

УДК 548.736.398

ВЛИЯНИЕ МИКРОГЕТЕРОГЕННОСТИ И УСЛОВИЙ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ РАСПЛАВА Al–50%Sn НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ФАЗОВЫХ СОСТАВЛЯЮЩИХ СЛИТКА

© 2014 г. **О.А. Чикова, А.Н. Константинов, Е.В. Шишкина, Д.С. Чезганов**Уральский федеральный университет (УрФУ)
им. первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург

Уральский государственный педагогический университет, г. Екатеринбург

Статья поступила в редакцию 26.12.12 г., подписана в печать 14.01.13 г.

Установлены закономерности влияния микрогетерогенности и условий кристаллизации расплава Al–50мас.%Sn на механические свойства фазовых составляющих слитка: модуль Юнга и нанотвердость. Измерения данных характеристик проведены методом наноиндентирования. Результаты исследования позволяют выявить механизм воздействия микрогетерогенности и условий кристаллизации расплава на обрабатываемость слитка давлением.

Ключевые слова: модуль Юнга, твердость, наноиндентирование, расплав, вязкость, микрорасслоение, кристаллизация, микроструктура.

There were determined regularities of the influence of microheterogeneity and crystallization conditions of Al–50wt.%Sn melt on the mechanical properties of ingot phase constituents (Young modulus and nanohardness). The measurements of given characteristics were performed by means of nanoindentation method. Results of investigations allowed revealing the mechanism of microheterogeneity and crystallization conditions of melt on the ingot machinability by metal forming.

Key words: Young modulus, hardness, nanoindentation, melt, viscosity, microlamination, crystallization, microstructure.

ВВЕДЕНИЕ

Механические свойства металлических сплавов зависят от способа их получения. Известно, что разрушение микрогетерогенной структуры расплава и перевод его в однородное на атомном уровне состояние (гомогенизация) путем перегрева до определенных для каждого состава температур необратимы и при последующем охлаждении и кристаллизации даже со скоростями порядка 1–10 К/с приводят к повышению уровня механических свойств слитка [1]. В частности, показано, что гомогенизация расплавов системы Al–Si, предусматривающая нагрев металлической жидкости выше точки ветвления температурных зависимостей ее структурно-чувствительных свойств (вязкости, плотности, поверх-

ностного натяжения и удельного электросопротивления), сопровождается увеличением пластичности литого металла в 10–15 раз при одновременном росте его прочности на 30–80 % [2]. Установлено также, что нагрев металлической жидкости выше точки ветвления температурных зависимостей ее свойств (гомогенизация) с последующим охлаждением и кристаллизацией меняет микротвердость фазовых составляющих слитка [1]. До сих пор остается открытым вопрос, влияет ли гомогенизация расплава на механические свойства отдельных фазовых составляющих слитка. Провести механические испытания в микрообъемах позволяет метод наноиндентирования [3]. Известно, что испытания на твердость

Чикова О.А. – докт. физ.-мат. наук, профессор кафедры физики УрФУ (620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19).
Тел.: (343) 375-44-56. E-mail: chik63@mail.ru.

Константинов А.Н. – аспирант кафедры технологии и экономики Уральского государственного педагогического университета (620017, г. Екатеринбург, пр-т Космонавтов, 26). E-mail: himcity@mail.ru.

Шишкина Е.В. – ст. науч. сотр. отдела оптоэлектроники и полупроводниковой техники УрФУ. Тел.: (343) 261-74-36.
E-mail: ekaterina.shishkina@labfer.usu.ru.

Чезганов Д.С. – мл. науч. сотр. лаборатории сегнетоэлектриков УрФУ. E-mail: dmit.chezganov@gmail.com.

вдавливанием или царапанием могут дать почти такую же информацию о свойствах металлов, что и растяжение [4]. Механические свойства металлических сплавов зависят не только от размеров и морфологии включений отдельных фаз, но и от уровня их механических свойств. В частности, элементарная оценка обрабатываемости двухфазного материала давлением предполагает наличие информации о модуле Юнга (E) отдельных фазовых составляющих слитка [5]. При деформировании двухфазного слитка возникает дополнительное давление, обусловленное различием величины E матрицы и включения [6]. Расчеты авторов показали, что указанное дополнительное давление может в сотни раз превышать внешнее усилие. Именно дополнительное давление может служить причиной разрушения слитка при прокатке [7].

