosov, A.Yu. Illarionov, Yu.V. Titova

Samara State Technical University
244, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

The method of azide self-propagating high-temperature synthesis (SHS-As) using sodium azide as a nitrating reagent was used to prepare a nitride and silicon carbide composition from the "19Si + 17C + 6NaN₃ + (NH₄)₂SiF₆" mixture. The phase composition of the synthesis products was determined on an automated X-ray diffractometer ARL X'TRA. X-ray spectra were recorded using Cu-radiation. Using MINCRYST and COD databases, determine the interplanar distance and cell parameters of the synthesized products and compare them with the results of X-ray phase analysis.

Keywords: *self-propagating high-temperature synthesis, sodium azide, silicon nitride, silicon carbide, X-ray phase analysis.*

Sergey I. Gubanov, Student.

Anastasiya V. Bolotskaya, Student.

Evgeny A. Amosov (Ph.D. (Techn.)), Associate Professor.

Aleksey Yu. Illarionov, Postgraduate Student.

Yuliya V. Titova (Ph.D. (Techn.)), Associate Professor.

УДК 621.74

ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ВВОДА ЛЕГИРУЮЩЕЙ ДОБАВКИ ПОРОШКОВОГО НИКЕЛЯ В СОСТАВ МАТРИЧНЫХ ОСНОВ Al И Al-Cu*

А.Р. Луц, А.Д. Рыбаков, М.К. Ионов

Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

Одним из приоритетных направлений улучшения механических характеристик алюминиевых композиционных сплавов является легирование матричных основ химическими элементами, способными формировать вторую фазу повышенной прочности. В традиционных литейных технологиях, как правило, осуществляется литейный способ введения дополнительных компонентов, который требует существенных предварительных затрат. В представленной работе исследована возможность ввода легирующей добавки никеля в состав матричных основ Al и Al-5%Cu, причем впервые показана принципиальная возможность введения в расплав никеля как в виде металлического элементного порошка, так и в составе оксида никеля NiO. Данные микроскопического исследования, основанные на проведении локального рентгеноспектрального анализа, подтверждают в обоих случаях получение целевой фазы NiAl₃, а результаты механических испытаний свидетельствуют об упрочнении матричных сплавов.

Ключевые слова: композиционный сплав, никель, оксид никеля, легирующая добавка, алюминиевая матрица.

Алюмоматричные композиционные сплавы приобрели широкое распространение во многих сферах промышленности, особенно в авиа- и машиностроении, за счет своих высоких технологических свойств, малой плотности и высокой удельной прочности [1]. При этом к числу наиболее перспективных можно с уверенностью отнести дисперсно-армированные сплавы. В последних обзорах [2, 3] приводятся наиболее часто используемые соединения для формирования упрочняющей дисперсной фазы: оксиды (Al₂O₃, Y₂O₃), карбиды (SiC, TiC), нитриды (Si₃N₄, AlN), гидриды (TiH₂) и бориды (TiB₂). И этот путь повышения механических свойств действительно является оправданным: наличие в структуре пластичной основы алюминия высокопрочных и нерастворяющихся частиц позволяет получить высокие механические свойства при сохранении малого удельного веса конечного сплава. Однако концентрация любой армирующей фазы все же имеет предельное значение, а дальнейшее повышение механических свойств за счет измельчения дисперсных частиц вплоть до наноуровня – весьма распространенное в настоящее время направление исследования – сопряжено с целым

* Работа выполнена в рамках проекта РФФИ (договор № 17-48-630695 от 17.05.2017).

Альфия Расимовна Луц (к.т.н.), доцент кафедры «Металловедение, порошковая металлургия, наноматериалы».

Антон Дмитриевич Рыбаков, магистрант.

Максим Константинович Ионов, магистрант.

рядом нерешенных проблем, и потому его реализация является довольно затруднительной.

Вместе с тем существует еще один очевидный способ повышения технологических и механических свойств сплавов – введение одного или нескольких компонентов, малорастворимых в алюминии. Присутствие второй фазы приведет к снижению температуры ликвидус, что положительно скажется на литейных характеристиках, а кроме того, проявится эффект дисперсионного упрочнения, особенно если кристаллизующаяся фаза будет иметь глобулярную форму и равномерное распределение по объему сплава [4]. К примеру, в недавних исследованиях ученых СамГТУ было показано, что введение 5 масс.% Cu в расплав алюминия приводит за счет формирования фазы CuAl_2 к увеличению твердости сплава с 20 до 45 НВ, а прочности – с 60 до 125 МПа [5]. Анализ состояния вопроса также показал, что с этой точки зрения особенно привлекательной является добавка никеля, поскольку формирование эвтектической фазы NiAl_3 в составе, например, сплава Al-4%Ni позволяет снизить интервал кристаллизации со 170 до 143 °С и это благоприятным образом сказывается на показателях горячеломкости [4], а кроме того, для данной фазы характерна глобулярная морфология, что положительно влияет на пластичность и вязкость разрушения сплава. Известно, что в настоящее время получена целая серия современных жаропрочных алюминиевых сплавов под общим названием «никалины» с содержанием никеля в количестве не более 4 % [4], отличительной особенностью которых наряду с высокой прочностью является дороговизна, что связано с необходимостью приобретения промежуточных сплавов-лигатур, содержащих никель. Следовательно, возникает необходимость разработки альтернативного, более дешевого способа ввода никеля в состав матричного алюминия. В данном исследовании была поставлена цель – изучение возможности ввода легирующей добавки никеля в состав алюминиевой и алюминиевой – медной матричных основ в виде элементного металлического порошка, а также никеля в составе его оксида.

Согласно двойной диаграмме состояния, приведенной на рис. 1, в системе со стороны алюминия имеет место эвтектическое превращение, температура которого колеблется в пределах 630–640 °С, а концентрация эвтектической точки – в пределах 5,3–6,4 масс.% Ni. Температура перитектического превращения, при котором образуется соединение NiAl_3 , определена равной 854 °С [6]. Исходя из этих данных было принято решение, что следует вводить 4 масс.% никеля (марка ПНК-1 по ГОСТ 9722-97) или оксида никеля (по ГОСТ 17607-72) при температуре расплава алюминия (марка А7 по ГОСТ 11069-2001) не более 850 °С. С целью увеличения полноты усвоения необходимая масса порошка никеля или оксида никеля делилась на отдельные навески (2–3 штуки), каждая из которых заворачивалась в алюминиевую фольгу. После достижения расплавом необходимой температуры навески вводились поочередно, притапливались металлическим черпаком и расплав активно перемешивался. Далее следовала выдержка в течение 30 мин, после чего расплав заливался в стальной кокиль. Изготовление металлографических шлифов проводили на шлифовально-полировальной машине ПОЛИЛАБ П12МА с приставкой для работы в автоматическом режиме. Применяли алмазные суспензии Ака-топо дисперсностью 6 мкм, 3 мкм и 1 мкм. Для выявления микроструктуры проводили травление образцов раствором 50% HF+50% HNO₃ в течение 10÷15 секунд. Металлографический анализ осуществляли на растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6390A. Съемка рентгеновских спектров производилась на автоматизированном дифрактометре марки

ARL X'trA (Thermo Scientific) с использованием Cu-излучения при непрерывном сканировании в интервале углов 2θ от 20 до 80 град со скоростью 2 град/мин. Испытания на растяжение проводились на разрывной машине Inspekt 200 по ГОСТ 1497-84.

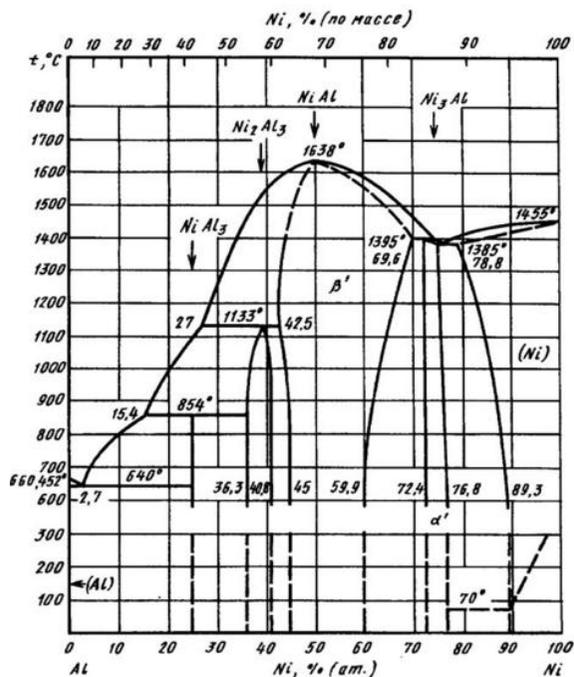


Рис. 1. Диаграмма состояния сплава Al-Ni

В полученных образцах сплава Al-4%Ni вне зависимости от исходного вида вводимого никеля было зафиксировано достаточное количество частиц второй фазы. Микроструктура полученных образцов представлена на рис. 2.

