Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» (НИТУ «МИСиС»)

Спасенко Анастасия Андреевна

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА И АЛЮМИНИЯ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ХОЛОДНОГО ГАЗОДИНАМИЧЕСКОГО НАПЫЛЕНИЯ

Специальность 2.6.1
Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации
на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель
к.т.н. Чеверикин Владимир Викторович

Москва - 2022

Актуальность темы исследования

В последнее время все большее применение в таких отраслях промышленности, как авиационная и аэрокосмическая, получают аддитивные технологии (АТ) ввиду ряда своих преимуществ: возможность изготовления деталей с повышенными свойствами и сложных конфигураций, сокращение времени от создания до выпуска готовой продукции.

Холодное газодинамическое напыление (ХГН) является одним из методов высокоскоростного аддитивного производства для восстановления объемных изделий из различных материалов, получения многофункциональных покрытий с заданной пористостью без окисления и негативного термического воздействия. Последующее применение термической и термодеформационной обработки, таких как горячее изостатическое прессование (ГИП), способствует достижению требуемого уровня свойств в материалах, полученных в процессе ХГН. Также, было установлено, что применение технологии ХГН позволяет сохранять мелкодисперсную структуру материала при пластической деформации, которая наследуется от частиц порошка. Данное обстоятельство способствует повышению механических свойств сплавов.

Последние исследования показали, что увеличивается потребность промышленных предприятий в ремонте изношенных деталей и сборных конструкций, восстановление которых не представляется возможным существующими традиционными методами (например, литьем) из-за ряда технологических ограничений. В данном случае целесообразнее применять методы аддитивного производства, которые позволяют значительно сократить время создания технологической оснастки и снизить ее себестоимость.

В настоящий момент в аддитивных технологиях широко используют сплавы на основе титана типа Ti-6Al-4V (аналог ВТ6), алюминиевые деформируемые сплавы (5ххх и 7ххх серий), так как они обладают высокими прочностными характеристиками, малой удельной массой и достаточной коррозионной стойкостью.

В то же время, постоянно растущие требования к конструкционным материалам направлены на получение изделий, работающих в условиях повышенных температур и нагрузок. В связи с этим твердофазные методы получения конструкционных материалов с требуемым уровнем свойств, такие как ХГН, являются наиболее привлекательными, так как в процессе ХГН практически не происходит изменений в фазовом и химическом составе материала.

В связи с этим детальное изучение влияния параметров получения материалов с использованием технологии ХГН, в том числе титановых и алюминиевых сплавов, с

применением последующей термической и термодеформационной обработки представляется весьма важной и актуальной задачей.

Цель и задачи исследования

Целью данной работы является исследование структуры и свойств сплавов на основе титана и алюминия в процессе холодного газодинамического напыления (ХГН) и оптимизация параметров получения материалов данным методом.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие **задачи**:

1. Провести сравнительные структурные исследования и выявить взаимосвязь со свойствами материала образцов различных сплавов, полученных методом ХГН, в зависимости от параметров напыления и последующей обработки (термической и термодеформационной).
2. Разработать технологии получения изделий с заданными характеристиками из сплавов на основе титана и алюминия методом ХГН.

Научная новизна

1. Показано, что применение операции ГИП к сплавам типа ВТ6, полученным методом ХГН, не приводит к коагуляции и последующему межзеренному росту α и β-фазы в процессе выдержки, что способствует более полному протеканию процессов диффузии и стабилизации структуры в материале.
2. Установлено, что применение термической обработки и операции ГИП к материалам из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, полученных методом ХГН, приводит к равномерному выделению когерентных матрице наноразмерных фаз $Al_3(Sc,Zr)$ по всему объему материала.
3. Показано, что наличие равномерно распределенных включений карбида кремния SiC в сплавах типа АА7075, полученных методом ХГН, ускоряет распад алюминиевого твердого раствора в процессе термической обработки и препятствует образованию грубых зернограничных выделений фаз $T(Al_2Mg_3Zn_3)$, $\eta(MgZn_2)$. Благодаря данным структурным изменениям, повышается уровень механических свойств за счет перехода от межзеренного разрушения к внутризеренному.

Практическая значимость

1. Определены технологические параметры ХГН и режимы последующей обработки для исследуемых сплавов фракционного состава порошков 30-100 мкм, для получения материалов с заданными свойствами.

2. Показана возможность получения материалов из титанового сплава типа ВТ6 в атмосфере окружающего воздуха без окисления при температуре газа 600 °С методом ХГН.
3. Показана возможность получения материал с дисперсной структурой на основе алюминиевого сплава системы Al-Mg-Sc-Zr с заданным уровнем свойств методом ХГН.
4. Получен композиционный материал на основе сплава АА7075 с добавлением частиц карбида кремния SiC (до 20-25 % об.) методом холодного газодинамического напыления.

Положения, выносимые на защиту

1. Технологии получения изделий методом ХГН.
2. Влияние термической и термодеформационной обработки на микроструктуру и свойства исследуемых сплавов, полученных методом ХГН.

Личный вклад автора состоит в непосредственном участии в разработке плана экспериментов настоящей работы, получении образцов для исследования, проведении экспериментов, анализе, интерпретации и оформлении результатов работы в виде научных статей и тезисов докладов научных конференций, подготовке диссертационной работы.

Апробация работы

Основные результаты работы были представлены и обсуждены на следующих научных конференциях:

1. 10th EEIGM International Conference on Advanced Materials Research, Moscow, NUST MISiS, 2019 г.
2. Российская школа-конференция с международным участием «Аддитивные технологии в цифровом производстве. Металлы, сплавы, композиты», Москва, НИТУ «МИСиС», октябрь 2019 г.
3. Всероссийская научная конференция молодых ученых «Наука. Технологии. Инновации», НГТУ, Новосибирск, 30 ноября – 4 декабря 2020 г.

Публикации

Результаты исследования изложены в 4-х печатных изданиях, входящих в перечень ВАК, 3 из которых входят в международные наукометрические базы данных Scopus и Web of Science.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 5 глав, выводов, библиографического списка из 145 источников. Работа изложена на 114 страницах машинного текста, содержит 70 рисунков и 14 таблиц.

Работа выполнена в рамках гранта НИТУ «МИСиС» К2-2019-009 «Разработка новых гибридных аддитивных технологий на основе селективного лазерного плавления, холодного газодинамического напыления и лазерной плавки», а также при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 19-38-90176\19.

Достоверность научных результатов подтверждается использованием современных методик исследования, аттестованных измерительных установок и приборов, а также применением метода статистической обработки экспериментальных данных. Текст диссертации и автореферат проверен на отсутствие плагиата с помощью программы «Антиплагиат» (https://antiplagiat.ru).

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** описана актуальность исследований, проводимых в данной диссертационной работе, сформулированы общие цели и направления работы, представлены научная новизна, практическая значимость, положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** изложен аналитический обзор литературы по выбранной тематике исследования. Рассмотрены технологии аддитивного производства, подробно представлен метод холодного газодинамического напыления (ХГН), описаны материалы, используемые в данном методе, рассмотрены методы устранения пористости в материалах, полученных в процессе ХГН, возможные перспективы получения изделий с улучшенным комплексом механических свойств. Рассмотрены структуры титановых, алюминиевых и композиционных материалов на их основе. Показано, что в процессе холодного газодинамического напыления в сплавах формируется неоднородная (сплэтовая) структура за счет различной деформации частиц порошка в процессе напыления. Проведен анализ влияния горячего изостатического прессования (ГИП) и термической обработки на структуру и свойства образцов, полученных методом ХГН. Показано, что оптимизация параметров напыления с последующей термической и термодеформационной обработкой способствует повышению свойств материалов. На основе аналитического обзора литературы были определены основная цель и задачи исследования.

Во **второй главе** описаны исходные материалы, методики проведения исследований. В качестве материалов для исследования были выбраны сплавы: ВТ6, алюминиевый сплав системы Al-Mg-Sc-Zr, композиционный материал на основе сплава AA7075 с добавлением частиц карбида кремния SiC.

Порошки были получены методами центробежного плазменного распыления и газовой атомизации. Текучесть порошка сплавов определялась по ГОСТ 20899-98 с использованием калиброванной воронки Холла. Определение гранулометрического состава порошков производили методом статического светорассеяния на анализаторе частиц SALD-7500 nano.

Образцы для исследования напыляли на установке ХГН высокого давления Impact 5/8 (Impact innovation GMBH, Германия) с возможностью дополнительного применения лазера, который обеспечивает подогрев подложки, оснащенной роботом с системой позиционирования KUKA KR- 22 1610 (KUKA Robotics, Германия). В качестве рабочего газа использовали азот.