В данной работе изучено влияние гомогенизации расплава на модуль Юнга и нанотвердость фазовых составляющих слитка Al—50%Sn. Система Al—Sn имеет диаграмму состояния эвтектического типа, а сплавы Al—Sn характеризуются тенденцией к расслоению на две фазы — раствор олова в алюминии и эвтектику. Эвтектика кристаллизуется при $t = 228,3^\circ\text{C}$ и содержании Sn = 97,8 ат.% [8]. Микроструктура сплава Al—50%Sn представляет собой глобулярные области α -раствора, окруженные прослойками эвтектики (рис. 1).

Сплав Al—50%Sn применяется в производстве титановых сплавов в качестве лигатуры, использование которой предполагает ее прокатку с водяным охлаждением, что часто сопровождается отбраковкой металла из-за расслоения по границам раздела фаз [9]. Ранее установлено [10], что разрушение микрогетерогенного состояния расплава Al—50%Sn путем его нагрева выше точки ветвления температурных зависимостей его кинематической вязкости

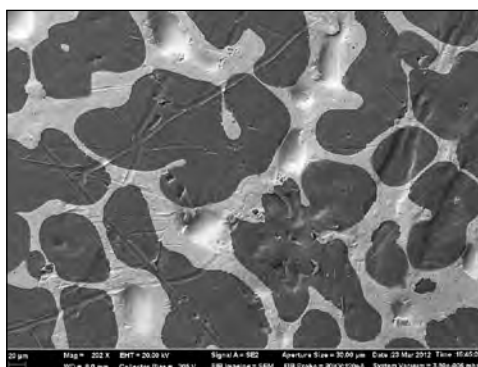


Рис. 1. Микроструктура сплава Al—50мас.%Sn

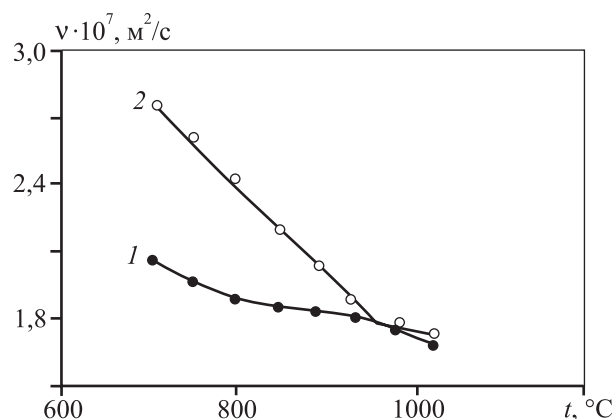


Рис. 2. Температурные зависимости кинематической вязкости расплава Al—50мас.%Sn [10]
1 — нагрев, 2 — охлаждение

(950 $^\circ\text{C}$, рис. 2) при последующих охлаждении и кристаллизации приводит к улучшению обрабатываемости слитка давлением и исключает расслоение металла при прокатке [9]. Необходимо было выяснить, как влияет гомогенизация расплава на механические свойства отдельных фазовых составляющих слитка — твердого раствора олова в алюминии и эвтектики (см. рис. 1). Авторы предположили, что причиной расслоения лигатуры Al—50%Sn при прокатке является дополнительное давление, обусловленное различием модулей Юнга α -раствора и эвтектики [8]. Разрушение микрогетерогенности при последующих охлаждении и кристаллизации металла влечет изменения структуры α -раствора и эвтектики, что выражается в изменении их упругих свойств — прежде всего величины E .

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В данной работе для оценки величины дополнительного давления, обусловленного различием модулей упругости α -раствора и эвтектики, методом наноиндентирования измерен модуль Юнга фазовых составляющих слитка Al—50%Sn. Измерения проведены для образцов, полученных различными способами: традиционным (при температуре нагрева жидкого металла 700 $^\circ\text{C}$) и с гомогенизацией расплава путем нагрева металла до 1150 $^\circ\text{C}$. Дополнительно изучено влияние на результат измерений условий кристаллизации металла — повышения на порядок скорости охлаждения образца. Измерения модуля Юнга и нанотвердости осуществляли с помощью наносклерометрического модуля Зондовой нанолaborатории NTEGRA (НТ-МДТ, г. Зеленоград).

