

## Влияние добавок марганца и циркония на структуру и сверхпластичность сплавов типа АК4-1

†Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К.

Кафедра металловедения цветных металлов НИТУ «МИСиС», г. Москва

†kotov@misis.ru

## Effect of manganese and zirconium additions on the structure and superplasticity of AK4-1 type alloys

A.D. Kotov, A.V. Mikhaylovskaya, V.K. Portnoy

National University of Science and Technology "MISIS", Moscow

Исследованы характеристики зеренной структуры и сверхпластичность листов из сплавов системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni с 0,25%Zr и 0,25%Zr и 0,8%Mn совместно. Показано, что при легировании сплава только Zr средний размер рекристаллизованных зерен составляет 2,5 мкм, а при легировании одновременно Zr и Mn - 5,2 мкм. Значение оптимальной скорости сверхпластической деформации в сплаве с 0,25%Zr -  $3 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ , с 0,25%Zr и 0,8%Mn -  $1 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ , а относительное удлинение при оптимальной скорости деформации - 720 % и 320 % соответственно. Использование высокоскоростного рекристаллизационного нагрева в селитровой ванне перед сверхпластической деформацией обеспечивает более мелкое зерно, вследствие чего максимум  $m$  смещается в сторону более высоких скоростей деформации, увеличивается относительное удлинение и снижается напряжение течения.

**Ключевые слова:** алюминиевые сплавы, микроструктура, сверхпластичность, механические свойства, относительное удлинение, напряжение течения.

The grain structure and superplasticity of sheets of Al-Cu-Mg-Fe-Ni alloys with 0.25 % Zr and with 0.25%Zr and 0.8%Mn were investigated. It is shown that alloying of zirconium provides the average grain size in alloy of 2.5  $\mu\text{m}$ , and the alloying simultaneously Zr and Mn gives the grain size of 5.2  $\mu\text{m}$ . The value of the optimal strain rate of superplastic deformation of the alloy with 0.25 % Zr is  $3 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , while with 0.25%Zr and 0.8%Mn is  $1 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , and elongation at optimum strain rate is 720 % and 320 %, respectively. It is shown that annealing in saltpeter before superplastic deformation provides a finer grain. Consequently, the maximum  $m$  shifts to higher strain rate, the elongation increases and the flow stress is reduced.

**Keywords:** aluminum alloys, fine-grained structure, superplasticity, mechanical properties, elongation, flow stress.

### 1. Введение

Сверхпластическая формовка (СПФ) представляет большой интерес для производства деталей сложной формы в авиационной, автомобильной и других отраслях промышленности. Метод обеспечивает возможность изготовления сложных по форме деталей с чрезвычайно большими степенями общей и местной деформации за одну технологическую операцию. Эффект сверхпластичности проявляется у сплавов с размером зерна менее 10 мкм [1-2], и, чем меньше этот параметр, тем большие скорости деформации можно использовать при сверхпластической формовке, что повышает ее эффективность.

Получение микроструктуры возможно за счет формирования в процессе термической и деформационной обработки гетерогенной структуры с частицами вторых фаз различной дисперсности. Сравнительно крупные частицы (1 - 2 мкм) благодаря локальному искажению решетки способствуют зарождению новых зерен при рекристаллизации, мелкие частицы ( $< 0,3 \text{ мкм}$ ) тормозят процессы статической рекристаллизации и сдерживают рост зерен в процессе сверхпластической деформации (СПД) [3,4]. Известно, что образование дисперсных интерметаллидов (дисперсоидов, размерами обычно 10-50 нм) в алюминиевых сплавах обеспечивается за счет добавок переходных металлов, таких как Zr, Sc, Cr и Mn. В ряде работ [5-7] показана эффективность легирования алюминиевых сплавов с точки зрения из-