Для исследования структуры полученных образцов и оценки пористости материала изготавливались шлифы на лабораторной установке Struers Labopol-5 (Struers, Швейцария). Образцы вырезали перпендикулярно направлению формирования трека. Пористость выращенных материалов измеряли с помощью оптического микроскопа Carl Zeiss Axiovert 200 MMAT с использованием программного обеспечения Axio Vision Ver.4.6. и программного обеспечения Fiji с исследованием 15-ти полей на каждом образце. Микроструктурный анализ проводили на электронном сканирующем микроскопе TESCAN VEGA LMH. Для выявления микроструктуры образцы подвергали химическому травлению.

Исследование тонкой структуры после ХГН и последующей обработки проводили с использованием просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM 2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ.

Рентгенофазовый анализ экспериментальных образцов проводили с использованием дифрактометра Bruker X8 $Cu_{K\alpha}$- излучение.

Термическая обработка проводилась в печи Nabertherm N60/85HA. Отжиг образцов из титанового сплава ВТ6 осуществляли в вакууме. Точность поддержания температуры печи: ± 2 °C.

Горячее изостатическое прессование опытных образцов после ХГН осуществляли на газостате HIRP 70/150-200-1300 фирмы ABRAAG.

Термодинамические расчеты для исследуемых сплавов проводились с помощью программного обеспечения Thermo-Calc v2020.

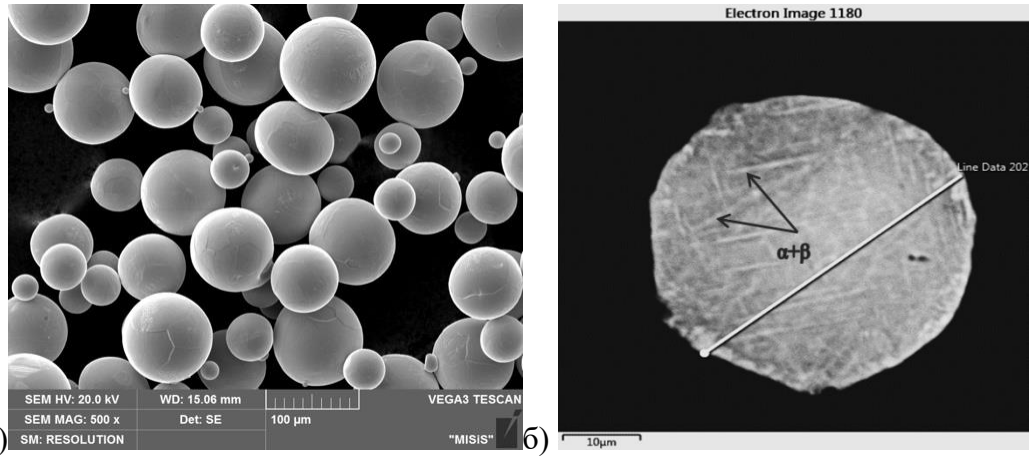
Механические свойства образцов в различных состояниях определяли по результатам:

- испытаний на одноосное растяжение при комнатной температуре на универсальной испытательной машине Zwick/Roell Z250 (с автоматической записью кривой растяжения) по ГОСТ 1497-84;

- измерений твердости по методу Виккерса по ГОСТ 2999-75;

- испытаний на сжатие при комнатной температуре в исходном состоянии и после термической обработки и/или горячего изостатического прессования на цилиндрических образцах по ГОСТ 25.503-97.

В **третьей главе** представлены результаты комплексного исследования образцов из сплава ВТ6 (химический состав согласно данным завода-изготовителя Ti-6.21%Al-5.04%V), полученных методом ХГН. Внешний вид частиц исходного порошка из сплава ВТ6 и их микроструктура представлены на рисунке 1, согласно которому видно, что форма частиц округлая, коэффициент формы равен 1 (ГОСТ 25849-83), фракционный состав порошка составил 30-100 мкм. Внутри частицы порошка сплав ВТ6 наблюдается ламиллярная (игольчатая) двухфазная (α+β) структура, свойственная титановым сплавам данной группы (рис. 1б).



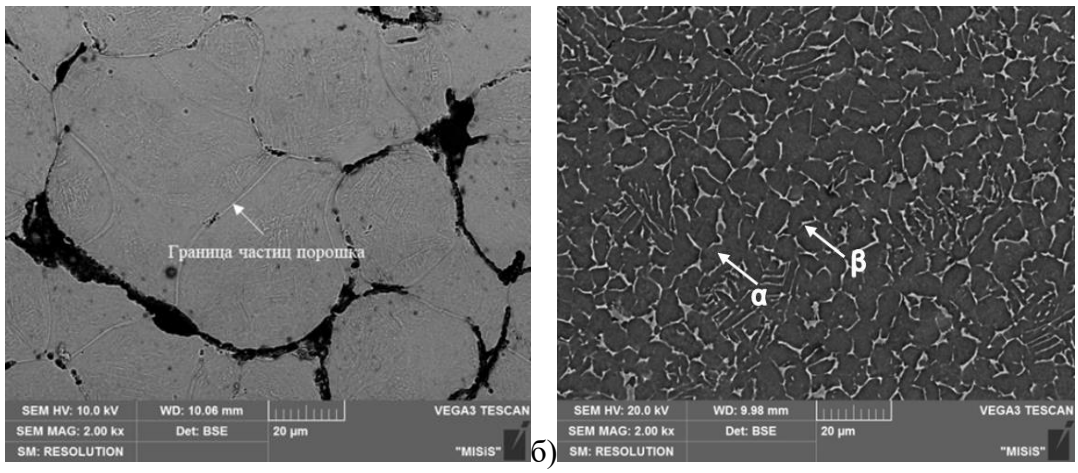
а) б)

Рис. 1 – Морфология частиц порошка из сплава ВТ6 (а) и их микроструктура (б), МРСА, СЭМ

Для определения рабочих температур при получении экспериментальных образцов и анализа фазовых превращений перед началом процесса получения изделий методом ХГН были проведены термодинамические расчеты для сплава ВТ6 (построены изотермические разрезы при температуре 400, 600, 800 °С, политермический разрез, кривая Шайля).

В результате проведенных расчетов и экспериментов для определения оптимальных параметров напыления, было установлено, что повышение давления подаваемого газа до 5 МПа способствует уплотнению структуры материала, что в свою очередь снижает его пористость. Однако после увеличения расхода газа до 0,85 мм^3/с, количество пор в исследуемом материале снова увеличивалось. Совместное повышение температуры газа выше 500 °С и расхода газа 50 м^3/ч привело к снижению пористости в образце. Экспериментальным путем было установлено, что оптимальным режимом напыления образцов с минимальной пористостью из сплава ВТ6 является: $T_{газа}$=600 °С, расход газа – 0,35 мм^3/с, расстояние до подложки – 40 мм.

В работе были проведены металлографические исследования образцов из сплава ВТ6 после ХГН и последующей операции горячего изостатического прессования (рис. 2). Горячее изостатическое прессование проводили в среде аргона с временем выдержки – 2 часа, при давлении 110 МПа и температуре 900 °С. Значение пористости в исходном состоянии составило ~ 2,5±0,1 % об., после ГИП – менее 0,3 % об.



а) б)

Рис. 2 – Микроструктура образцов из сплава ВТ6 после ХГН (а) и после ГИП (б), СЭМ

Значение пористости более 1 об. % в исходном состоянии после ХГН связано с недостаточной степенью деформации и малой диффузией частиц порошка при соударениях и взаимодействии с подложкой. Поры в образцах располагаются преимущественно по границам сплэтов, которые хорошо видны при больших увеличениях (рис. 2а). После операции ГИП наблюдается двухфазная дисперсная (α+β) микроструктура, свойственная титановым сплавам типа ВТ6 при быстрой кристаллизации.

Для установления влияния термодеформационной обработки (ГИП) на свойства сплава ВТ6 в работе были проведены исследования изменения распределения химических

элементов внутри частиц порошка после ХГН и последующей операции ГИП. На рисунке 3 показано, что распределение титана и алюминия по объему частиц порошка и последующего деформированного зерна (сплэта) различно. Из представленного анализа следует, что ванадий распределяется преимущественно по границам зерен и в процессе ГИП является местом формирования β-фазы (светлые участки), которая обогащена данным элементом. Если после ХГН данное обстоятельство выражено не так явно, то после ГИП происходит выравнивание состава сплава и распределение фаз становится ярко выраженным (рисунок 3б).