С целью выяснения природы наблюдаемого явления также дополнительно исследовали кристаллическое строение и элементный состав фаз образцов традиционными методами металлографии с помощью рабочей станции «Auriga CrossBeam». В опытах применяли сфокусированный ионный пучок для пробоподготовки, рентгеновский микроанализ (EDS) для выявления элементного состава фаз, анализ дифракционных картин обратнорассеянных электронов (EBSD) для изучения кристаллического строения металла. Исследования проведены в ЦКП «Современные нанотехнологии» Института естественных наук УрФУ.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты измерений представлены в таблице. Установлено, что наиболее существенное влияние на значение модуля Юнга фаз сплава Al—50%Sn оказывает гомогенизация металлической жидкости. Проведена оценка возникающих механических напряжений, обусловленных двухфазностью образца Al—50%Sn — наличием эвтектики и α -Al. Расчет показал, что дополнительное давление, являющееся следствием различия модулей упругости эвтектики и α -Al, у гомогенизированного образца в 9 раз меньше, чем у реперного; закалка, наоборот, повышает дополнительное давление в 6,5 раза. Даже предварительная гомогенизация образца не спасает положение — наблюдается увеличение давления в 4,6 раза. Авторы предполагают, что именно дополнительное давление, обусловленное двухфазностью образца Al—50%Sn, и послужило причиной его разрушения при прокатке.

Исследованием элементного состава фаз образцов сплава Al—50%Sn, полученных различными

способами, выявлено наличие алюминия в эвтектике в количестве 1 мас.% (репер) и 0,5 мас.% (образец гомогенизированный в жидком состоянии). Совмещение нагрева жидкого металла до 1150 °С и повышенной на порядок скорости охлаждения при кристаллизации не изменило элементный состав эвтектики. Фаза α -Al образца с добавкой титана содержит данный элемент в количестве 1 мас.%, в эвтектических прослойках титан не обнаружен.

Сравнительный кристаллографический анализ кристаллического строения глобулярных включений α -Al в образцах методом дифракции обратнорассеянных электронов (EBSD) показал, что они имеют поликристаллическое строение. Построены гистограммы дезориентации кристаллитов для гомогенизированного в жидком состоянии и реперного образцов (рис. 3). Коррелированные разориентации отображают данные разориентации между соседними точками, некоррелированные — между случайными выбранными точками в наборе данных. Теоретическая кривая демонстрирует, что можно было бы ожидать от случайного набора ориентаций. Мы видим, что коррелированные (черный цвет) и некоррелированные (серый цвет) разориентации сильно отличаются от теоретической кривой и друг от друга. Разница между некоррелированными разориентациями и теоретической кривой возникает в основном за счет сильной текстуры. Текстура особенно сильно выражена для гомогенизированного образца. Гистограмма коррелированного распределения для обоих кристаллитов свидетельствует о большом количестве малоугловых границ, т.е. границ с углом разориентации ниже 15°, которые не видны в некоррелированном распределении для реперного образца. Анализ гистограмм углов дезориентации для реперного и гомогенизированного в

Модуль Юнга (E), доля упругой составляющей деформации (r) и нанотвердость (НМ) фаз сплава Al—50мас.%Sn

Способ получения образца		Твердый раствор Sn в Al			Эвтектика		
		r , %	E , ГПа	НМ, ГПа	r , %	E , ГПа	НМ, ГПа
t_n , °С	$v_{охл}$, °С/с						
700	0,2	3,3	68,88±5,10	0,73±0,07	—	97,93±4,93	0,51±0,06
1150	0,2	6,8	49,24±3,01	0,62±0,03	0,8	55,37±1,81	0,52±0,04
700	4,0	3,7	68,89±1,10	0,66±0,02	—	100,73±4,9	0,56±0,01
1150	4,0	7,6	36,56±0,47	0,69±0,03	2,3	45,22±1,61	0,65±0,02