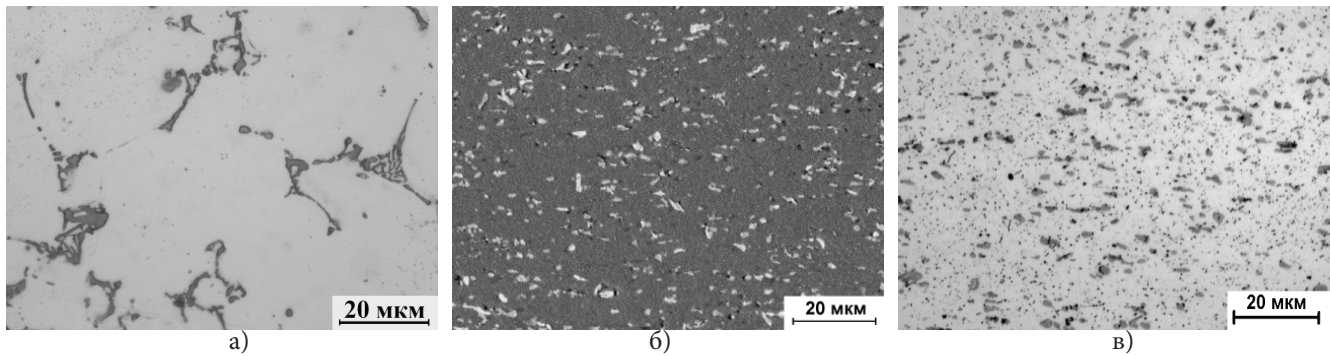


Рис. 1. Структура сплава 1 после гомогенизационного отжига (а), после горячей (б) и холодной прокатки на 70 % (в).

мельчения рекристаллизованного зерна сразу несколькими добавками переходных металлов.

В данной работе исследовали структуру и сверхпластичность сплава Al–Cu–Mg–Fe–Ni, дополнительно легированного цирконием, а также совместно марганцем и цирконием. Сплавы этой группы относятся к термически упрочняемым жаропрочным сплавам на основе алюминия типа АК4-1 или AA2618, применяемым в авиационной и автомобильной промышленности. Однако, по сведениям [8,9], сплавы этой группы с рекристаллизованным зерном 9-10 мкм обладают невысокими показателями сверхпластичности:  $\delta=230\%$  при  $\dot{\epsilon}=1\cdot10^{-4}\text{ с}^{-1}$  и  $T=530\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Особенностью микроструктуры подобных сплавов является наличие частиц эвтектического происхождения  $\text{Al}_3\text{FeNi}$  [10,11], имеющих в листе равноосную, близкую к сферической форму, которые могут служить центрами рекристаллизации при нагреве холоднокатаного листа для формирования более мелкого зерна. Для получения холоднокатаных листов в данной работе применяли традиционные для промышленности горячую и холодную прокатку и отжики, а для дополнительного измельчения рекристаллизованного зерна и ограничения роста зерен в процессе СПД сплавы легировали дисперсоидообразующими добавками Zr и Mn.

## 2.Методика проведения экспериментов

Исследовали два сплава системы Al–Cu–Mg–Fe–Ni–Zr, отличающихся по составу только содержанием Mn (табл. 1). От промышленного сплава АК4-1 сплавы отличаются количеством Cu и наличием добавок Mn и Zr.

Слитки отливали в медную водоохлаждаемую изложницу размерами  $100 \times 40 \times 20\text{ мм}$ . Термическую обработку вели в муфельной электрической печи с поддержанием температуры  $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Гомогенизационный отжиг проводили по двухступенчатому режиму:  $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 3 ч +  $480\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 5 ч. Для горячей ( $\epsilon = 80\%$ ,  $t = 420\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) и холодной ( $\epsilon = 70\%$ ,  $t = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) прокатки использовали лабораторный двух-

валковый прокатный стан ДУО250, прокатывали лист до конечной толщины 1 мм. Для сплава 1 перед холодной прокаткой применяли отжиг при  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$  [12]. Рекристаллизационный отжиг холоднокатаных листов проводили при температуре  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 20 минут в печи с воздушной атмосферой и в селитровой ванне.

Микроструктуру сплавов изучали с помощью светового микроскопа “Carl Zeiss Axiovert 200MMat”. Микрошлифы готовили методами механического шлифования и полирования, при необходимости применяли электролитическое полирование при напряжении 15-20В в электролите состава: 60 %  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ , 20 %  $\text{HClO}_4$  и 10 % глицерина. Для выявления зеренной структуры образцы травили 0,5 % раствором HF в воде. Размер частиц и зерен определяли методом случайных секущих, анализируя не менее 250 пересечений.

Показатели сверхпластичности определяли на универсальной испытательной машине 1231-Y10 с компьютерным управлением перемещением траверсы и регистрацией результатов растяжения. Испытания проводили при температуре  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$  на образцах с размерами рабочей части  $14 \times 6 \times 1\text{ мм}$ . Показатель  $m$ , характеризующий чувствительность напряжения к изменению скорости деформации, определяли по наклону кривых зависимости логарифма напряжения от логарифма скорости, полученных по результатам испытаний на растяжение со ступенчатым повышением скорости в 1,5 раза. Испытания с постоянной скоростью деформации проводили в интервале скоростей  $(1\cdot10^{-3} - 8\cdot10^{-3}\text{ с}^{-1})$ .