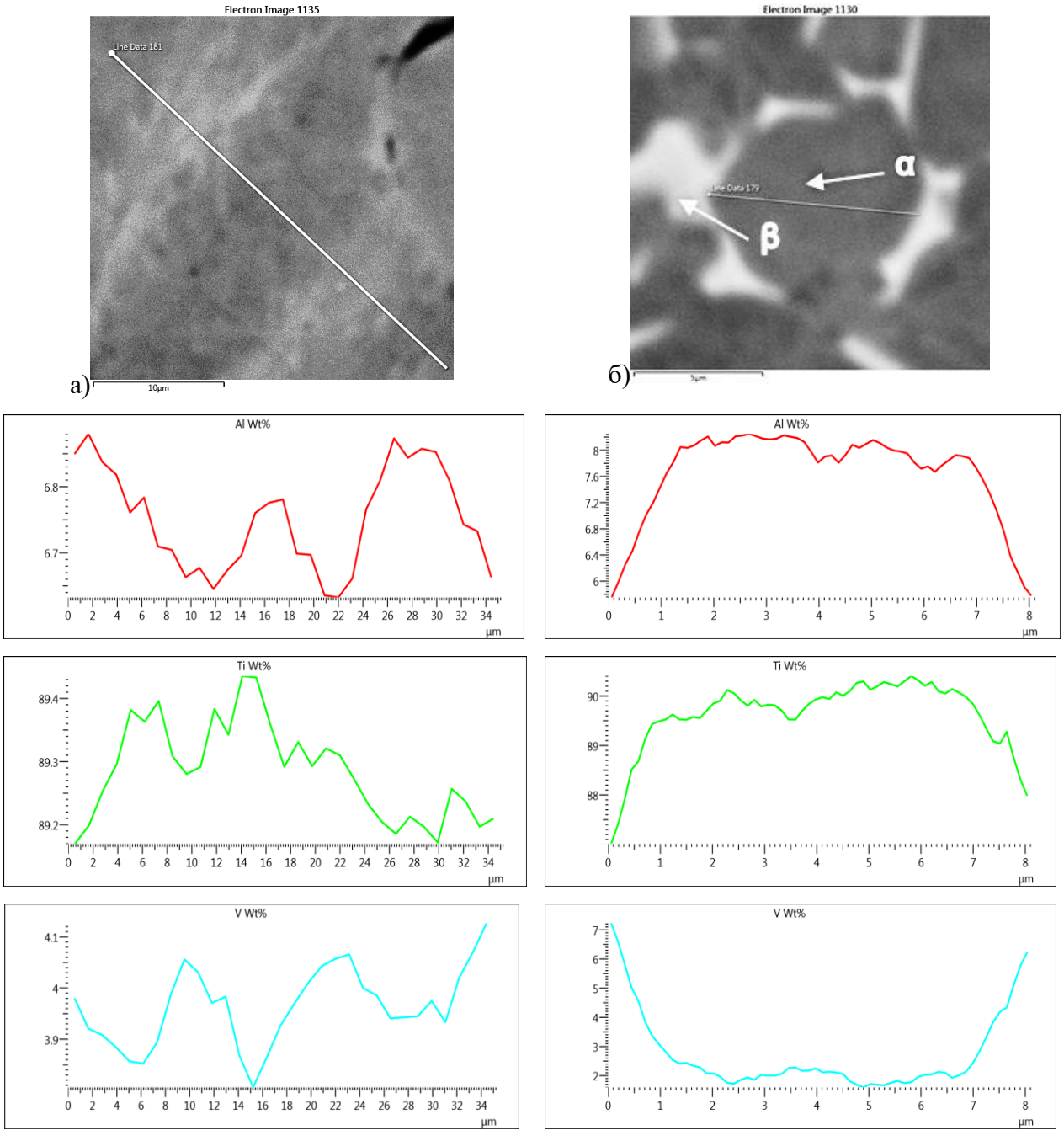
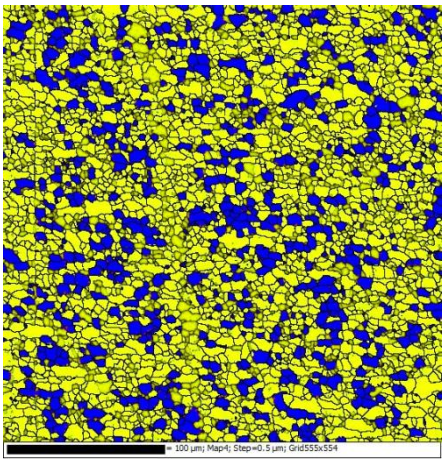
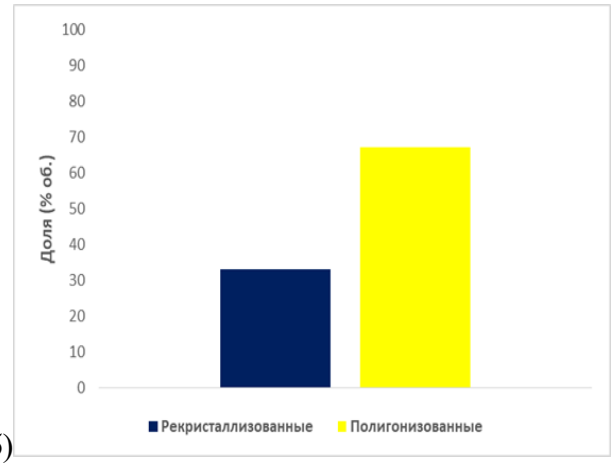


Рис. 3 – Распределение элементов внутри частиц порошка сплава ВТ6 после ХГН (а) и после операции ГИП (б), МРСА, СЭМ

Таким образом, было установлено, что процесс получения материалов методом ХГН приводит к пластической деформации частиц порошка и их механическому и частично диффузионному взаимодействию между собой. В процессе ГИП за счет неоднородности состава и большей накопленной энергии (наклепа) экспериментального образца происходит диффузия элементов и выравнивание состава по объему исследуемого материала.

Проведенный EBSD анализ образцов после ГИП, результаты которого представлены на рисунке 4, показал, что зеренная структура наследуется из выращенного образца по бывшим границам частиц порошка. Следовательно, операция ГИП не приводит к коагуляции и последующему росту α и β фазы между бывшими границами частиц порошка. Данное обстоятельство как раз подтверждают данные проведённого анализ распределения легирующих элементов после ГИП: наличие повышенного содержания ванадия на границах сплэта напыленного материала в процессе горячего изостатического прессования является местом зарождения и роста β-фазы. Средний размер зерен составил 35±5 мкм, что соответствует величине исходных частиц порошка данного сплава.

а)  б) 

а) зеренная структура образца;

б) распределение высоко- и малоугловых границ

Рис. 4 – Результаты EBSD анализа образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН, после ГИП, СЭМ

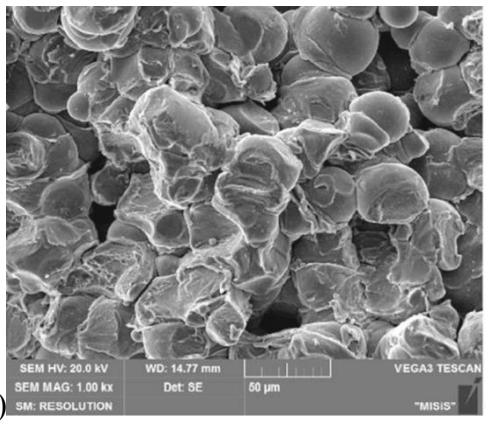
В таблице 1 приведены результаты испытаний на одноосное растяжение плоских образцов сплава ВТ6 в различных состояниях. Крайне низкие значения прочностных характеристик образцов в исходном состоянии обусловлены наличием высокого содержания пор (~2,5±0,1 % об.), а также полного диффузионного взаимодействия между

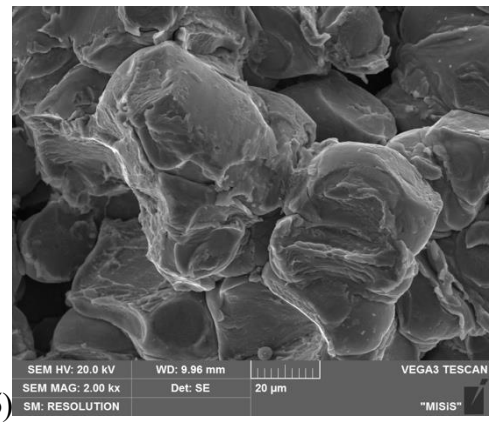
частицами исходного порошка. Из представленных данных следует, что горячее изостатическое прессование приводит к уменьшению пористости в образцах и, как следствие, увеличению механических свойств за счет прохождения процессов диффузии, уплотнения образцов и формирования однородной микроструктуры. Стоит отметит, что достигнутый уровень механических свойств образцов из сплава ВТ6 после ГИП соответствуют требованиям ГОСТ 22178-76, предъявляемым к данному сплаву в термообработанном состоянии.