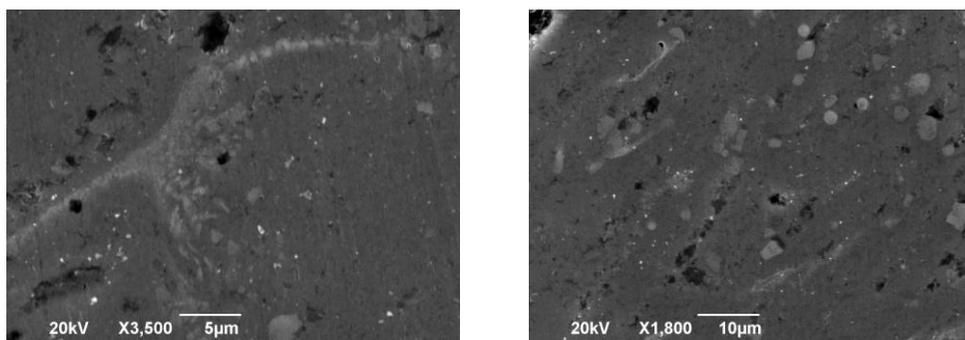
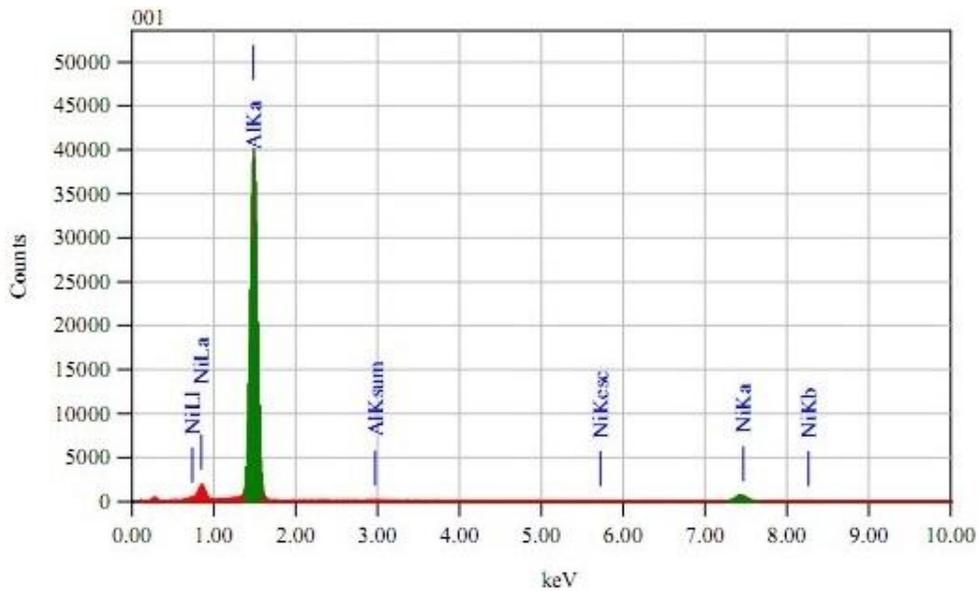
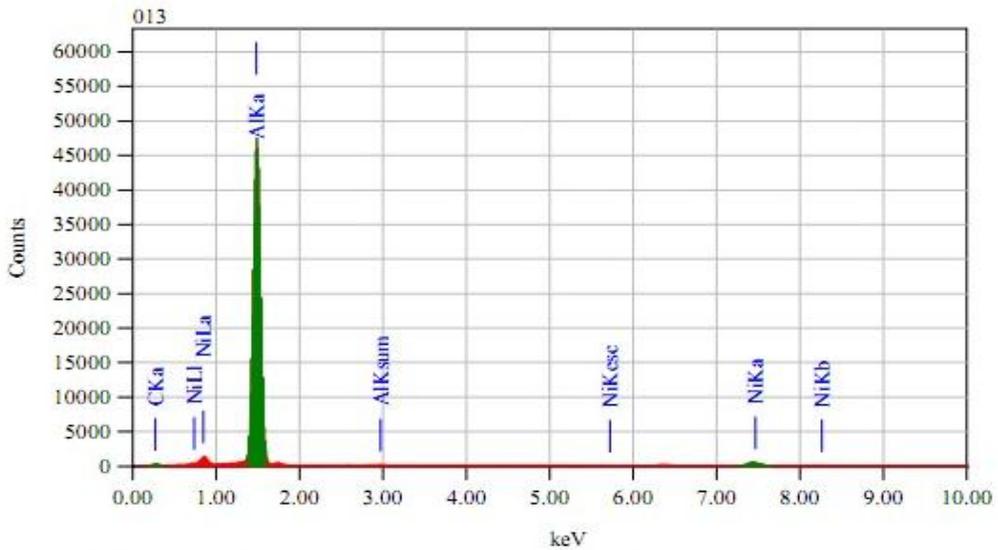


Рис. 2. Микроструктура образцов сплава Al-4%Ni:
а – никель введен в составе металлического порошка;
б – никель введен в составе оксида NiO

Проведенный локальный рентгеноспектральный анализ (ЛРСА) в обоих случаях зафиксировал наличие никеля в составе образующейся фазы (рис. 3). На основании результатов можно сделать вывод, что оба способа ввода никеля показали удовлетворительную степень усвоения никеля, а состав синтезируемой фазы приблизительно соответствует составу целевой фазы NiAl₃.



a



б

Рис. 3. ЛРСА образцов сплава Al-4%Ni:

a – никель введен в составе металлического порошка; *б* – никель введен в составе оксида NiO

Поскольку предыдущие исследования показали эффективность легирования матричного алюминия медью, дальнейшие эксперименты по вводу порошкового никеля или его оксида проводились на основе состава Al-5масс.%Cu. С этой целью в расплав технического алюминия при температуре 800 °С сначала вводился порошок меди (марки ПМС-1) в количестве 5 % от массы плавки с последующей выдержкой в течение 30 мин, далее следовал нагрев расплава до 850 °С и потом поочередный ввод навесок никеля или его оксида. Структура полученных образцов приведена на рис. 4. Несмотря на то, что в литературе отсутствуют достаточные сведения об этой тройной системе, можно предположить, что добавление

никеля должно также приводить к формированию фазы $NiAl_3$ (эвтектического или первичного происхождения) и повышению содержания меди в алюминиевой матрице.

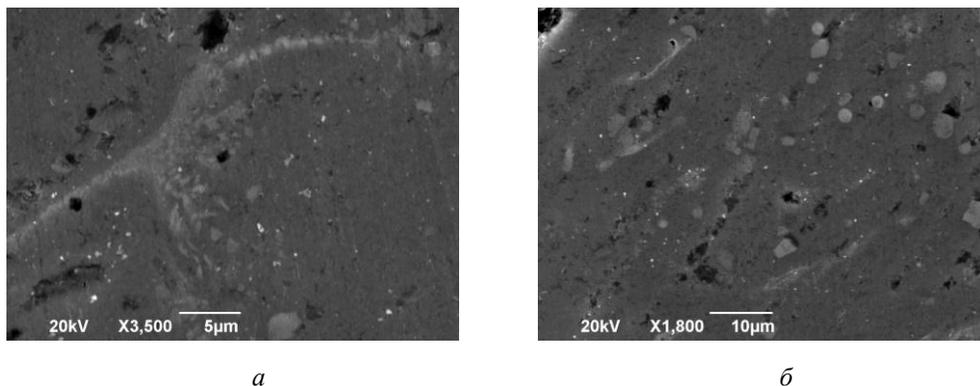


Рис. 4. Микроструктура образцов сплава Al-5%Cu- 4%Ni:
a – никель введен в составе металлического порошка;
б – никель введен в составе оксида NiO

Действительно, и в присутствии меди в составе матричного сплава формируется похожая фаза, которая, по данным проведенного затем ЛРСА, также, по всей вероятности, представляет собой фазу $NiAl_3$ (рис. 5).

Необходимо отметить, что ввод никеля в составе оксида имеет некоторое преимущество, так как его плотность составляет $6,67 \text{ г/см}^3$, а температура разложения $1230 \text{ }^\circ\text{C}$, тогда как эти свойства и у элементного порошка никеля – $8,9 \text{ г/см}^3$ и 1455°C соответственно, поэтому вероятность более полного распределения в составе расплава именно оксида будет более высокой. Поэтому в заключение исследования были изучены прочностные характеристики образца, полученного на основе тройной системы Al-5%Cu-4%Ni посредством добавления оксида никеля. Диаграмма растяжения полученного сплава приведена на рис. 6, остальные механические свойства – в таблице.

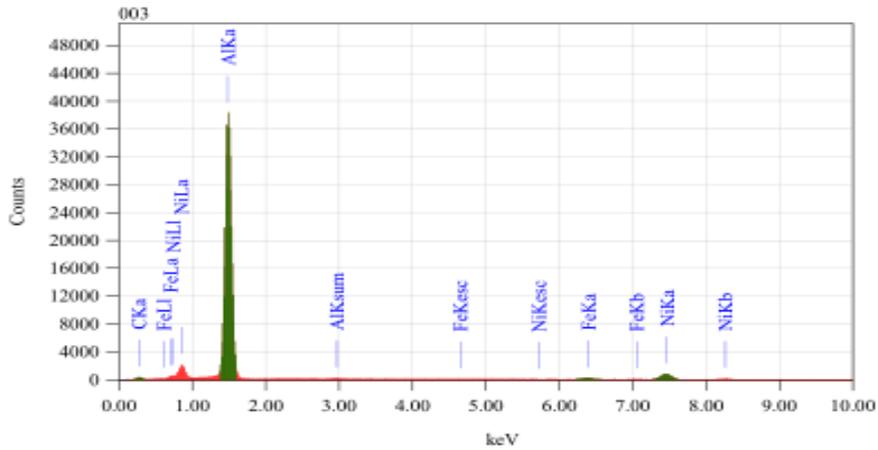
Механические свойства

Образец	$\sigma_{0,2}$ [МПа]	σ_b [МПа]	δ [%]	ψ [%]
Al (A7)	–	60	20	–
Al-5%Cu-4%Ni	75	133	6,5	10,8

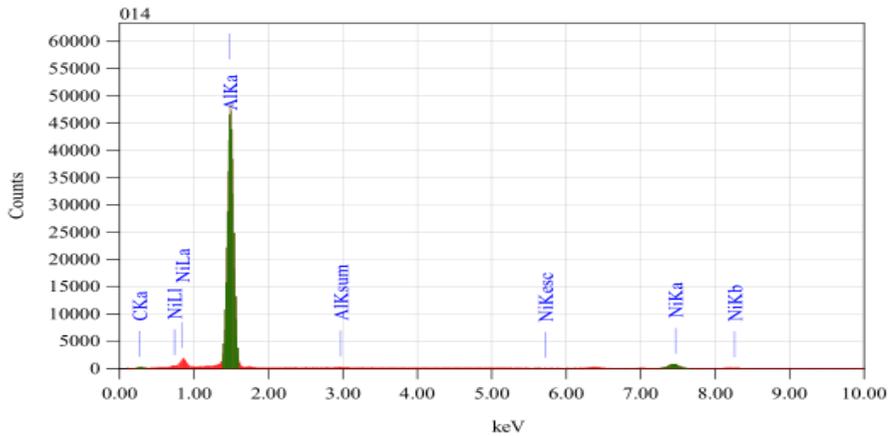
Таким образом, на основании проведенных исследований по изучению возможности ввода легирующей добавки порошкового никеля в состав алюминиевой и алюминиево-медной матриц были сделаны следующие выводы:

1. Экспериментально показана возможность ввода никеля как в виде металлического элементного порошка, так и в виде оксида NiO в состав матричных основ Al и Al-5%Cu, при этом в обоих случаях фиксируется формирование целевой дисперсной фазы $NiAl_3$ эвтектического состава.