## 3.Результаты экспериментов и их обсуждение

В обоих сплавах в процессе гомогенизационного отжига, а затем в процессе горячей прокатки происходит фрагментация и сфероидизация эвтектической фазы  $\text{Al}_3\text{FeNi}$  (Рис.1 а, б). После холодной прокатки сплавов получили листы с гетерогенной структурой (Рис.1 в).

Микроструктура сплавов характеризуется наличием равномерно распределенных частиц (преимущественно фазы  $\text{Al}_3\text{FeNi}$ ) со средним размером  $1,6 \pm 0,1\text{ мкм}$  в матрице алюминиевого твердого раствора. Рассчитанная по программе Thermo-Calc объемная доля фаз при температуре  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$  составила 8 %, измеренная методом случайных секущих  $10 \pm 2\%$ .

После рекристаллизационного отжига холоднокатаных листов в течение 20 минут при температуре  $520\text{ }^{\circ}\text{C}$  в сплаве 1 получили средний размер зерна  $L = 5,2 \pm 0,2\text{ мкм}$

Таблица 1.

Химический состав исследованных сплавов (масс.%).

Сплав	Содержание элементов, % (масс.)					
	Fe	Mn	Ni	$\Sigma(\text{Cu}+\text{Mg})$	Zr	Al
1	1	0,8	1	4,8	0,25	Ост.
2	1	-	1	4,8	0,25	Ост.

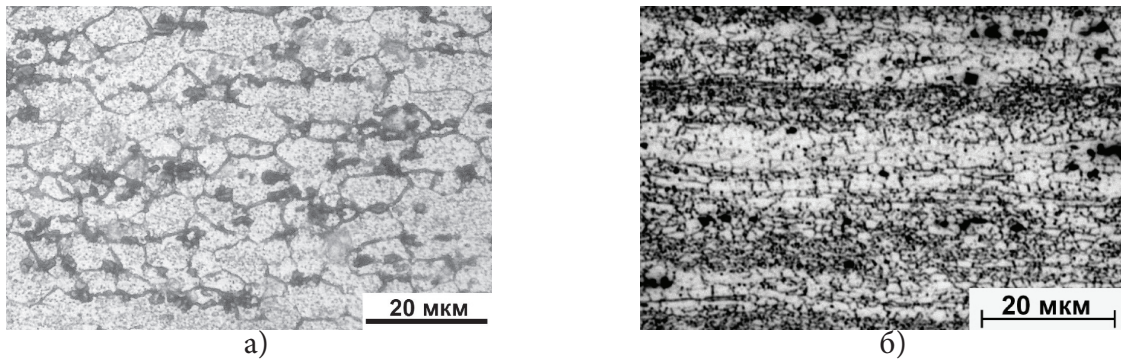


Рис. 2. Структура сплава 1 (а) и сплава 2 (б) после рекристаллизационного отжига в течение 20 мин. при 520 °С.

(рис. 2 а, табл. 2), в то время как в сплаве 2 без марганца размер зерна составил  $2,5 \pm 0,2$  мкм, (рис. 2 б, табл. 2).

Для ряда алюминиевых сплавов из-за их высокой энергии дефекта упаковки применение ускоренного нагрева до температуры рекристаллизационного отжига

Таблица 2.

Характеристики исследованных сплавов.

Сплав	Способ нагрева	L, мкм	$\dot{\epsilon}$ , с <sup>-1</sup>	$\sigma$ , МПа	$\delta$ , %
1	Воздух	$5,2 \pm 0,2$	$1 \cdot 10^{-3}$	8	320
			$4 \cdot 10^{-3}$	13	190
	Селитра	$3,2 \pm 0,2$	$4 \cdot 10^{-3}$	10	500
2	Воздух	$2,5 \pm 0,2$	$3 \cdot 10^{-3}$	7	720
			$8 \cdot 10^{-3}$	13	450
	Селитра	$1,7 \pm 0,1$	$3 \cdot 10^{-3}$	5	800
			$8 \cdot 10^{-3}$	7	780

положительно влияет на показатели сверхпластичности благодаря сохранению повышенной плотности дислокаций при нагреве и формированию более мелкого зерна. Поэтому исследовали листы сплавов, предварительно перед СПД отожженные в селитровой ванне в течение 5 мин. при 520 °С. Высокоскоростной нагрев в селитре привел к уменьшению размера зерна до  $3,2 \pm 0,2$  мкм в сплаве 1 и до  $1,7 \pm 0,1$  мкм в сплаве 2. Отожженные

образцы испытывали со скачковым повышением скорости деформации при 520 °С (рис. 3 а, б).