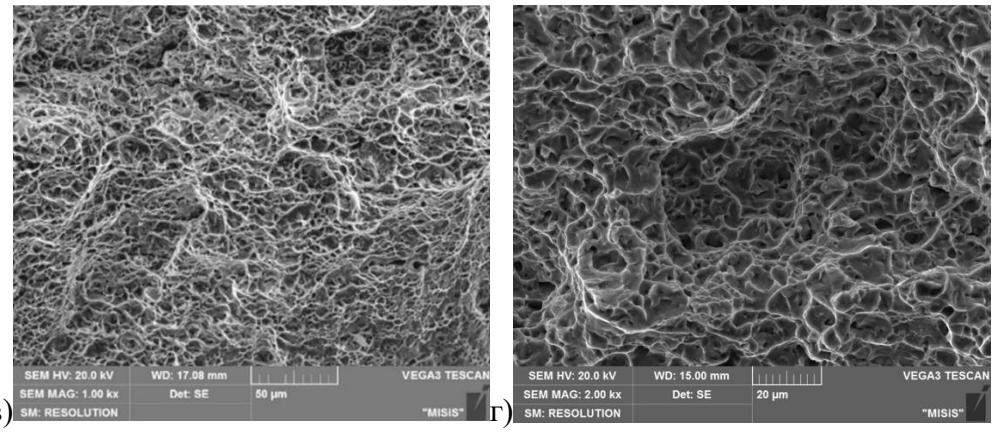
Таблица 1 – Механические свойства образцов из сплава ВТ6 в различных состояниях по результатам испытаний на растяжение при комнатной температуре

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	δ, %
Исходное	70±5	-	-
После ГИП	920±5	955±5	15±1
ГОСТ 22178-76	-	890	8

Фрактограммы образцов из сплава ВТ6 в исходном состоянии после ХГН свидетельствуют о хрупком изломе. На поверхности излома наблюдаются поры, которые уменьшают механические свойства (рис. 5а, 5б). После применения операции ГИП характер излома изменился и является вязким, о чем свидетельствует его микроямочное строение (рис. 5в, 5г). Пористость в образцах практически отсутствует.

а) 

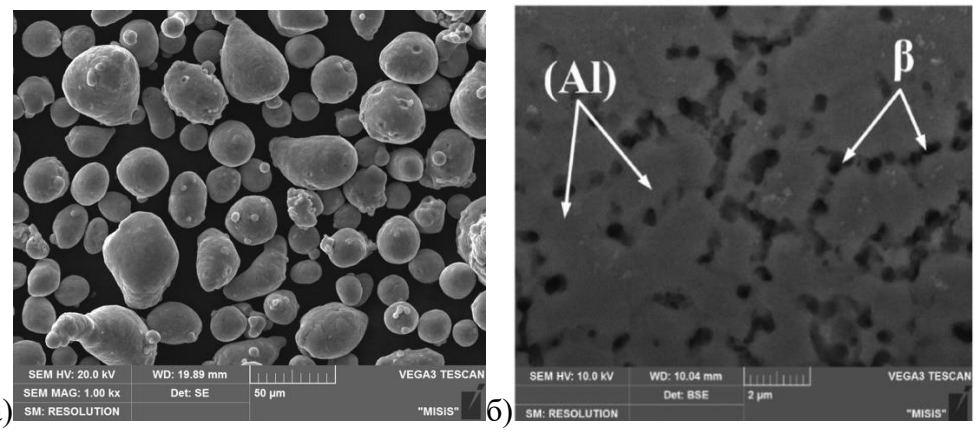
б) 



в) г)

Рис. 5 – Фрактограммы изломов образцов из сплава ВТ6 в различных состояниях после испытаний на одноосное растяжение, СЭМ

В **четвертой главе** представлены результаты исследования образцов из алюминиевого сплава системы Al-Mg-Sc-Zr (химический состав: Al-4,5%Mg-0,32%Sc-(<1%)Zr), полученных методом ХГН. Морфология и микроструктура частиц порошка представлены на рисунке 6. В микроструктуре частицы алюминиевого порошка наблюдается наличие алюминиевого твердого раствора (Al) и β фазы (Al_3Mg_2) согласно данным РФА (рис. 6б). Фракционный состав порошка составил 30-100 мкм.



а) б)

Рис. 6 – Морфология (а) и микроструктура частиц порошка из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr, МРСА, СЭМ

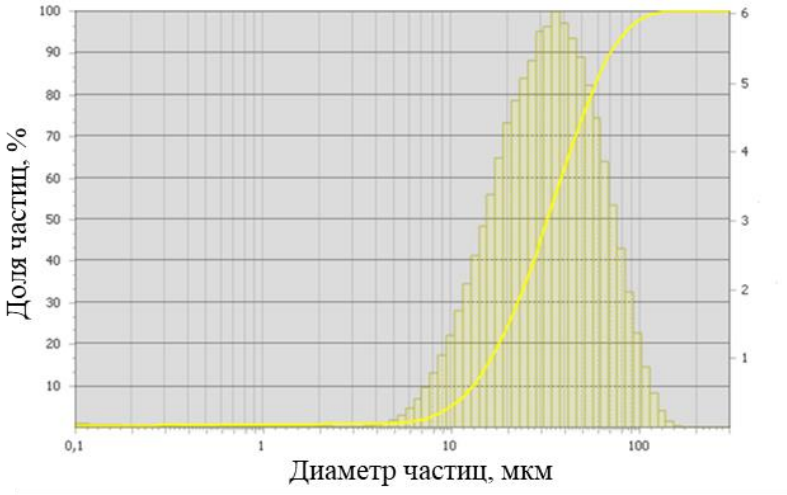
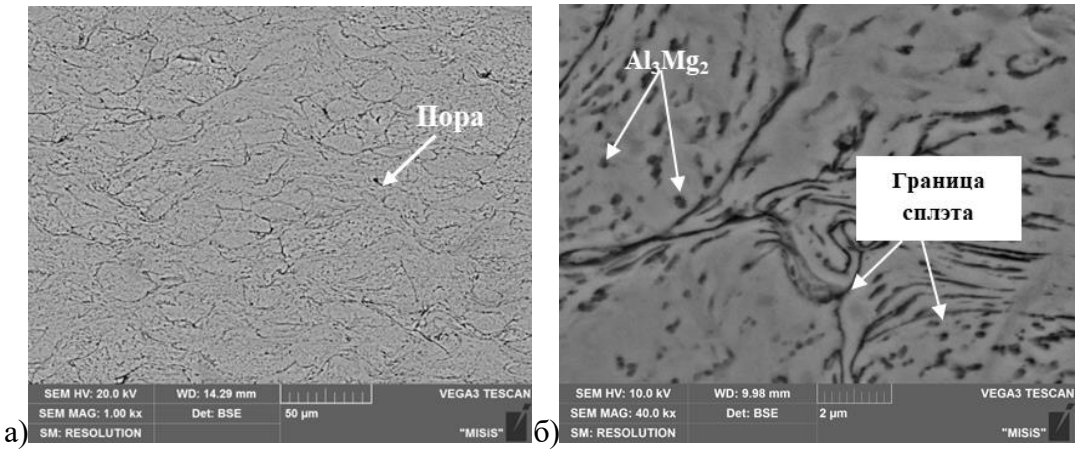


Рис. 7 – Гранулометрический состав порошка из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr фракции 30 – 100 мкм

Экспериментальным путем аналогично титановому сплаву ВТ6 были определены оптимальные технологические параметры ХГН для получения материала с минимальной пористостью из алюминиевого сплава. Сравнительный анализ микроструктур и величины пористости образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в зависимости от технологических параметров получения методом ХГН показал, что наиболее подходящим режимом напыления является: T=350 °C, $P_{газа}$=4 МПа, $V_{пер.сопла}$=50 мм/с, $V_{напыления}$=100 $м^3$/ч. Типичная микроструктура экспериментальных образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН представлена на рисунке 8.