2. Наличие в составе сплава соединений меди и никеля приводит к существенному увеличению прочностных характеристик исходного матричного сплава.



a



б

Рис. 5. ЛРСА образцов сплава Al-5%Cu- 4%Ni:

a – никель введен в составе металлического порошка; *б* – никель введен в составе оксида NiO

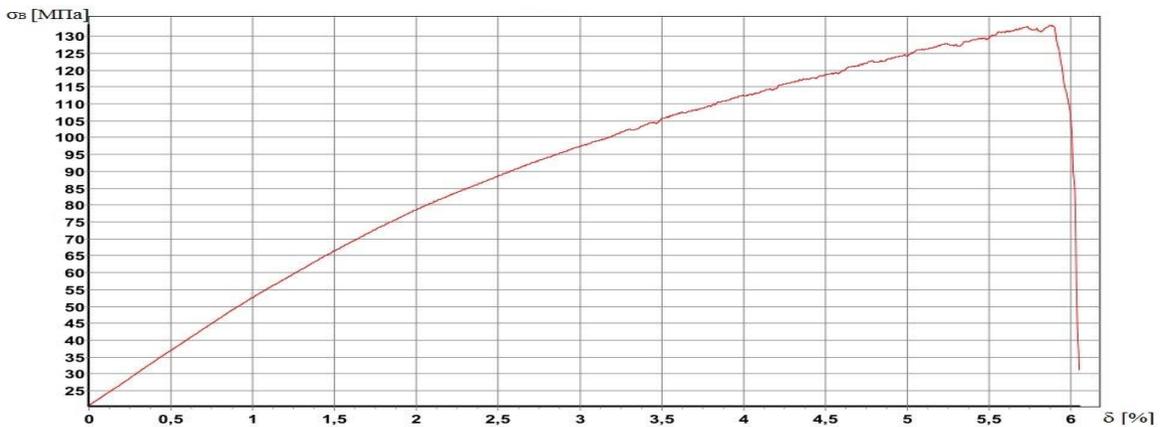


Рис. 6. Исследование прочности образца Al-5%Cu-4%Ni, полученного на основе оксида никеля

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Портной К.И., Бабич Б.Н.* Дисперсноупрочненные материалы. – М.: Металлургия, 1974. – 199 с.
2. *Casatti R., Vedani R.* Metall Matrix Composites Reinforced by Nano-Particles – A Review // *Metals*, 2014. – № 4. – Р. 65–83.
3. *Амосов А.П., Луц А.Р., Латухин Е.И., Ермошкин А.А.* Применение процессов СВС для получения in situ алюмоматричных композиционных материалов, дискретно армированных наноразмерными частицами карбида титана: Обзор // *Известия вузов. Цветная металлургия*. – 2016. – № 1. – С. 39–49.
4. *Белов Н.А., Алабин А.Н.* Перспективные алюминиевые сплавы с повышенной жаропрочностью для арматуростроения как возможная альтернатива сталям и чугунам // *Материалы в машиностроении*. – 2010. – № 2(65). – С. 50–54.
5. *Ермошкин А.А.* Самораспространяющийся высокотемпературный синтез литых алюмоматричных композиционных материалов, армированных наночастицами карбида титана: Автореф. ... дис. канд. техн. наук: 01.04.17 / Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2015. – 17 с.
6. *Лякишев Н.П.* Диаграммы состояния металлических систем: Справочник. В 3 т. – М.: Машиностроение, 1996. – 992 с.

Статья поступила в редакцию 5 июня 2017 г.

INVESTIGATION OF THE POSSIBILITY OF INTRODUCING A LEAVING POWDER NICKEL ADDITIVE IN THE COMPOSITION OF THE MATRIX BASES OF AL AND AL-CU

A.R. Lutz, A.D. Rybakov, M.K. Ionov

Samara State Technical University
244, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

One of the priority directions for improving the mechanical characteristics of aluminum composite alloys is the doping of matrix substrates by chemical elements capable of forming a second phase of increased strength. In traditional foundry technologies, as a rule, a ligature method of introducing additional components is implemented, which requires significant preliminary costs. In the present work, the possibility of introducing a nickel doping additive into the Al and Al-5% Cu matrix bases was investigated, and the possibility of introducing nickel into the melt both as a metal elemental powder and as a component of nickel oxide NiO was shown for the first time. The microscopic data, based on the local X-ray spectral analysis, confirm in both cases the production of the NiAl₃ target phase, and the results of mechanical tests indicate hardening of the matrix alloys.

Keywords: composite alloy, nickel, nickel oxide, alloying additive, aluminum matrix.

*Alfiya R.Lutz (Ph.D. (Techn.)), Associate Professor.
Anton D. Rybakov, Graduate Student.
Maksim K. Ionov, Graduate Student.*

УДК 621.791.754.6

СИНТЕЗ ДЕТЕРМИНИРОВАННО-СТАТИСТИЧЕСКИХ МОДЕЛЕЙ ФОРМЫ ШВА ПРИ АРГОНОДУГОВОЙ СВАРКЕ НЕПЛАВЯЩИМСЯ ЭЛЕКТРОДОМ

В.В. Мюллер^{1,2}, К.Н. Омеляненко³

¹ Самарский государственный технический университет
Россия, 443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244

²ООО «Велдинг Групп Самара»
Россия, 443070, г. Самара, ул. Дзержинского, 46Д

³ООО «ГК Инфопр»
Россия, 443063, г. Самара, ул. Нововокзальный тупик, 21/36

Приведены результаты исследования существующих детерминированно-статистических моделей формы шва при дуговой сварке. На основе существующих моделей были синтезированы модели формы шва, учитывающие специфические параметры режима аргонодуговой сварки. При экспериментальной проверке с применением метода регрессивного анализа были выявлены статистические коэффициенты моделей. Анализ погрешности моделей позволяет сделать вывод о возможности их использования в реальном сварочном производстве.

Ключевые слова: аргонодуговая сварка, неплавящийся электрод, дуговой промежуток, математическая модель, высокопрочный стальной сплав 30ХГСН2А-ВД, форма сварного шва, размеры сварного шва.

Введение

В современном сварочном производстве широко распространена аргонодуговая сварка неплавящимся электродом. Но на сегодняшнем этапе развития сварочного производства не решена проблема воспроизводимости качественных характеристик сварного шва. Для решения указанной проблемы необходимо получить математические инструменты, учитывающие влияние на формообразование сварного шва не только режима сварки, но и значительного возмущения, такого как изменение длины дугового промежутка.

Целью данной работы является синтез детерминированно-статистических математических моделей формы сварного шва, полученных при автоматической аргонодуговой сварке стали 30ХГСН2А-ВД и учитывающих возмущения процесса сварки, которые не носят динамического характера. Синтезируемые математические модели в дальнейшем послужат основой для построения динамических моделей сварного шва.

В связи с тем, что на современном этапе технического развития промышленности получены многочисленные результаты по моделированию формы шва при дуговой сварке, в данной работе необходимо произвести выбор уже существующей модели, адаптировать ее под аргонодуговую сварку неплавящимся

Виктор Викторович Мюллер, аспирант кафедры «Автоматика и управление в технических системах», главный сварщик ООО «Велдинг Групп Самара».

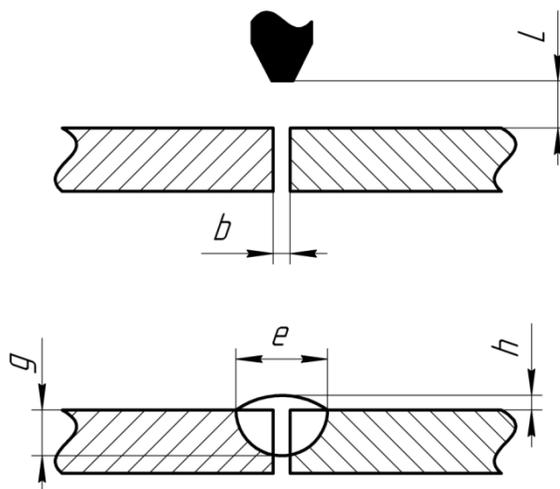
Константин Николаевич Омеляненко (к.т.н.), старший специалист ООО «ГК Инфопр».

вольфрамовым электродом с учетом особенности сварки стали, а затем синтезировать метод математического моделирования.

Анализ моделей формы сварного шва

При исследовании процесса формирования шва учитывалось влияние следующих параметров режима сварки: I – сила сварочного тока; U – напряжение на дуге; L_d – длина дуги ($L_d = L_d + f_d$, где f_d – возмущающие воздействия по длине дуги, вызванные особенностями конструкции свариваемых изделий); V – скорость сварки; $V_{\text{пн}}$ – скорость подачи присадочной проволоки; $d_э$ – диаметр вольфрамового электрода; $d_{\text{пн}}$ – диаметр присадочной проволоки.