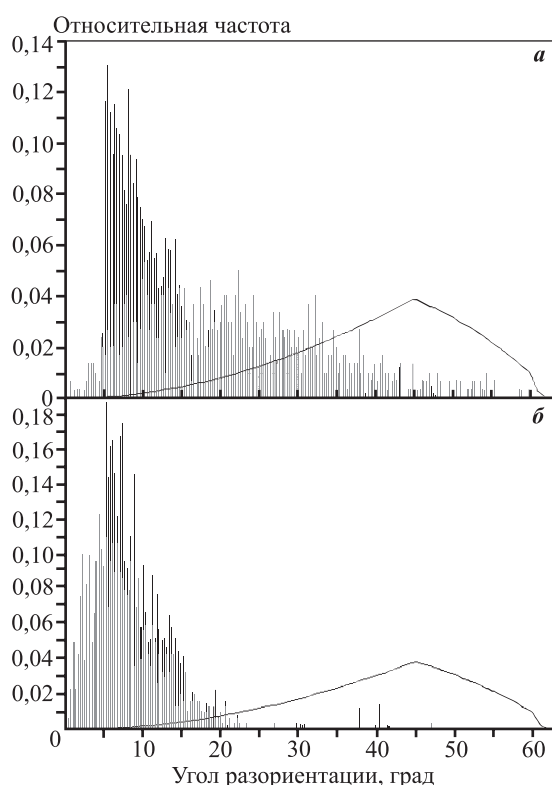


Рис. 3. Гистограммы дезориентации кристаллитов реперного (**а**) и гомогенизированного в жидком состоянии (**б**) образцов **а** – традиционный способ получения образца – температура нагрева жидкого металла $t_{\text{н}} = 700^\circ\text{C}$, скорость охлаждения $v_{\text{охл}} = 0,2^\circ\text{C/c}$; **б** – $t_{\text{н}} = 1150^\circ\text{C}$, $v_{\text{охл}} = 0,2^\circ\text{C/c}$
Черным цветом показаны коррелированные разориентации, серым – некоррелированные, а также приводится теоретическая кривая

жидком состоянии образцов показывает, что в первом случае имеет место большое количество большеугловых границ, во втором случае практически все границы малоугловые, текстурированность материала для гомогенизированного образца выше. В обоих случаях мы имеем дело с текстурированным металлом, что обязательно скажется на его упругих характеристиках.

По результатам анализа дифракционных картин Кикучи получены карты фактора Тейлора для системы деформаций (системы скольжения), характерной для алюминия: $\{111\} \langle -111 \rangle$ при направлении нагружения параллельно оси Ox . Сравнение полученных карт фактора Тейлора показало, что гомогенизированный в жидком состоянии образец характеризуется более высокой степенью однородности деформации.

Таким образом, метод наноиндентирования позволяет измерить экспериментально модуль Юнга отдельных фаз металлических сплавов, что открывает

принципиально новые возможности для проведения теоретических расчетов и моделирования условий обработки металлов давлением.

ВЫВОДЫ

1. Изучено влияние микрогетерогенности и условий кристаллизации расплава $\text{Al}-50\text{мас.}\%\text{Sn}$ на механические свойства фазовых составляющих слитка: модуль Юнга и нанотвердость. Измерения этих показателей проведены методом наноиндентирования.

2. Установлено, что причиной расслоения лигатуры $\text{Al}-50\%\text{Sn}$ при прокатке является дополнительное давление, обусловленное различием модулей Юнга α -раствора и эвтектики. Гомогенизация расплава при последующих охлаждении и кристаллизации приводит к изменениям структуры α -раствора и эвтектики, что выражается в изменении их упругих свойств, прежде всего модулей Юнга. Оценка возникающих механических напряжений, обусловленных двухфазностью образца $\text{Al}-50\%\text{Sn}$ (наличие эвтектики и $\alpha\text{-Al}$), показала, что дополнительное давление у гомогенизированного образца в 9 раз меньше, чем у реперного; закалка, наоборот, увеличивает дополнительное давление в 6,5 раз.

3. Дополнительным исследованием кристаллического строения и элементного состава фаз образцов $\text{Al}-50\%\text{Sn}$ выявлено, что изменение модуля Юнга α -раствора не связано с изменением элементного состава, а обусловлено изменением кристаллического строения: гомогенизированный в жидком состоянии образец характеризуется более высокой степенью однородности деформации, для него практически все границы малоугловые, текстурированность материала выше.