а) б)

Рис. 8 – Микроструктура образца из сплава Al-Mg-Sc-Zr при различных увеличениях, МРСА, СЭМ

Из представленного микроструктурного анализа следует, что структура образцов из алюминиевого сплава после ХГН неоднородная (сплэтовая), состоит из деформированных частиц порошка и сплэтов между ними. Наличие пор на границах сплэтов объясняется недостаточной степенью деформации при соударении частиц порошка между собой. Согласно литературным данным, такая неоднородная микроструктура имеет свои недостатки: маленький размер зерна в сочетании с порами на границе сплэта приводит к хрупкому поведению экспериментальных образцов при испытаниях на растяжение. Для повышения пластичности алюминиевых сплавов обычно применяется термическая обработка – отжиг с последующей закалкой. Интенсификация диффузии материала через границы сплэтов с дальнейшей перекристаллизацией материала позволит увеличить размер зерен на границах сплэтов и будет способствовать формированию на их границах новых зерен. Также, известно, что для алюминиевых сплавов системы Al-Mg с добавками таких редкоземельных металлов как скандий и цирконий характерно дисперсионное упрочнение за счет выделения наноразмерных частиц фазы $Al_3(Sc,Zr)$ в процессе отжига после пластической деформации. Считается, что в процессе распада пересыщенного алюминиевого твердого раствора уже при температуре 300 °С происходит образование предвыделений (кластеров), которые, в свою очередь, являются подложками для образования фаз-дисперсоидов $Al_3(Sc,Zr)$, выделяющихся на второй ступени отжига при большей температуре.

В связи с этим в работе к образцам из алюминиевого сплава были применены операции термической обработки и ГИП по режимам, представленным в таблице 2.

Таблица 2 – Режимы обработки образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr

Режим	Технологические параметры
Термическая обработка (Т/О)	300°С /3ч+360°С /4ч
ГИП	300°С/3ч+360°С/4ч, среда аргона, давление 160 МПа

Как видно из микроструктурного анализа образцов после термической обработки (рис. 9), структура образца схожа со структурой в исходном состоянии после ХГН, пористость практически не снижается. В то же время применение операции ГИП приводит к растворению границ сплэтов. Если сравнить микроструктуры образцов из после применения термической обработки (рис. 9а) и после операции ГИП (рис. 9б), то наблюдается отсутствие областей с вытянутыми пустотами и порами на стыке трех сплэтов после операции ГИП. Границы сплэтлв (рис. 9б) менее выражены из-за

диффузии внутри материала, в результате чего за полным их растворением следует зарождение новых зерен. Следовательно, операция ГИП способствует более полному протеканию процессов диффузии в материале, что приводит к растворению границ сплэтов и формированию более однородной микроструктуры, нежели после применения термической обработки по аналогичному режиму при атмосферном давлении.

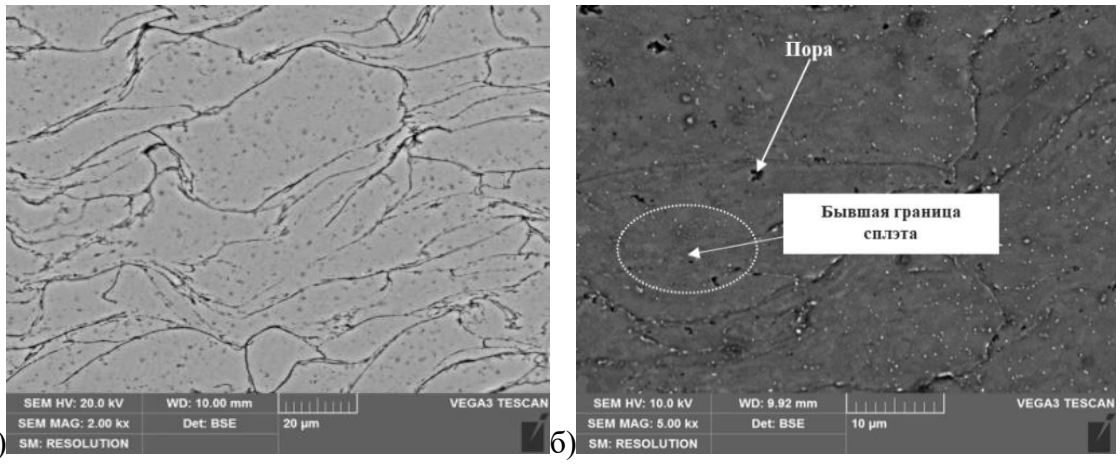
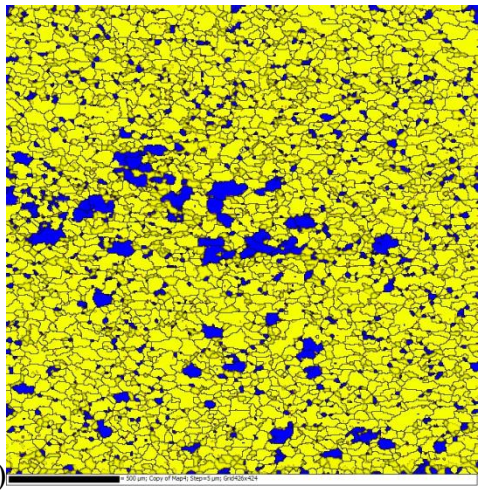


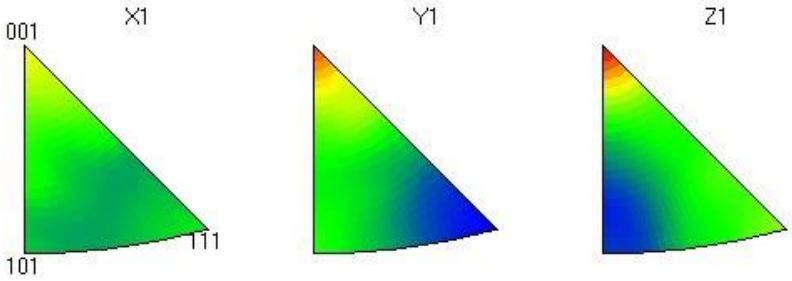
Рис. 9 – Микроструктуры образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после термической обработки (а) и операции ГИП (б), СЭМ

Прохождение процессов возврата и частичной рекристаллизации в структуре опытных образцов было подтверждено результатами EBSD анализа сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после операции горячего изостатического прессования (рис. 10). После применения операции ГИП по описанному выше режиму, в образцах формируется частично рекристаллизованная структура (рис. 10а), с преимущественной ориентировкой зерен в направлении [001] (рис. 10б), что связано с деформацией частиц порошка при напылении. Средний размер частиц равен 35±5 мкм. Наблюдается отсутствие ярко выраженной текстуры, следовательно, свойства образцов должны быть одинаковы во всех направлениях относительно направления выращивания.

а)



б)



а) зеренная структура;

б) обратная полюсная фигура

Рис. 10 – Результаты EBSD анализа для образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ГИП, СЭМ

Исследование фазового состава сплава показало наличие фаз-дисперсоидов $Al_3(Sc,Zr)$, выделение которых также происходит во время термической и термодеформационной обработки. В связи с этим в работе был проведен анализ тонкой структуры экспериментальных образцов, полученных методом ХГН, в различных состояниях.

Полученные результаты показали, что выделения упрочняющих частиц $Al_3(Sc,Zr)$ в процессе ХГН не происходит (рис. 11а), однако после применения термической обработки и горячего изостатического прессования в образцах наблюдались дополнительные рефлексы, принадлежащие фазе со структурой типа $L1_2$, когерентные матрице (рис. 11б, 11в). Размер выделений составил: 7,6±1,2 нм – после термической обработки и 3,1±1,1 нм – после ГИП.