Для получения аналитических зависимостей формы шва и математической модели обозначим размеры поперечного сечения сварного шва (см. рисунок): e – ширина сварного шва, h – высота сварного шва, g – глубина проплавления.



Размеры собранного под сварку соединения и сварного шва:

b – зазор, L – величина дугового промежутка (длина дуги), e – ширина сварного шва, g – глубина проплавления, h – высота сварного шва

В последнее время разработаны и широко применяются детерминированно-статистические модели формы шва для механизированной сварки в защитных газах плавящейся присадочной проволокой [1–4].

В работе [1] приведено теоретическое обоснование необходимости применения подобных математических инструментов и разработаны три модели для сварки плавящейся электродной проволокой в CO_2 . Для проволоки диаметром 2 мм модели имеют вид:

– Модель М1:

$$h = 0,07 \frac{I^{1,415}}{d_{\text{пн}}^{0,337} U^{0,262} V^{0,289}}, \quad (1)$$

$$e = 0,063 \frac{d_{\text{пн}}^{0,020} I^{0,297} U^{1,513}}{V^{0,812}}, \quad (2)$$

$$g = 0,954 \frac{I^{1,141}}{d_{\text{ш}}^{0,593} U^{1,251} V^{0,399}}. \quad (3)$$

– Модель М2:

$$h = 0,007 \frac{I^{1,444}}{U^{0,339} V^{0,342}}, \quad (4)$$

$$e = 0,313 \frac{I^{0,082} U^{1,453}}{V^{0,886}}, \quad (5)$$

$$g = 0,609 \frac{I^{0,792}}{U^{0,649} V^{0,401}}. \quad (6)$$

- Модель М3:

$$h = 0,005 \frac{I^{1,308}}{V^{0,398}}, \quad (7)$$

$$e = 0,354 \frac{U^{1,554}}{V^{0,889}}, \quad (8)$$

$$g = 0,410 \frac{I^{1,499}}{V^{0,469}}. \quad (9)$$

Авторы работы [2] продолжили и вывели универсальные модели, учитывающие влияние зазора на форму шва при сварке плавящимся электродом в смеси газов Ar + 25 % CO₂:

– Модель 1:

$$h = 0,595 \frac{I^{0,531}}{V^{0,486}} b^{0,176}, \quad (10)$$

$$e = 0,069 \frac{I^{1,051}}{V^{0,324}}, \quad (11)$$

$$g = 1,465 \frac{I^{0,295}}{V^{0,679}} \frac{1}{b^{0,129}}. \quad (12)$$

– Модель 2:

$$h = 0,042 \frac{I^{0,950}}{V^{0,496}} (1+b)^{0,658}, \quad (13)$$

$$g = 1,047 \frac{I^{0,413}}{V^{0,638}} \frac{1}{(1+b)^{0,453}}. \quad (14)$$

– Модель 3:

$$h = 0,020 \frac{I^{0,094}}{V^{0,409}} 1,284^b, \quad (15)$$

$$g = 1,062 \frac{I^{0,409}}{V^{0,778}} 0,692^b. \quad (16)$$

Из данных моделей была получена [3] адаптированная модель для сварки с управляемым каплепереносом в смеси газов Ar + 30 % CO₂, осуществляемым за счет импульсной подачи присадочной электродной проволоки:

$$h = \frac{I^{3,752} U^{3,245} f^{-0,53} 1,373^b}{L^{4,439} V^{2,383}}, \quad (17)$$

$$e = \frac{I^{3,597} U^{3,828} f^{-0,278} 0,69^b}{L^{4,614} V^{2,344}}, \quad (18)$$

$$g = \frac{I^{4,353} U^{4,65} f^{-0,579} 0,616^b}{L^{5,659} V^{2,845}}, \quad (19)$$

где L – расстояние между захватами механизма подачи электродной проволоки;

f – частота импульсного перемещения проволоки.

Впоследствии [4] данные модели приняли вид:

$$h = 0,0034 \frac{I^{0,942} U^{0,045} f^{0,29} 1,373^b}{V^{0,09}}, \quad (20)$$

$$e = 0,015 \frac{I^{0,679} U^{0,71} f^{0,298} 0,69^b}{V^{0,134}}, \quad (21)$$

$$g = 0,025 \frac{I^{0,95} f^{0,125} 0,616^b}{U^{0,23} V^{0,194}}. \quad (22)$$

Синтез математической модели

При адаптации существующих моделей к аргонодуговой сварке неплавящимся электродом необходимо включить в них специфические параметры режима сварки и учесть влияние режима на форму сварного шва.

Для модели высоты сварного шва (23) в числитель модели необходимо поместить скорость подачи присадочной проволоки ($V_{\text{пн}}$) и диаметр присадочной проволоки ($d_{\text{пн}}$), т. к. при увеличении этих параметров высота сварного шва растет. В знаменатель следует поместить скорость сварки (V), диаметр вольфрамового электрода ($d_{\text{э}}$), силу сварочного тока (I) и длину дуги ($L_{\text{д}}$), т. к. с увеличением этих параметров высота шва падает:

$$h = \frac{V_{\text{пн}}^x d_{\text{пн}}^y}{V^o d_{\text{э}}^e I^j L_{\text{д}}^n}. \quad (23)$$

В модели ширины сварного шва (24) параметры силы сварочного тока (I) и длины дуги ($L_{\text{д}}$) следует поместить в числитель – с их увеличением возрастает ширина шва:

$$e = \frac{I^j L_d^n V_{\text{пн}}^x d_{\text{пн}}^y}{V^o d_3^e} \quad (24)$$

Для модели глубины проплавления (25) величину длины дуги (L_d) необходимо поместить в знаменатель – при ее увеличении происходит резкое падение глубины проплавления:

$$g = \frac{I^j V_{\text{пн}}^x d_{\text{пн}}^y}{V^o d_3^e L_d^n} \quad (25)$$

В ходе проверки адекватности данных моделей из накопленных экспериментальных данных будут определены числовые значения коэффициентов x , y , o , e , j и n .

Проверка адекватности моделей

Сварка производилась на автомате для аргонодуговой сварки неплавящимся электродом кольцевых швов УСК-400 с подачей присадочной проволоки Св18ХМА диаметром 3 мм. В качестве источника питания был использован EWM Tetrix 451 AC/DC Synergic FW.

Для проведения эксперимента были изготовлены трубные образцы диаметром 108 и толщиной 9 мм, которые сваривались с изменением силы сварочного тока (I), длины дугового промежутка (L_d), скорости сварки (V) и скорости подачи присадочной проволоки ($V_{\text{пн}}$) в следующем порядке:

Опыт № 1: $I = 155$ А, $L_d = 3$ мм, $V = 2,78$ мм/с, $V_{\text{пн}} = 6$ мм/с, $d_3 = 2,5$ мм, $d_{\text{пн}} = 3$ мм;

Опыт № 2: $I = 185$ А, $L_d = 3$ мм, $V = 2,78$ мм/с, $V_{\text{пн}} = 6$ мм/с, $d_3 = 2,5$ мм, $d_{\text{пн}} = 3$ мм;

Опыт № 3: $I = 215$ А, $L_d = 3$ мм, $V = 2,78$ мм/с, $V_{\text{пн}} = 6$ мм/с, $d_3 = 2,5$ мм, $d_{\text{пн}} = 3$ мм;

Опыт № 4: $I = 215$ А, $L_d = 5$ мм, $V = 2,78$ мм/с, $V_{\text{пн}} = 6$ мм/с, $d_3 = 2,5$ мм, $d_{\text{пн}} = 3$ мм;

Опыт № 5: $I = 215$ А, $L_d = 7$ мм, $V = 2,78$ мм/с, $V_{\text{пн}} = 6$ мм/с, $d_3 = 2,5$ мм, $d_{\text{пн}} = 3$ мм;

Опыт № 6: $I = 215$ А, $L_d = 3$ мм, $V = 4,2$ мм/с, $V_{\text{пн}} = 6$ мм/с, $d_3 = 2,5$ мм, $d_{\text{пн}} = 3$ мм;

Опыт № 7: $I = 215$ А, $L_d = 3$ мм, $V = 4,2$ мм/с, $V_{\text{пн}} = 9$ мм/с, $d_3 = 2,5$ мм, $d_{\text{пн}} = 3$ мм.

Во время опытов 3, 4 и 5 были произведены замеры величины напряжения дуги (12,5 В; 14,5 В и 15,5 В соответственно).

Геометрические размеры сварного шва определялись в среде программного обеспечения «Компас 3D-V13» по методу, изложенному в работе [5].

Ниже приведены (26), (27) и (28) модели формы сварного шва, полученные после статистической обработки экспериментальных данных методом регрессивного анализа с помощью ПО Microsoft Excel и ПО Matlab Simulink.

$$h = \frac{V_{\text{пн}}^{1,465} d_{\text{пн}}^{0,92}}{V^{1,9} d_3^{0,078} I^{0,12} L_d^{0,05}}, \quad (26)$$

$$e = \frac{I^{0,584} L_d^{0,433} V_{\text{пн}}^{0,095} d_{\text{пн}}^{0,010}}{V^{0,832} d_3^{0,782}}, \quad (27)$$

$$g = \frac{I^{0,659} V_{\text{пш}}^{0,247} d_{\text{пш}}^{0,02}}{V^{0,851} d_3^{2,587} L_d^{0,415}}. \quad (28)$$

Наиболее хорошее совпадение расчетных и экспериментальных размеров швов дает модель по высоте сварного шва (26). Среднее значение относительной погрешности составляет 6,45 %.

Среднее значение относительной погрешности модели по ширине сварного шва (27) составляет 7,27 %.

Наибольшее среднее значение относительной погрешности показывает модель по глубине проплавления (28) – 11,8 %.