ЛИТЕРАТУРА

1. Brodova I.G., Popel P.S., Eskin G.I. Liquid metal processing: Applications to aluminium alloy production. London, N.Y.: Taylor&Francis, 2002; London, N.Y.: Gordon&Breach, 2004.
2. Лыкасов Д.К., Чикова О.А. // Расплавы. 2009. № 1. С. 31.
3. Головин Ю.И. // Физика тв. тела. 2008. Т. 50, № 12. С. 2113.
4. Марковец М.П. Определение механических свойств металлов по твердости. М.: Машиностроение, 1979.

5. Францевич И.Н., Воронов Ф.Ф., Бакута С.А. Упругие постоянные и модули упругости металлов и неметаллов: Справочник. Киев: Наук. думка, 1982.
6. Мухелишвили Н.И. Некоторые основные задачи математической теории упругости. М.: Наука, 1966.
7. Чикова О.А., Константинов А.Н., Шишкина Е.В., Чезганов Д.С. // Компьютерное моделирование физико-химических свойств стекол и расплавов: Тр. 11-го Росс. сем. / Под общ. ред. Б.С. Воронцова. Курган: Изд-во Кург. гос. ун-та, 2012. С. 26.
8. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов / Пер. с англ. М.: Metallurgy, 1979.
9. Попель П.С., Коржавина (Чикова) О.А., Моисеева Л.В. и др. // Технол. легких сплавов (ВИЛС). 1989. № 4. С. 87.
10. Коржавина (Чикова) О.А., Попель П.С. // Расплавы. 1989. № 5. С. 116.

УДК 669.15-150 : 541.1 : 622.734

ПРИНЦИПИАЛЬНОЕ РАЗЛИЧИЕ МЕТОДОВ НИЗКОЧАСТОТНОГО И УЛЬТРАЗВУКОВОГО ВОЗДЕЙСТВИЙ НА РАСПЛАВЫ

© 2014 г. И.Э. Игнатьев, Э.А. Пастухов, Е.В. Игнатьева

Институт металлургии (ИМЕТ) УрО РАН, г. Екатеринбург

Статья поступила в редакцию 15.01.13 г., подписана в печать 5.02.13 г.

Рассматриваются факторы, определяющие различие низкочастотного и ультразвукового методов обработки композиционных расплавов: кавитационные явления, диссипативные потери, способность к турбулентному перемешиванию расплава. Доказывается самостоятельность каждого из методов.

Ключевые слова: низкочастотная обработка расплавов, ультразвуковая обработка расплавов, кавитация, псевдокавитация.

There were considered factors that determine difference of low and ultrasonic frequency treatment methods with regard to composite melts: cavitation events, dissipation losses, capability to turbulent mixing of melt. There was proven independence of every of these methods.

Key words: low frequency treatment of melt, ultrasonic treatment of melt, cavitation, pseudocavitation.

Разработанный в Институте металлургии УрО РАН метод воздействия на расплав низкочастотными колебаниями поршня относится к вибрационным методам обработки расплавов и предназначен для получения композиционных металлургических сплавов. Имея сходные черты с ультразвуковым методом в способе воздействия на расплав и инструментах, осуществляющих это воздействие, он значительно отличается поведением частиц в расплаве.

Для ультразвуковой обработки [1] характерно значительное бародинамическое влияние на частицы расплава, особенно за счет кавитации. При этом перемешивание расплава происходит в малых объемах, локализованных вокруг лопающихся пузырьков газа. В ходе низкочастотной обработки [2–5] частицы расплава испытывают гораздо более слабое звуковое давление, однако при определенных геометрических и амплитудно-частотных параметрах

Игнатьев И.Э. – канд. техн. наук, ст. науч. сотр. лаборатории физической химии металлургических расплавов ИМЕТ УрО РАН (620016, г. Екатеринбург, ул. Амундсена, 101). Тел.: (343) 232-90-14. E-mail: igx2@mail.ru.

Пастухов Э.А. – докт. хим. наук, чл.-кор. РАН, проф., заведующий этой лабораторией. E-mail: eduard.pastuhov.34@mail.ru.

Игнатьева Е.В. – науч. сотр. той же лаборатории. E-mail: l.ig_a@mail.ru.