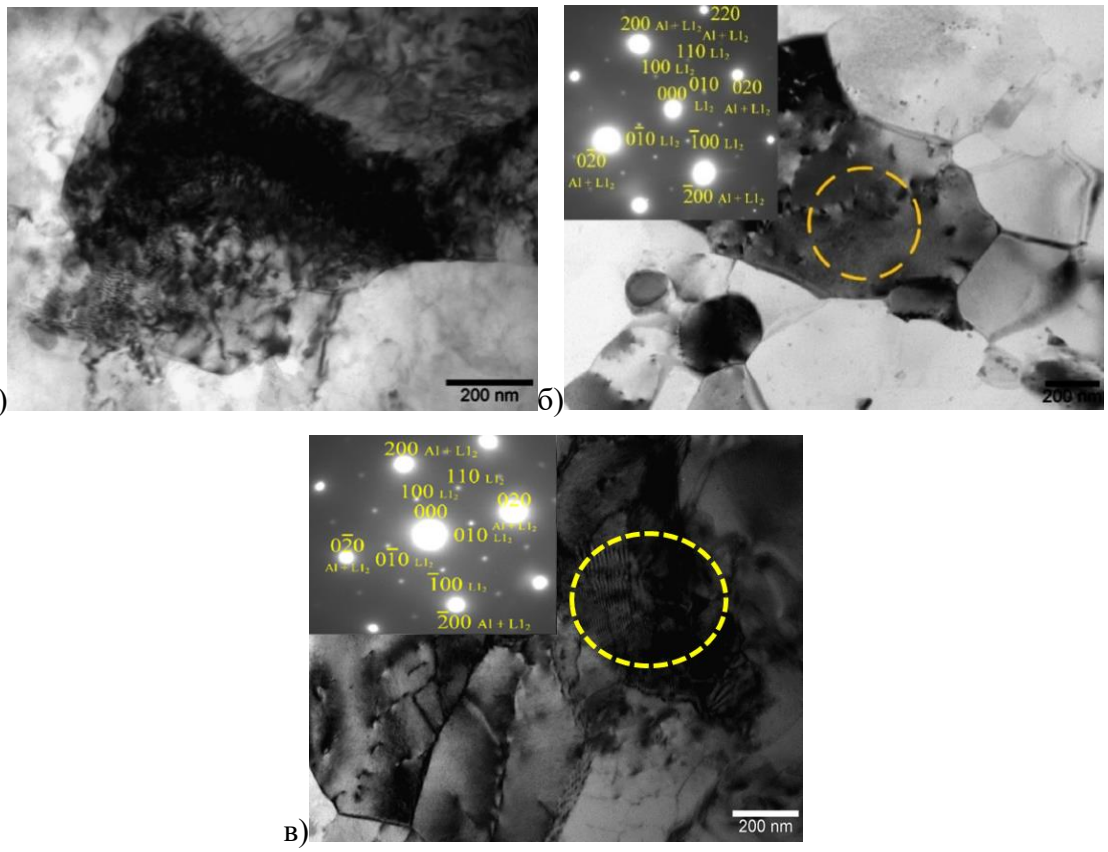


Рис. 11 – Микроструктура образца из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr после ХГН (а), после термической обработки (б) и ГИП (в), ПЭМ

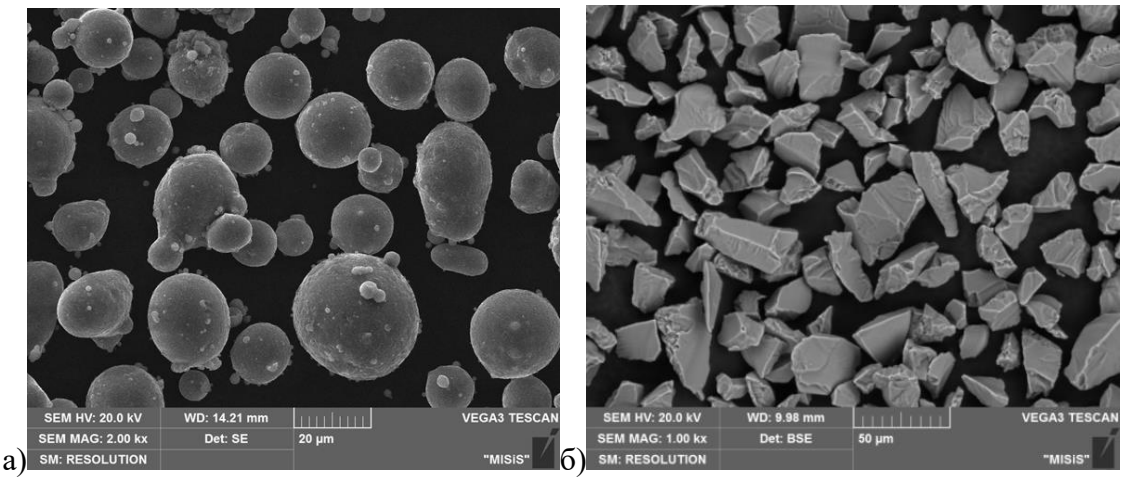
Анализ субструктуры образцов из алюминиевого сплава после ГИП свидетельствует о наличии малоугловых границ (субзерен) внутри зерна, что подтверждает факт прохождения преимущественно процессов возврата в материале после применения горячего изостатического прессования. Процесс рекристаллизации во время ГИП подавляется за счет выделения фаз-дисперсоидов, препятствующих ее прохождению.

Проведенные испытания на сжатие экспериментальных образцов из алюминиевого сплава (табл. 3) при комнатной температуре после ХГН и применения различных видов обработки показали, что применение термической обработки и ГИП приводит к увеличению показателей прочности и пластичности за счет растворения границ сплэтов и выделения упрочняющих фаз.

Таблица 3 - Механические свойства образцов из сплава системы Al-Mg-Sc-Zr в различных состояниях по результатам испытаний на сжатие при комнатной температуре

Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_в$, МПа	φ, %	Твердость, HV
Исходное	385 ± 15	550 ± 5	20 ± 2	125 ± 5
Т/О	435 ± 5	675 ± 5	28 ± 2	135 ± 5
ГИП	510± 5	750 ± 5	30 ± 2	140 ± 5

В **пятой главе** представлены результаты исследований композиционного материала на основе алюминиевого сплава АА7075 (ANSI H35.2, США) с добавлением частиц карбида кремния SiC (20-25 % об.), полученного методом ХГН. Морфология частиц порошка сплава АА7075 и карбида кремния свидетельствует об отсутствии правильной формы частиц порошка. Коэффициент формы частиц SiC больше 2, частиц сплава АА7075: 1-2 согласно ГОСТ 25849-83. Гранулометрический состав порошка составил для сплава АА7075 - 32 ± 2 мкм, частиц карбида кремния - 30 ± 2 мкм.



а) б)

Рис.12 – Морфология исходного порошка сплава АА7075 (а) и частиц карбида кремния (б), СЭМ

Образцы из композиционного материала АА7075-SiC были получены по технологическим параметрам, представленным в таблице 4. Пористость составила 0,50±0,1 об. %. Оптимальный режим напыления определяли в результате проведенной серии экспериментов аналогично титановому сплаву ВТ6 и алюминиевому сплаву системы Al-Mg-Sc-Zr.

Таблица 4 – Параметры ХГН для композиционного материала AA7075-SiC

$P_{газа}$, МПа	$T_{газа}$, °C	Расстояние до подложки, мм	$V_{пер. робота}$, мм/с	Расстояние между проходом робота, мм
3,5	550	40	50	3

Проведенный микроструктурный анализ образцов из композиционного материала AA7075-SiC также подтверждает формирование неоднородной (сплэтовой) структуры из-за разной деформации частиц при ударе, но в тоже время о достаточно равномерном распределении армирующих частиц в матрице (рис. 13а). При больших увеличениях в микроструктуре наблюдаются деформированные зерна твердого раствора (Al) и сетка эвтектических фаз по их границам (рис. 13б). Что касается частиц карбида кремния, то в микроструктуре наблюдаются скопления крупных и более мелких частиц SiC, возможно разрушенных при деформации в процессе выращивания и распределенных в алюминиевой матрице (рис. 13в). Стоит отметить, что в микроструктуре также присутствуют такие дефекты, как вытянутые поры и поры на местах стыка сплэтов.