Анализ полученных моделей в форме степенных выражений показывает, что они отражают детерминированные зависимости размеров шва от основных режимов аргонодуговой сварки и не противоречат существующим представлениям о формировании шва. Комбинируя параметры режима в моделях, можно получить зависимости, отражающие сущность физических процессов с хорошей точностью.

Выводы

1. Синтезированы детерминированно-статистические математические модели взаимосвязи геометрических размеров шва и основных режимов сварки, учитывающие возмущение по длине дуги, которое влияет на процесс формирования сварочного шва.

2. Средняя погрешность моделей составила 8 %, что позволяет применять их в условиях реального сварочного производства для прогнозирования формы шва.

3. Полученные результаты послужат исходными данными для создания системы автоматической стабилизации процесса ручной аргонодуговой сварки по длине дугового промежутке и системы предварительного моделирования формы шва.

4. Целесообразно продолжить исследования на предмет влияния величины зазора на форму сварного шва, а также получить модели для сварки с импульсной подачей энергии.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Коринец И.Ф., Цзи Чжень Чун.* Детерминированно-статистическая модель формы шва при дуговой сварке // Автоматическая сварка. – 2001. – № 10. – С. 44–50.
2. *Коринец И.Ф., Цзи Чжень Чун.* Влияние зазора на размеры стыкового шва при дуговой сварке в смеси Ag+CO₂ плавящимся электродом // Автоматическая сварка. – 2002. – № 8. – С. 16–19.
3. *Павлов Н.В., Крюков А.В., Зернин Е.А.* Детерминированно-статистическая модель формы шва // Сварка и диагностика. – 2011. – № 6. – С. 31–35.
4. *Павлов Н.В.* Применение методов математического моделирования для определения технологических параметров процесса сварки с управляемым каплепереносом электродного металла в смеси защитных газов: Автореф. ... канд. техн. наук. – Екатеринбург, 2012. – 20 с.
5. *Крамтит А.Г., Крамтит Н.Ю.* Методика определения геометрических размеров и площади сварного шва // Сварочное производство. – 2012. – № 10. – С. 40–42.

Статья поступила в редакцию 7 июня 2017 г.

SYNTHESIS OF DETERMINATED-STATISTICAL MODELS FORM OF A WELDED SEAM FOR ARGON-ARC WELDING WITH A NON-CONSUMABLE ELECTRODE

V.V. Myuller^{1,2}, K.N. Omelyanenko³

¹ Samara State Technical University
244, Molodogvardeyskaya st., Samara, 443100, Russian Federation

² Welding Group Samara, LLC
46D, Dzerzhinskogo st., Samara, 443070, Russian Federation

³ GC Infopro, LLC
21/36, Novovokzalnii typik st., Samara, 443063, Russian Federation

In this article, a study is made of the existing deterministic-statistical models of the shape of a weld during arc welding. On the basis of existing models, seam shape models have been synthesized that take into account specific parameters of the argon-arc welding regime. Under experimental verification, using the regression analysis method, statistical coefficients of the models were revealed. An analysis of the error in the models allows us to conclude that they can be used in real welding production.

Keywords: *Argon-arc welding, non-consumable electrode, arc gap, mathematical model, high-strength steel alloy 30XГCH2A-BД, form of a welded seam, sizes of a welded seam.*

УДК 621.78

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ДЕФОРМАЦИИ И ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА УРОВЕНЬ ОСТАТОЧНЫХ МАКРОНАПРЯЖЕНИЙ И ФИЗИЧЕСКОГО УШИРЕНИЯ ЛИНИЙ ИНТЕРФЕРЕНЦИИ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ В ЛИСТОВЫХ СПЛАВАХ АМг5, АМг6, АМг10 И Д16

Е.А. Носова

Самарский национальный исследовательский университет имени академика С.П. Королёва
Россия, 443086, г. Самара, Московское шоссе, 34

Остаточные напряжения в листовых металлах и сплавах оказывают влияние на точность геометрических размеров изделий, получаемых методами листовой штамповки. В работе экспериментально изучено влияние начального состояния листовых заготовок из сплавов АМг5, АМг6, АМг10 и Д16 и степени их деформации при прокатке на остаточные зональные напряжения и физическое уширение линий интерференции рентгеновских лучей. Перед прокаткой заготовки из всех сплавов толщиной 2 мм подвергались отжигу, а заготовки из сплавов АМг10 и Д16 – закалке. Установлено, что проведение рекристаллизационного отжига после холодной прокатки не устраняет полностью влияния пластической деформации на зональные остаточные напряжения во всех исследованных сплавах. Физическое уширение рентгеновских линий интерференции после отжига увеличивается. Проведено изучение влияния размеров областей когерентного рассеяния и микроискажений кристаллической решетки на физическое уширение линий интерференции рентгеновских лучей. Увеличение физического уширения в сплавах АМг5 и АМг6 связано с наличием микроискажений кристаллической решетки, а в сплавах Д16 и АМг10 большее влияние на физическое уширение оказывает размер областей когерентного рассеяния в зависимости от степени обжатия при прокатке.

Ключевые слова: *алюминиевые сплавы, холодная прокатка, рекристаллизация, зональные остаточные напряжения, физическое уширение дифракционной решетки.*

Введение

Разработки в области создания композитных материалов и изделий на основе листовых алюминиевых сплавов направлены на повышение служебных характеристик, создание новых конструкций и узлов для различных отраслей машиностроения. Так, в работах [1–3] приведены результаты исследования слоистых алюминий-полимерных листов, в которых показано, что физико-механические и технологические свойства композита зависят от свойств исходных металлических листов, схемы сборки композита и объемной доли металла и полимера.

Получение высокоточных штамповок из композитных листов и матричных алюминиевых сплавов зависит от структурного состояния проката, которое определяется текстурой, формой и распределением дисперсных фаз, размером зерен и разнотерностью. Рост степени пластической деформации при прокатке, температура и продолжительность отжигов приводят к видоизменению состава компонент текстуры сплавов, что, в свою очередь, позволяет формировать

Екатерина Александровна Носова (к.т.н., доц.), доцент кафедры «Технология металлов и авиационное материаловедение».

благоприятные показатели технологичности, как показано в работах на примере сплавов В95 и 1420 [4, 5]. Как правило, все структурные изменения, в том числе изменение текстуры, сопровождаются изменением остаточных напряжений. Напряжения влияют на способность материалов к операциям листовой штамповки и сохранение потребительских свойств металлоизделий в процессе их сборки и эксплуатации, как показано в работах [6, 7] на примере сплавов Д16, АМг10, АМг6, АМг5. Минимальный объем материала, внутри которого сохраняется текстурная картина, состоит из нескольких кристаллитов, поэтому, вероятнее всего, она будет отражаться на уровне остаточных микронапряжений и статических искажений кристаллической решетки [8]. В связи с этим целью данной работы было установить, как влияют обжатия при прокатке и применение отжигов на уровень остаточных макронапряжений и физического уширения рентгеновских линий в высоколегированных алюминиевых сплавах, предназначенных для листовой штамповки.

Материалы и методика

Исследованию подвергались деформируемые алюминиевые сплавы АМг5, АМг6, АМг10 и Д16, имеющие высокие показатели прочности и достаточную пластичность, которые применяются для получения обшивок, топливных баков и других изделий методами листовой штамповки. Состав листовых образцов из исследуемых сплавов, определенный с помощью рентгеноспектральной приставки электронного микроскопа, представлен в таблице.

Массовая доля элементов в исследуемых сплавах, полученная по результатам исследования на растровом электронном микроскопе

Сплав	Массовая доля элементов, % по массе							
	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zr	Ti
АМг5	Основа	–	5,1	0,6	0,1	0,1	–	–
АМг6		–	6,2	0,6	0,2	0,1	–	0,05
АМг10		Co=0,01	10,1	–	–	Be=0,06	0,15	0,05
Д16		4,19	1,54	0,5	0,3	0,2	–	0,05

Холоднокатанные отожженные заготовки из сплавов толщиной 3–3,5 мм подвергались холодной листовой прокатке со степенями обжатий $\varepsilon \approx 20, 30$ и 50 % и последующему рекристаллизационному отжигу. Для сплавов АМг5 и АМг6 температура отжига составила 380–400 °С, для АМг10 Тотж = 430°С, для Д16 500°С. Поскольку прокат из термически упрочняемых сплавов для дальнейшей листовой штамповки поставляется как в отожженном, так и естественно состаренном состоянии, то одну партию заготовок из Д16 и АМг10 перед прокаткой отжигали, а вторую – закаливали для АМг10 (Тзак=430 °С, для Д16 500 °С, охлаждение в воде). После этого образцы прокатывали без нагрева и подвергали естественному старению в течение 7 суток. Съемку дифрактограмм проводили в направлении прокатки в плоскости листовых заготовок. Остаточные макронапряжения оценивали по изменению и смещению линий интерференции плоскости (311), поскольку в работах [9, 10] показано, что измерение зональных напряжений требует оценки изменения по задним линиям. Долю, вносимую остаточ-

ными микронапряжениями или появлением областей когерентного рассеяния, определяли из неравенства [9]

$$\frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2} < \frac{\beta_2}{\beta_1} < \frac{\operatorname{tg} \theta_2}{\operatorname{tg} \theta_1},$$

где θ_1, θ_2 – угол отражения двух порядков рентгеновских лучей от одной и той же системы плоскостей (hkl);

β_1 и β_2 – физические уширения отражения от одной и той же системы плоскостей (hkl).

Из теории рентгеноструктурного анализа: если $\frac{\beta_2}{\beta_1} = \frac{\operatorname{tg} \theta_2}{\operatorname{tg} \theta_1}$, то уширение

вызвано только микроискажениями; если $\frac{\beta_2}{\beta_1} = \frac{\cos \theta_1}{\cos \theta_2}$, то в образце нет искажений и все уширение вызвано только мелким размером частиц.