Максимум показателя  $m$  для сплава 1 при нагреве на воздухе соответствует скорости  $1 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup>, а при нагреве в селитре  $4 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> (рис. 3 б). Для сплава 2 максимум  $m$  при нагреве на воздухе соответствует  $3 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup>, а при предварительном нагреве в селитре оптимальная скорость возрастает до  $5 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> (Рис. 3 б). Таким образом, оптимальная скорость деформации ( $m \geq 0,4$ ) сплава 2 (без Mn) находится в области больших скоростей деформации, чем у сплава 1 с Mn.

При испытаниях с постоянной скоростью сверхпластической деформации ( $\dot{\epsilon}$ ) сплав 2 проявляет наиболее продолжительное устойчивое течение (рис. 4): при скорости деформации  $8 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> его относительное удлинение до разрушения ( $\delta$ ) составило 720 % (табл. 2). При этом напряжение течения ( $\sigma$ ) не превышает 6 МПа. Сплав 1 с Mn при оптимальной скорости СПД  $1 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> показывает удлинение 320 %, а при скорости  $4 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> - только 190 %.

Такое влияние Mn на структуру и показатели сверхпластичности исследованного сплава, возможно, является результатом того, что Mn связывает часть Zr в более грубые частицы интерметаллида, тем самым уменьшая содержание дисперсных частиц  $Al_3Zr$ .

При использовании предварительного отжига с высокоскоростным нагревом относительное удлинение сплава 1 с Mn закономерно увеличивается до 500 % при  $\dot{\epsilon} = 4 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup>. Напряжение течения при этом уменьшается с 15 до 10 МПа. Следует отметить, что при повышении скорости СПД с  $3 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> до  $8 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> в образцах сплава 2 в случае предварительного отжига в селитре величина

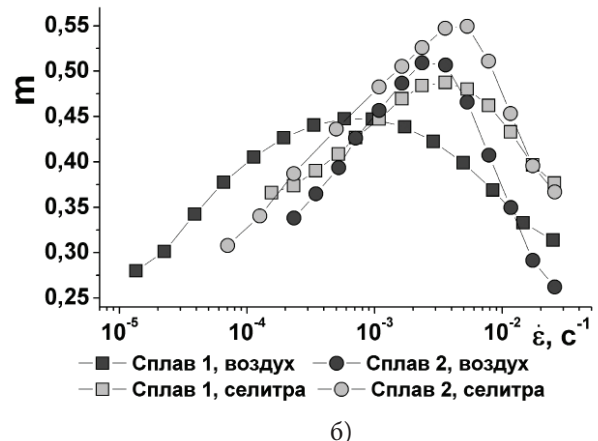
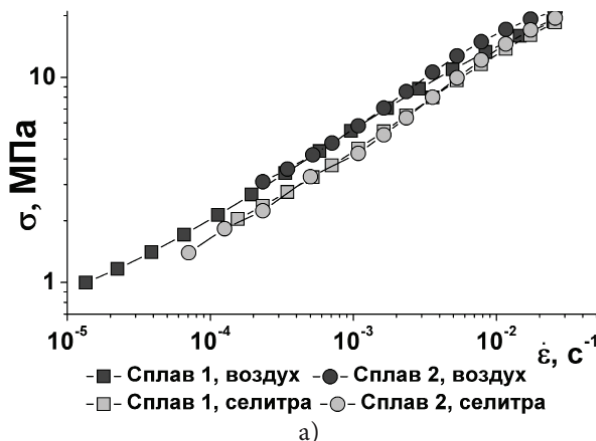


Рис. 3. Зависимости напряжения течения (а) и показателя скоростной чувствительности  $m$  (б) от скорости деформации для сплавов 1 и 2 после отжига в печи с воздушной атмосферой и в селитровой ванне.