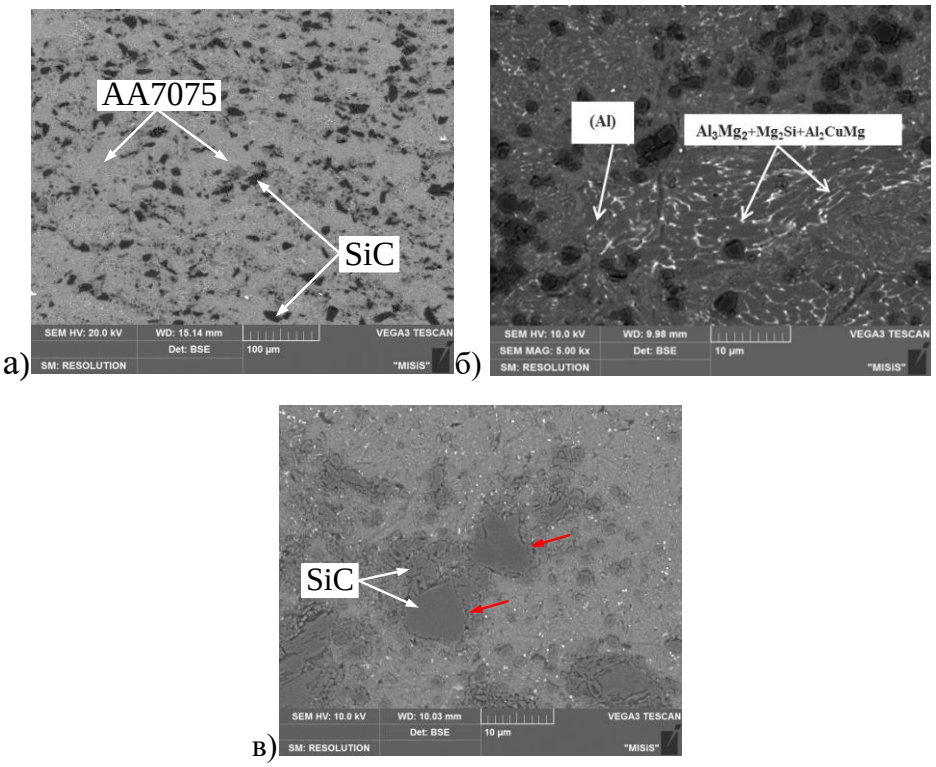


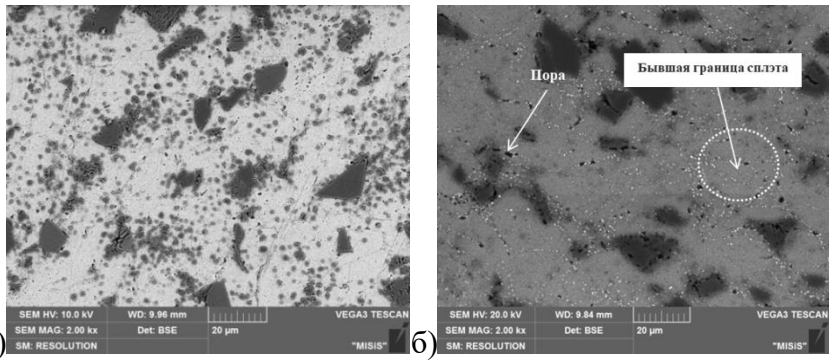
Рис. 13 – Микроструктура композиционного материала AA7075-SiC при различных увеличениях, СЭМ

Для сравнительного анализа микроструктуры и механических свойств образцов в различных состояниях к образцам из композиционного материала AA7075-SiC, полученного методом ХГН, были применены термическая и термодеформационная обработка по режимам, представленным в таблице 5.

Таблица 5 – Режимы обработки для композиционного материала AA7075-SiC

Обозначение	Вид обработки	Температура, °С	Время
Т	Закалка в воду	460	4 ч
Т1	Искусственное старение	160	16 ч
ГИП	Горячее изостатическое прессование при давлении 160 МПа в атмосфере аргона	450	3 ч

В микроструктуре композиционного материала после применения термической обработки не наблюдается ярко выраженная сетка неравновесных эвтектических фаз (Al_3Mg_2+Mg_2Si+Al_2CuMg), но присутствуют поры в тройных стыках. Также, происходит частичное растворение границ сплэтов (рис. 14а). Однако после применения операции ГИП (рис. 14б) наблюдается иная картина: границы сплэтов практически полностью растворяются, но ввиду медленного нагрева и охлаждения образцов происходит выделение равновесных фаз не только внутри алюминиевой матрицы, но и по бывшим границам сплэтов в виде относительно крупных частиц.



а) б)

Рис. 14 – Микроструктура образцов из композиционного материала AA7075-SiC после термической обработки по режиму Т1 (а) и после ГИП (б), СЭМ

Считается, что в процессе термической обработки в высокопрочных алюминиевых сплавах типа АА 7075 выделяются такие упрочняющие фазы, как η ($MgZn_2$), S(Al_2CuMg), T($Mg_4Zn_3Al_3$), которые увеличивают эффект старения. В связи с этим в работе был проведен анализ тонкой структуры образцов из композиционного материала AA7075-SiC

после применения различных видов обработки в сравнении с матричным сплавом AA7075 без добавления армирующих частиц карбида кремния.

Согласно анализу субструктуры (рис. 15) следует, что в процессе старения (режим Т1) в сплаве AA7075 происходит выделение не только дисперсных фаз η’, но и крупных выделений фазы η по границам зерен и субзерен. Также, на изображении микроструктуры видны зоны, свободные от выделений (рис. 15а). Выделения фазы η ($MgZn_2$) образуют непрерывные цепочки на границах сплэтов, что способствует повышению твердости материала, однако значительно снижают его пластичность, вязкость и коррозионную стойкость. Образование данных цепочек объясняется тем, что на границах твердого раствора (Al) происходит гетерогенное зарождение и рост стабильной фазы η быстрее, чем внутри зерен твердого раствора. Это явление обусловлено повышенной концентрацией вакансий на границах твердого раствора (Al), что ускоряет диффузию магния и цинка, необходимых для образования фазы η ($MgZn_2$).

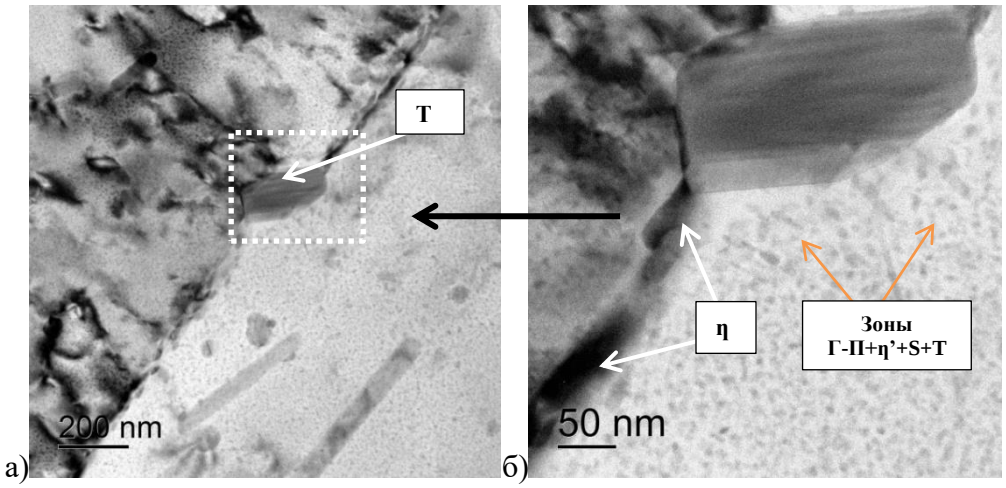
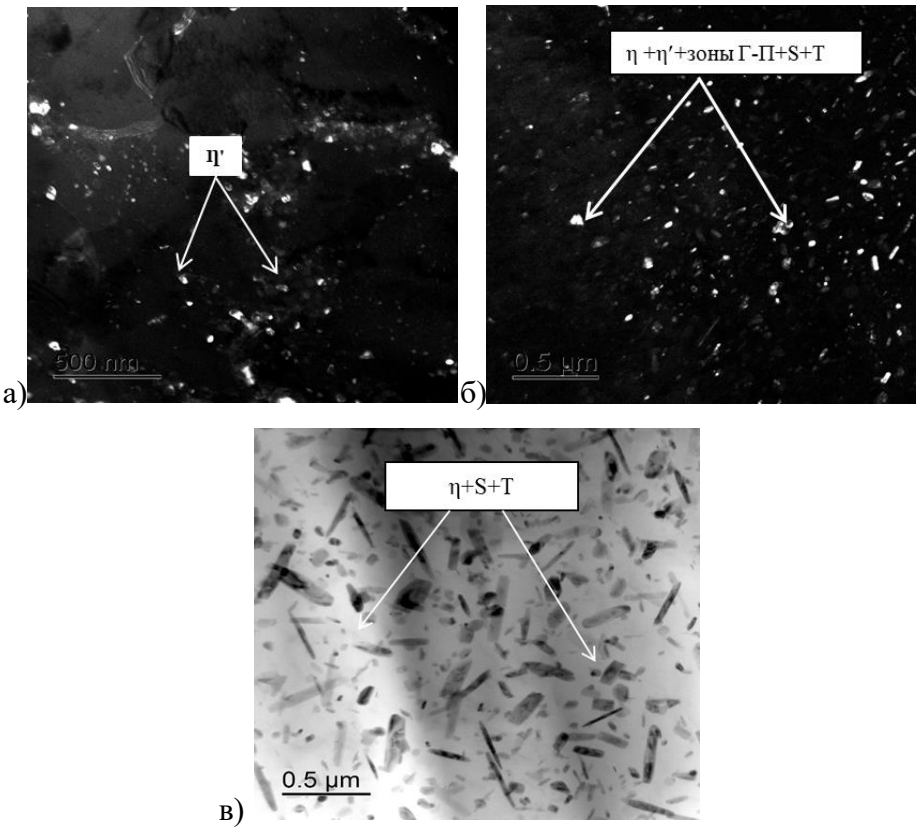


Рис. 15 – Тонкая структура образца из сплава AA7075 после термической обработки по режиму Т1, ПЭМ

Показано, что в исходном состоянии в композиционном материале AA7075-SiC после ХГН хорошо видны выделения η’ фазы по границам малоугловых границ (субзерен) (рис. 16а). Анализ тонкой структуры образцов из композиционного материала после применения термической обработки показал, что на границах зерен в материале не были выявлены непрерывные цепочки фазы η ($MgZn_2$) в отличии от матричного сплава AA7075 (рис. 16б). Это можно объяснить тем, что межфазные границы алюминиевого твердого раствора (Al) и частиц карбида кремния (SiC) представляют собой не только высокоугловые границы, но и области с высокой концентрацией вакансий. При данном содержании карбида кремния в композиционном материале длина межфазных границ на

много порядков превышает межзеренную поверхность в твердом растворе (Al). Данное обстоятельство может эффективно препятствовать образованию крупных выделений на границах зерен. Следовательно, распад пересыщенного твердого раствора (Al) происходит более равномерно в зонах с однородным распределением частиц карбида кремния в сравнении с матричном сплавом АА7075 без добавления SiC. Что касается субструктуры композиционного материала АА7075-SiC после применения операции ГИП (рис. 16в), при котором охлаждение проводилось непрерывно (без закалки в воду), то структура композита близка к равновесному состоянию. Видны равномерно распределенные частицы по всему объему материала, состоящие в основном из фазы η($MgZn_2$), T($Al_2Mg_3Zn_3$) и S(Al_2CuMg), что свидетельствует о гомогенном зарождении фаз в объеме всего образца. Также, в отличие от сплава АА7075, грубых зернограничных выделений обнаружено не было (рис. 16в).