Результаты

Графики изменения зональных остаточных напряжений для сплавов АМг5, АМг6 в деформированном и отожженном состоянии представлены на рис. 1, АМг10 и Д16 в отожженном и состаренном состоянии – на рис. 2.

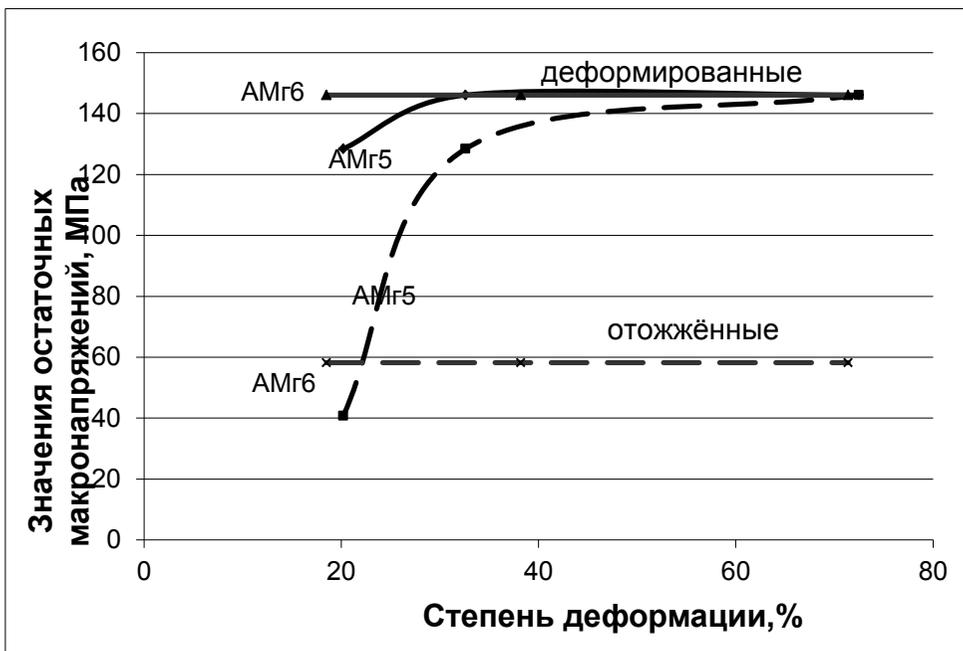


Рис. 1. Изменение остаточных поверхностных макронапряжений в сплавах АМг5 и АМг6 после деформации (— сплошная линия) и отжига (--- пунктирная линия)

Представленные на рис. 1 графики показывают, что зональные остаточные напряжения возрастают в сплаве АМг5 по мере увеличения степени деформации. Остаточные напряжения в сплаве АМг6 в холодно-деформированном состоянии на 12...15 % выше, чем в сплаве АМг5 при степени обжатия 20 %. Увеличение степени деформации приводит к уменьшению этой разницы, и при величине обжатия около 30 % эта разница исчезает совсем. Отжиг в указанных сплавах при-

водит к снижению уровня напряжений. Так, в сплаве АМг6 напряжения снижаются в среднем в 2,5 раза. В сплаве АМг5 при степенях деформации 20 % уменьшение напряжений происходит в 3,2...3,5 раза (от 110 до 30 МПа).

Отжиг образцов из сплава АМг5, деформированных на 30 %, приводит к снижению зональных напряжений на 10...12 % (от 143...145 до 125...127 МПа). При больших степенях деформации эта разница исчезает.

При деформации отожженного сплава АМг10 (рис. 2) зональные напряжения имеют отрицательный знак, то есть являются сжимающими. Только при степени деформации выше 7 % зональные напряжения становятся положительными. Характер изменения не является монотонным, как это наблюдалось для сплавов АМг5 и АМг6: сначала деформация при малых значениях обжатия (от 2 до 4 %) приводит к резкому увеличению напряжений, затем напряжения уменьшаются и при степени деформации около 7 % преодолевают нулевую отметку. Закалка приводит к возникновению растягивающих напряжений в сплаве АМг10.

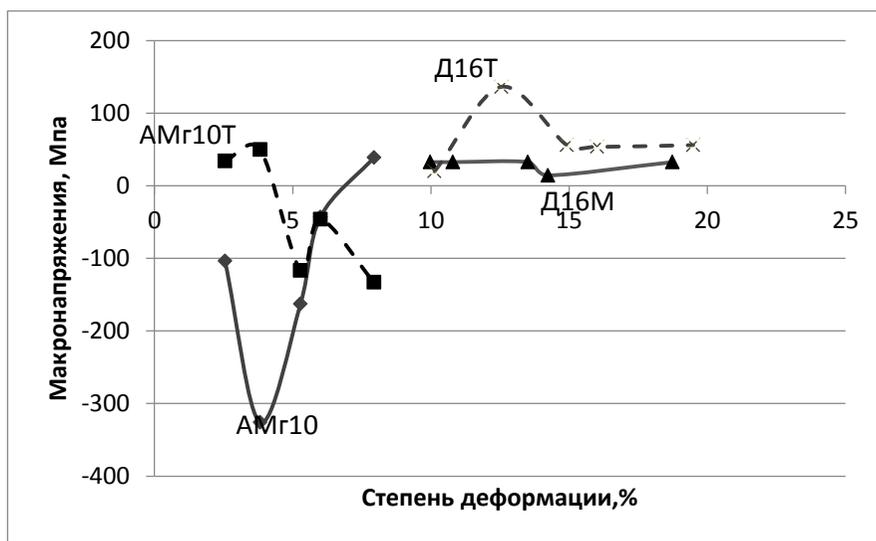


Рис. 2. Изменение остаточных поверхностных макронапряжений в сплавах Д16 и АМг10 после деформации в отожженном (— сплошная линия) и закаленном (--- пунктирная линия) состоянии

Деформация сплава АМг10 в закаленном состоянии также приводит к росту уровня напряжений, но этот рост не так сильно выражен, как для отожженного состояния. Увеличение степени деформации закаленного сплава приводит к уменьшению зональных напряжений, и при степени деформации около 4,5 % они переходят через нулевое значение. В сплаве Д16 после деформации в обоих состояниях зональные остаточные напряжения имеют положительный знак. С ростом степени деформации в отожженном сплаве Д16 остаточные напряжения практически не изменяются. Закаленный сплав показывает увеличение зональных напряжений при деформировании от 10 до 12 %, а затем напряжения снижаются при степени деформации 15 % и при дальнейшем деформировании практически не изменяются.

Графики зависимости физического уширения рентгеновских линий для сплавов АМг5 и АМг6 приведены на рис. 3, для сплавов АМг10 и Д16 – на рис. 4.

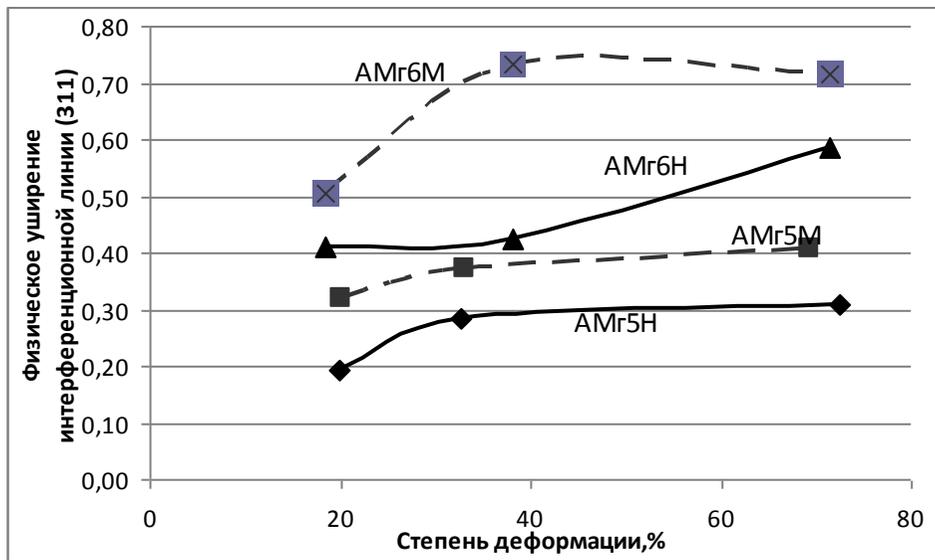


Рис. 3. Изменение физического уширения интерференционных линий (311) в сплавах АМг5 и АМг6 после деформации (— сплошная линия) и отжига (--- пунктирная линия)

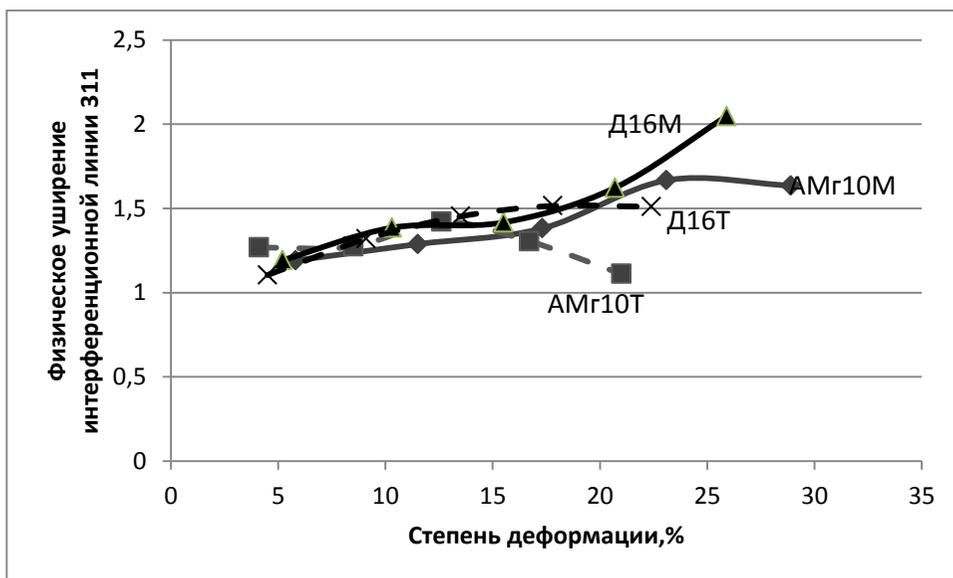


Рис. 4. Изменение физического уширения интерференционных линий (311) в сплавах Д16 и АМг10 после деформации в отожженном (— сплошная линия) и закаленном (--- пунктирная линия) состоянии