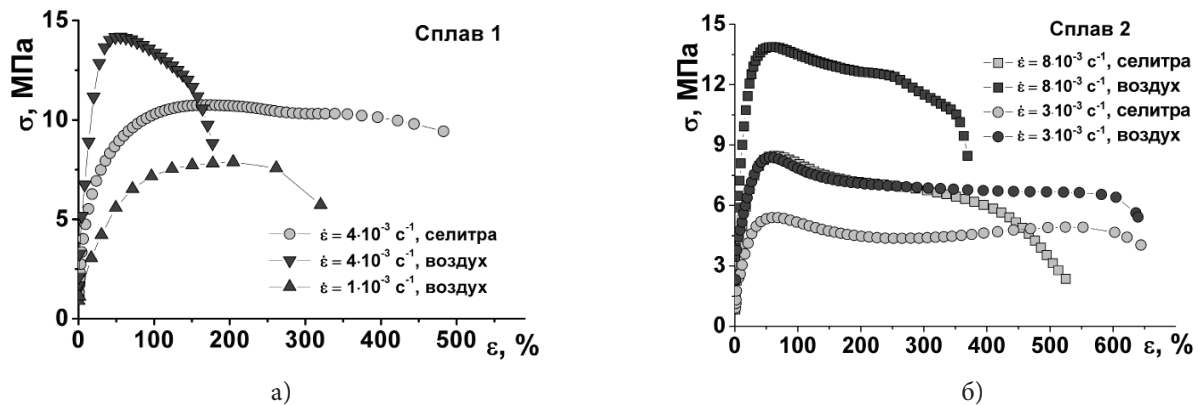


Рис. 4. Зависимости напряжения течения от степени деформации сплавов 1 (а) и 2 (б) при различных постоянных скоростях деформации после отжига в печи с воздушной атмосферой и в селитровой ванне.

относительного удлинения остается высокой – 780 %, а в случае нагрева на воздухе уменьшается в 1,5 раза – с 720 % до 450 % (рис. 4 б, табл. 2).

После закалки и старения по подобранным режимам при испытаниях одноосным растяжением при 20 °С сплавы показали предел текучести 300 – 320 МПа, предел прочности 400–430 МПа, относительное удлинение 8 – 12 %, что соответствует типичным механическим свойствам сплавов данной системы.

#### 4. Заключение

1. Исследована зеренная структура и показатели сверхпластичности двух сплавов системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni, содержащих 0,25 % Zr или 0,25 % Zr и 0,8 % Mn. Сплав, легированный только Zr, имеет после высокотемпературного рекристаллизационного отжига в 2 раза меньший размер зерна и, как следствие, лучшие показатели сверхпластичности: большую оптимальную скорость СПД, удлинение и меньшую величину напряжения течения, чем сплав, легированный Zr и Mn.

2. Предварительный скоростной нагрев в селитре листов исследованных сплавов перед СПД приводит к формированию более мелкого рекристаллизованного зерна и, как следствие, к дополнительному улучшению показателей сверхпластичности.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования науки РФ, РФФИ (проект №12-03-31164) и гранта президента РФ (договор №14.125.13.232-МК).*

#### Литература

- Новиков И.И., Портной В.К. Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном. М.: Металлургия, 1981, 168 с.
- Nieh T.G., Wadsworth J., Sherby O.D. Superplasticity in

metals and ceramics. New York: Cambridge University Press, 2005, P. 287.

- Humphreys F.J. and Hatherly M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition). New York: Elsevier Science, 2004, P. 628.
- Маркушев М.В. О принципах деформационных методов измельчения зерен алюминиевых сплавов до ультрамелких размеров. I. Мелкозернистые сплавы. Физика металлов и металловедение, 2009, Т. 108, № 1, С. 46 – 53.
- Елагин В.И. Легирование деформируемых алюминиевых сплавов переходными металлами. М.: Металлургия, 1975. 248 с.
- Yong-yi P., Zhi-min Y., Bo N., Li Z. Effect of minor Sc and Zr on superplasticity of Al-Mg-Mn alloys. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2007, V. 17, P. 744-750.
- Jiang Li Ning, Da Ming Jiang. Influence of Zr addition on the microstructure evolution and thermal stability of Al-Mg-Mn alloy processed by ECAP at elevated temperature. Materials Science and Engineering A, 2007, V. 452–45, P. 552–557.
- Микляев П.Г. Механические свойства легких сплавов при температурах и скоростях обработки давлением. М.: Металлургия, 1994, 288 с.
- Кайбышев О.А. Сверхпластичность промышленных сплавов. М.: Металлургия, 1984, 264 с.
- Yu K., Li W., Li S., Zha J. Mechanical properties and microstructure of aluminum alloy 2618 with Al<sub>3</sub>(Sc, Zr) phases. Materials Science and Engineering, 2004, V. 368, P. 88-93.
- Feng W., Baiqing X., Yongan Z. et al. Microstructural characterization of an Al-Cu-Mg alloy containing Fe and Ni. J. of Alloys and Compounds, 2009, V. 487, P. 445-449.
- Котов А.Д., Михайловская А.В., Портной В.К., Сагалова Т.Б. Получение микрозернистой структуры и сверхпластичного состояния в сплавах системы Al-Cu-Mg-Fe-Ni. МиТОМ, 2012, №7, С. 19-23.