а) б) в)

Рис. 16 – Изображение тонкой структуры композиционного материала АА7075+SiC после ХГН (а), применения термической обработки по режиму Т1 (б) и ГИП (в), ПЭМ

Для анализа продолжительности распада пересыщенного алюминиевого твердого раствора (Al) в матричном сплаве АА7075 и композиционном материале с добавлением частиц карбида кремния, в работе был проведен сравнительный анализ кинетической зависимости твердости материалов от времени старения по режиму Т1. Согласно

полученным результатам видно, что наличие армирующих частиц SiC ускоряет распад (Al) и дисперсионное твердение композиционного материала достигается уже по истечение 4 часов выдержки (рис. 17).

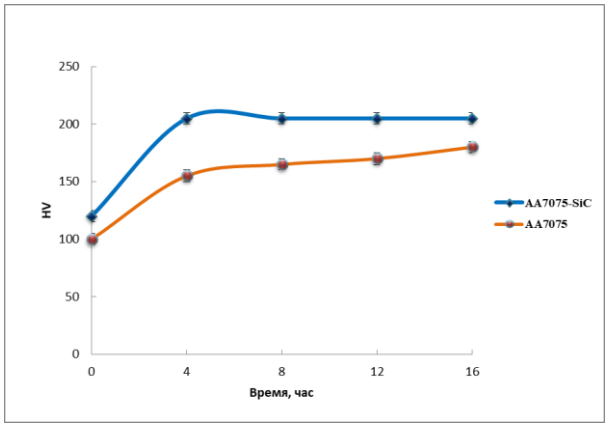


Рис. 17 – Кинетические зависимости твердости композита AA7075-SiC и сплава AA7075 от времени старения при T=160 °C

По полученным результатам измерения механических свойств на сжатие при комнатной температуре (табл. 6) видно, что наличие армирующих частиц карбида кремния в алюминиевом сплаве AA7075 способствует повышению прочностных характеристик материала, так как частицы карбида кремния препятствует выделению крупных фаз по границам зерен.

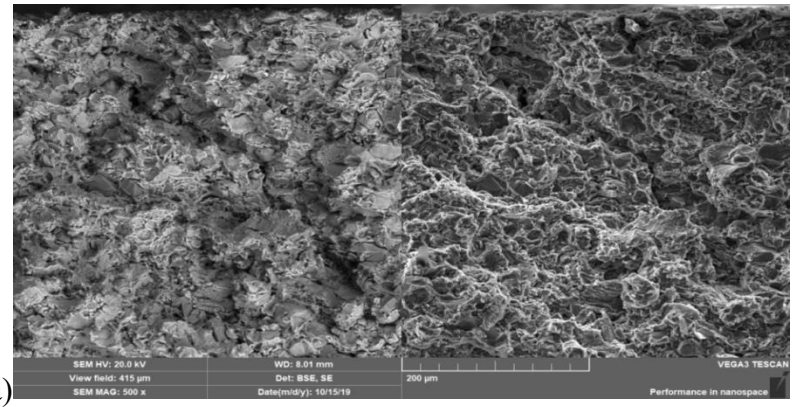
Таблица 6 - Твердость и механические свойства образцов из композиционного материала AA7075+SiC на сжатие при комнатной температуре

Материал/Сплав	Состояние	σ0.2, МПа	σв, МПа	φ, %
7075+SiC	Исходное	345 ± 5	720 ± 10	15 ± 5
	Т	275 ± 5	510 ± 10	15 ± 5
	Т1	270 ± 5	635 ± 10	20 ± 5
	ГИП (Т1)	280 ± 5	645 ± 10	20 ± 5
7075	Т1	205 ± 5	615 ± 10	15 ± 5
ASTM B221	Т1	450	685	10

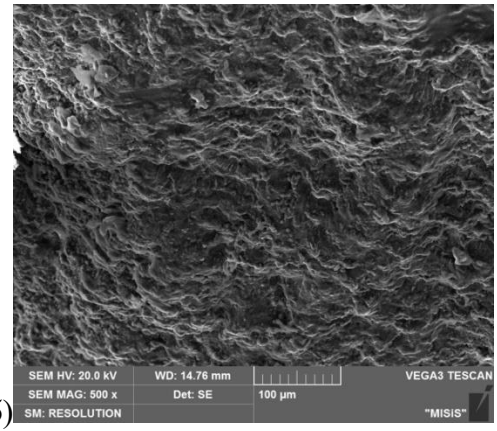
Согласно проведенному фрактграфическому анализу образцов из композиционного материала AA7075-SiC (рис. 18) следует, что наличие армирующих частиц SiC в процессе термической и термодеформационной обработки способствует переходу от хрупкого

излома к вязкому, соответственно механизм разрушения сменяется с межзеренного на внутризеренный.

а)



б)



а) после ХГН

б) после ХГН+Т1

Рис. 18 – Фрактограммы изломов образцов АА7075-SiC в различных состояниях, СЭМ

ВЫВОДЫ

1. Установлено, что структура образцов из сплава ВТ6, полученных методом ХГН, после горячего изостатического прессования «наследуется» из выращенного образца и применение операции ГИП не приводит к коагуляции и последующему межзеренному росту α и β-фазы.

2. Показано, что уровень механических свойств образцов из сплава ВТ6 ($\sigma_{0,2}$=920 ± 5 МПа, $\sigma_в$=955 ± 5 МПа, δ=15 ± 1 %), полученных методом ХГН, после операции ГИП соответствует требованиям, предъявляемым к сплаву ВТ6 в термообработанном состоянии.

3. Установлено, что применение термической обработки и операции ГИП по режиму 300 °С (3 ч) + 360 °С (4 ч) способствует выделению когерентных матрице наноразмерных фаз $Al_3(Zr,Sc)$, подавляющих процесс рекристаллизации и обеспечивающих дополнительное упрочнение исследуемому материалу.

4. Показано, что наличие относительно равномерно распределенных включений карбида кремния SiC в сплавах типа АА 7075, полученных методом ХГН, ускоряет распад алюминиевого твердого раствора в процессе термической обработки и препятствует образованию грубых зернограничных выделений фаз $T(Al_2Mg_3Zn_3)$, $\eta(MgZn_2)$. Благодаря данным структурным изменениям, повышается уровень механических свойств за счет перехода от межзеренного разрушения к внутризеренному.

СПИСОК ПУБЛИКАЦИЙ АВТОРА ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Effect of encapsulated hot isostatic pressing on properties of Ti6Al4V deposits produced by cold spray / Petrovskiy P., Travyanov A., Cheverikin V., Chereshneva A., Sova A., Smurov I. // International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2020, Vol. 107, Issue 1-2, P. 437 - 449. DOI: 10.1007/s00170-020-05080-9

2. Microstructure of Al–Mg-Sc-Zr alloy cold spray deposits after heat treatment and hot isostatic pressing / Khomutov M., Chereshneva A., Petrovskiy P., Travyanov A., Smurov I. // Journal of Alloys and Compounds, 2021, 858, 157644. DOI: 10.1016/j.jallcom.2020.157644

3. Structure and properties of AA7075-sic composite parts produced by cold spray additive manufacturing / Khomutov M., Spasenko A., Sova A., Petrovskiy P., Cheverikin V., Travyanov A., Smurov I. // The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2021, Vol. 116, P. 847 – 861.

4. Влияние горячего изостатического прессования на структуру и свойства изделий из сплава ВТ6, полученных методом холодного газодинамического напыления / А.А. Спасенко, В.В. Чеверикин, П.В. Петровский // Металловедение и термическая обработка металлов, №2, 2021 с. 26-29.