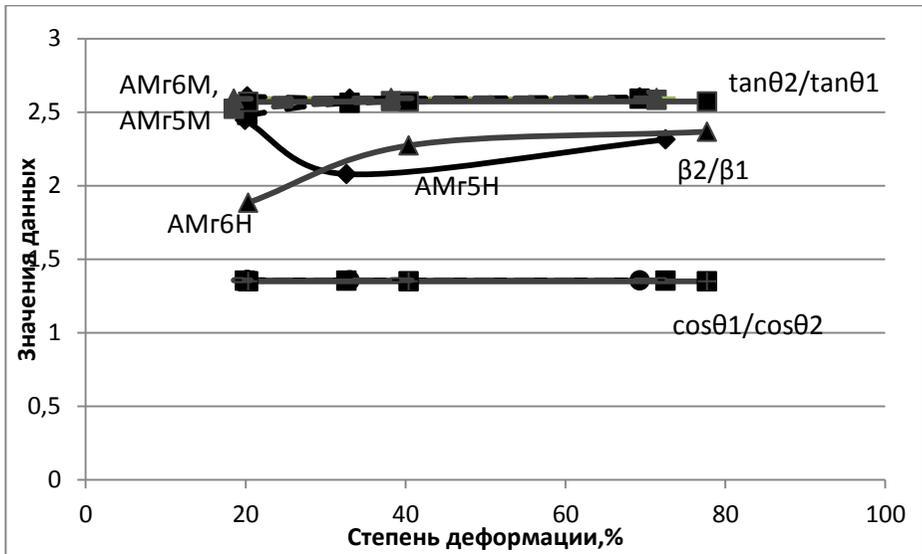
Как видно из рис. 3, физическое уширение для линии (311) в сплаве АМг5 имеет меньшие значения, чем в сплаве АМг6. Отожженное состояние характеризуется повышенными значениями физического уширения рентгеновских линий по сравнению с нагартованным состоянием. Деформирование сплава АМг6 со степенью 38...40 % приводит к наиболее заметным изменениям физического уширения при отжиге.

Физическое уширение рентгеновских линий в сплавах АМг10 и Д16 (рис. 4) имеет примерно одинаковый уровень значений и слегка увеличивается для образцов, деформированных со степенями от 5 до 17 %. Дальнейший рост обжатий приводит к снижению значений физического уширения в сплаве АМг10, исходное состояние которого до деформации было закаленным. Значения физического уширения отожденного сплава АМг10, деформированного со степенями выше 20 %, незначительно увеличиваются. В закаленном сплаве Д16 значения физического уширения линий (311) увеличиваются от 1,1...1,2 до 1,5 при деформировании от 5 до 15 %. Дальнейший рост степени обжатия не приводит к значительному изменению значений физического уширения. В сплаве Д16, деформация которого проводилась после отжига, физическое уширение продолжает увеличиваться до 2,0...2,1 при степенях обжатия 26...27 %.

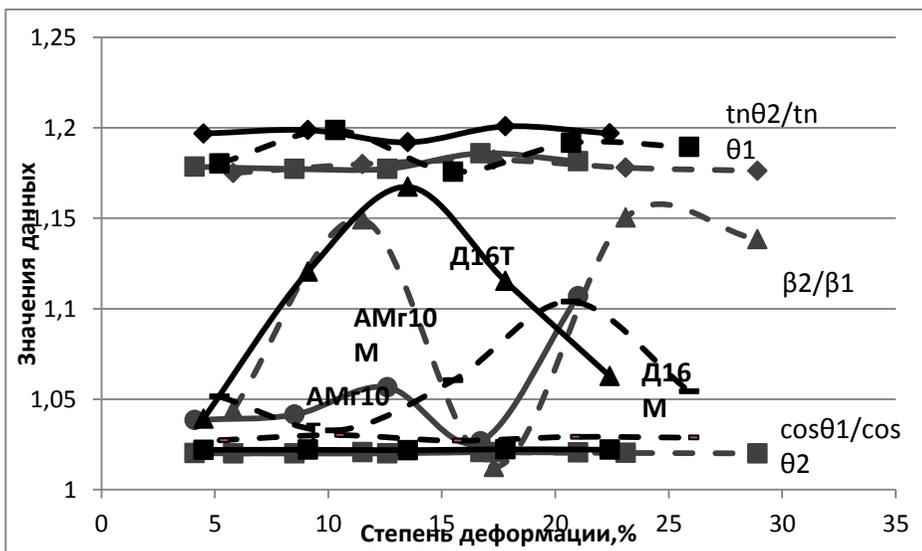
Физическое уширение рентгеновских линий в сплавах АМг10 и Д16 (рис. 4) имеет примерно одинаковый уровень значений и слегка увеличивается для образцов, деформированных со степенями от 5 до 17 %. Дальнейший рост обжатий приводит к снижению значений физического уширения в сплаве АМг10, исходное состояние которого до деформации было закаленным. Значения физического уширения отожденного сплава АМг10, деформированного со степенями выше 20 %, незначительно увеличиваются. В закаленном сплаве Д16 значения физического уширения линий (311) увеличиваются от 1,1...1,2 до 1,5 при деформировании от 5 до 15 %. Дальнейший рост степени обжатия не приводит к значительному изменению значений физического уширения. В сплаве Д16, деформация которого проводилась после отжига, физическое уширение продолжает увеличиваться до 2,0...2,1 при степенях обжатия 26...27 %.

На рис. 5 представлена проверка влияния микроискажений кристаллической решетки и областей когерентного рассеяния на величину физического уширения, где сплошные линии соответствуют закаленному состоянию, пунктирные – отожденному, черный цвет – сплаву Д16, серый – сплаву АМг10.

Как видно из рис. 5(а), значения соотношения физического уширения двух соседних порядков отражения рентгеновских линий β_2/β_1 сплавов АМг5 и АМг6 после проведения холодной деформации (АМг5Н и АМг6Н). В сплаве АМг5 при малых деформациях (около 20 %) значения β_2/β_1 совпадают с соотношением тангенсов углов отражения, то есть физическое уширение связано с микроискажениями кристаллической решетки. При деформировании со степенями обжатия около 30...35 % физическое уширение снижается в сторону обратного соотношения косинусов, то есть на него начинают оказывать влияние области когерентного рассеяния. При степенях деформации около 70...75 % график соотношения β_2/β_1 снова приближается к линии соотношения тангенсов углов отражения. Для сплава АМг6 при степенях обжатия около 20 % график β_2/β_1 находится вблизи линии изменения обратного соотношения косинусов углов отражения. С ростом степени обжатия график β_2/β_1 для сплава АМг6 монотонно приближается к линии соотношения тангенсов. После отжига сплавов АМг5 и АМг6 значения β_2/β_1 совпадают с линиями соотношения тангенсов углов отражения.



а



б

Рис. 5. Изменение соотношения физического уширения двух порядков отражения от плоскости (311):

а – в сплавах АМг5 и АМг6 после деформации (— сплошная линия) и отжига (--- пунктирная линия); б – в сплавах Д16 и АМг10 после деформации в отожженном (--- пунктирная линия) и закаленном (— сплошная линия) состоянии

Для сплава Д16 (рис. 5, б) значения β_2/β_1 находятся между соотношением тангенсов соответствующих углов и обратным соотношением косинусов. Это значит, что физическое уширение может являться следствием как образования областей когерентного рассеяния, так и появления остаточных микронапряжений. Например, для сплава Д16 в закаленном состоянии (сплошная черная линия) при степени деформации 4–5 % отношение β_2/β_1 находится ближе к обратному

соотношению косинусов углов отражения, что свидетельствует о значительной доле влияния областей когерентного рассеяния. Деформирование закаленного Д16 до 14...15 % приводит к увеличению доли микронапряжений внутри решетки, поскольку значения β/β_1 приближаются к соотношениям тангенсов.

В отожженном сплаве Д16 (черная пунктирная линия) линия изменения β_2/β_1 с ростом степени обжатия проходит ближе к обратному соотношению косинусов, следовательно, значительную роль в физическом уширении играет появление областей когерентного рассеяния, так же как и в сплаве АМг10 при деформировании в закаленном состоянии (серая сплошная линия).

Обсуждение. Более высокий уровень зональных напряжений в сплаве АМг6 по сравнению со сплавом АМг5 связан, вероятно, с более высоким содержанием магния, что приводит к большей искаженности кристаллической решетки. Снижение значений напряжений при отжиге можно объяснить протеканием процессов рекристаллизации, приводящей структуру сплава к равновесному состоянию. В более пластичном сплаве АМг5 при обжатиях до 30 % возвращение структуры к исходному состоянию протекает более интенсивно. Более высокие значения обжатий в сплаве АМг5 сохраняют тенденцию к увеличению даже после отжига, что может свидетельствовать о структурных изменениях при значительном деформировании, которые не устраняются при рекристаллизации.

Переход вида зональных напряжений из растягивающих к сжимающим в сплаве АМг10 по сравнению с менее легированными аналогами АМг5 и АМг6 может быть связан со значительным содержанием избыточных фаз, создающих вокруг себя поля упругих искажений. Так как β -фаза имеет некогерентные границы с твердым раствором [11], при деформировании дислокации будут тормозиться вокруг дисперсных включений, что приведет к упругому сжатию кристаллической решетки обеих структур (твердого раствора и дисперсных фаз).

Деформирование закаленного сплава Д16 по сравнению с отожженным может вызывать более высокий уровень зональных напряжений по причине избыточного содержания легирующих элементов в твердом растворе. Структура пересыщенного твердого раствора в алюминиевых сплавах, как показано в источниках [12–14], приводит к большему количеству систем скольжения, что вызывает более интенсивное упрочнение при холодном деформировании, а следовательно, и более высокую плотность дислокаций.

Увеличение физического уширения с ростом степени деформации сплава АМг6 обусловлено увеличением влияния микроискажений кристаллической решетки за счет роста плотности дислокаций. В нагартованном сплаве АМг5 рост физического уширения связан с преобладающей ролью микроискажений и незначительной ролью областей когерентного рассеяния, влияние которых наиболее сильно выражено при степенях обжатия 30...35 %. Более высокий уровень физического уширения в отожженных сплавах АМг5 и АМг6 по сравнению с нагартованным состоянием может быть вызван микроискажениями кристаллической решетки. Причем это влияние с ростом степени предшествующей деформации остается неизменным. Это означает, что протекание рекристаллизации не сопровождается уменьшением искажений кристаллической решетки. С другой стороны, измельчение зеренной структуры при рекристаллизации приводит к увеличению протяженности границ зерен. Поскольку границы имеют высокую плотность дефектов кристаллической решетки, это может вызывать рост микроискажений.

Результаты работы [15] показывают, что после равноканального углового прессования и прокатки были получены самые высокие значения предела прочности и довольно низкие показатели пластичности. Причем после отжига при температуре 500 °С прочность повышается на 25...30 %. В работе [16] приводятся результаты отжига быстро закристаллизованной фольги из сплава АМг6, в которых показано, что физическое уширение дифракционной решетки уменьшается с ростом температуры отжига.

В термически упрочняемых сплавах рост роли микроискажений кристаллической решетки в изменении физического уширения от степени деформации может быть вызван ростом плотности дислокаций. Появление дислокационных стенок и петель при значительных обжатиях приводит к образованию субзерен, что приводит к повышению роли размеров областей когерентного рассеяния. Подобная модель трансформации структуры высоколегированных сплавов представлена в работе [12].

Выводы

1. Зональные остаточные напряжения в сплавах АМг5 и АМг6 являются растягивающими и увеличиваются с ростом степени обжатия при прокатке от 20 до 75 %: на 5...7 % в сплаве АМг6 и в 2,5...3 раза в сплаве АМг5.
2. Отжиг холоднокатаных заготовок приводит к снижению уровня зональных остаточных напряжений в 2...3 раза. При этом зависимости от степени деформации зональных напряжений в сплаве АМг6 после отжига не наблюдается. В сплаве АМг5 зональные остаточные напряжения после отжига зависят от степени деформации при прокатке. Наиболее заметный рост напряжений в 2...2,5 раза наблюдается в интервале обжатий 20...33 %, дальнейшее увеличение обжатия до 72...75 % приводит к росту напряжений на 10...12 %.
3. В сплаве Д16 при деформации после отжига изменение зональных остаточных напряжений не связано с ростом степени обжатия. В закаленном состоянии эта зависимость наблюдается при степени деформации 10...12 %. При степенях обжатия до 15 % зональные напряжения снижаются и далее практически не изменяются.
4. В сплаве АМг10 зональные напряжения имеют сжимающий характер для обоих состояний. Изменение зональных напряжений в этом сплаве от степени деформации имеет немонотонный характер.
5. Физическое уширение рентгеновских линий в четырех исследованных сплавах увеличивается с ростом степени деформации. Проведение отжига приводит к росту физического уширения в сплавах АМг5 и АМг6. Это изменение наиболее ярко выражено для сплава АМг6. Это изменение в сплавах АМг5 и АМг6 связано в основном с микроискажениями кристаллической решетки (микронапряжениями). В закаленном сплаве АМг10 физическое уширение с ростом степени деформации в большей степени зависит от фрагментации структуры, то есть изменения размеров областей когерентного рассеяния. В отожженном сплаве АМг10, а также Д16 в закаленном и отожженном состоянии влияние размеров областей когерентного рассеяния и микроискажений кристаллической решетки изменяется с ростом степени обжатия немонотонно. При малых обжатиях до 5 % преобладающее влияние оказывают размеры областей когерентного рассеяния. Рост обжатия вызывает увеличение доли влияния микро-

искажения. При определенных обжатиях (для сплава Д16Т – при 15 %, Д16М – при 20 %, АМг10М – при 13 %) это влияние достигает максимального значения и затем начинает плавно уменьшаться.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. *Kotik H.G., Ipiña J.E.P.* Short-beam shear fatigue behavior of fiber metal laminate (Glare) // International Journal of Fatigue. – 2017. – № 95. – С. 236–242.
2. *Bikakis G.S.E.* Simulation of the dynamic response of GLARE plates subjected to low velocity impact using a linearized spring-mass model // Aerospace Science and Technology. – 2017. – № 64. – С. 24–30.
3. *Abouhamzeh M., Sinke J., Jansen K.M.B., Benedictus R.* Thermo-viscoelastic analysis of GLARE // Composites Part B: Engineering. – 2016. – № 99. – С. 1–8.
4. *Гречников Ф.В., Антюпов В.В., Ерисов Я.А., Гречникова А.Ф.* Повышение технологичности аломостеклопластиков путем формирования в листах из сплава эффективной кристаллографической текстуры // Известия высших учебных заведений. Цветная металлургия. – 2014. – № 6. – С. 38–43.
5. *Постнов А.В., Постнов В.И., Казаков И.А.* Особенности технологий формования профильных конструкций из металлополимерных композиционных материалов // Известия СамНЦ РАН. – 2009. – № 3 (2). – С. 499–508.
6. *Sun T., Roy M.J., Strong D., Withers P.J., Prangnell P.B.* Comparison of residual stress distributions in conventional and stationary shoulder high-strength aluminum alloy friction stir welds // Journal of Materials Processing Technology. – 2017. – № 242. – С. 92–100.
7. *Kim B., Min J.* Residual stress distributions and their influence on post-manufacturing deformation of injection-molded plastic parts // Journal of Materials Processing Technology Volume. – 2017. – № 245. – С. 215–226.
8. *Araghchi M., Mansouri H., Vafaei R., Guo Y.* A novel cryogenic treatment for reduction of residual stresses in 2024 aluminum alloy // Materials Science and Engineering: A. – 2017. – № 689. – С. 48–52.
9. Рентгенографический и электронно-графический анализ металлов / *Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А.* – М.: Металлургиздат, 1963. – 256 с.
10. *Бер Л.Б.* Практика использования рентгеновских методов исследования алюминиевых сплавов (Обзор) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. – 2007. – Т. 73. – № 7. – С. 29–40.
11. *Мондольфо Л.Ф.* Структура и свойства алюминиевых сплавов / Пер. с англ. под ред. Ф.И. Квасова и др. – М.: Металлургия, 1979. – 639 с.
12. *Колбасников Н.Г.* Теория обработки металлов давлением. Физические основы прочности и пластичности металлов: Учеб. пособие. – СПб.: Изд-во СПбГПУ, 2004. – 268 с.
13. *Zhang Y., Yi Y., Huang S., Dong F.* Influence of quenching cooling rate on residual stress and tensile properties of 2A14 aluminum alloy forgings // Materials Science and Engineering: A. – 2016. – № 674. – С. 658–665.
14. *Guo R., Wu J., Liu W., Zhang Z., Wang M., Guo S.* Investigation of heat transfer on 2024 aluminum alloy thin sheets by water spray quenching // Experimental Thermal and Fluid Science. – 2016. – № 72. – С. 249–257.
15. *Чувильдеев В.Н., Грязнов М.Ю., Копылов В.И., Сысоев А.Н., Овсянников Б.В., Флягин А.А.* Механические свойства микрокристаллического алюминиевого сплава АМг6 // Вестник ННГУ. – 2008. – № 4. – С. 35–42.
16. *Шепелевич В.Г.* Структура быстрозатвердевших фольг сплава АМг6 // Вестник ГГТУ им. П.О. Сухого. – 2007. – № 1(28). – С. 12–16.

Статья поступила в редакцию 19 апреля 2017 г.

RESEARCH OF DEFORMATION AND HEAT TREATMENT EFFECT ON RESIDUAL MACRO STRESSES LEVEL AND PHYSICAL WIDTH OF X-RAY INTERFERENCE PEAKS IN SHEET ALLOYS AMG5, AMG6, AMG10 AND D16

E.A. Nosova

Samara University
34, Moskovskoye shosse, Samara, 443086, Russian Federation

Residual stresses in sheet metals and alloys effect on parts geometry sizes accuracy, produced by sheet stamping operations. In this research, effect of aluminium alloys AMg5, AMg6, AMg10 and D16 sheet blanks' initial state and deformation ratio on residual macro stresses and physical width of X-ray interference peaks is experimentally studied. All alloys' sheet blanks 2 mm thickness were undergone to annealing and alloys AMg10 and D16 were undergone to quenching before cold rolling. It was found that recrystallization annealing after cold rolling does not eliminate completely cold deformation' effect on residual macro stresses in all considered alloys. Physical width of X-ray interference peaks increases after annealing. Study of coherent dispersion areas sizes and crystal lattice' micro distortion' role is performed. Physical width increasing in alloys AMg5 and AMg6 is due to crystal lattice micro distortion, meanwhile in alloys AMg10 and D16 coherent dispersion areas sizes play the most effect on X-ray interference peaks' physical width at cold rolling.

Keywords: aluminium alloys, cold rolling, recrystallization, residual macro stresses, X-ray interference peaks width.