

На правах рукописи



АВДЮХИНА АНАСТАСИЯ АЛЕКСЕЕВНА

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ТЕХНОЛОГИИ ПРОИЗВОДСТВА,
СТРУКТУРЫ, МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПРЕССОВАННЫХ
ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ ГРАНУЛИРОВАННЫХ МАГНИЕВЫХ
СПЛАВОВ МА2-1 И МА14**

Специальность

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2017

Работа выполнена на кафедре «Материаловедение и технология обработки материалов» федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Осинцев Олег Евгеньевич

Официальные оппоненты: **Рохлин Лазарь Леонович**,
доктор технических наук, профессор,
Институт металлургии и материаловедения им.
А.А. Байкова РАН, главный научный сотрудник

Овсянников Борис Владимирович,
кандидат технических наук, ОАО «КУМЗ»,
главный специалист по научно-
исследовательской работе

Ведущая организация: Открытое акционерное общество
«Национальный институт
авиационных технологий», г. Москва

Защита диссертации состоится «21» декабря 2017 г. в 15 часов 30 минут на заседании диссертационного совета Д 212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ) по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 125993, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 4, А-80, ГСП-3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой С.В. и по электронной почте skvorcovasv@mai.ru.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте <https://mai.ru/upload/iblock/0a1/Dissertatsiya.pdf>

Автореферат разослан

Ученый секретарь
диссертационного Совета



Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Развитие авиакосмической техники, приборостроения, автомобильной промышленности и других отраслей машиностроения требует использования в конструкциях качественно новых легких и высокопрочных материалов, отличающихся высокими эксплуатационными свойствами, и более совершенными технологиями получения из них полуфабрикатов и изделий. К таким материалам относится деформируемые магниевые сплавы. Главным достоинством этих сплавов перед другими конструкционными материалами является малая плотность магния, что позволяет облегчить металлические конструкции, в частности, в авиации, ракетной технике и на транспорте. Из деформируемых магниевых сплавов изготавливают детали автомобилей и самолётов, а в последние годы магниевые сплавы стали широко применяться в электронной промышленности и приборостроении.

Однако, магниевые сплавы, как конструкционный материал, имеют ряд серьезных недостатков: низкий предел текучести на сжатие вдоль направления вытяжки пресованных профилей, что существенно ограничивает применение магниевых сплавов в машиностроительных конструкциях; относительно низкая технологическая пластичность, обусловленная дефицитом легких систем скольжения.

Поэтому использование метода быстрой кристаллизации дает возможность повышения механических свойств, в частности предела текучести на сжатие и технологической пластичности для магниевых сплавов и является актуальной задачей.

В качестве объекта исследования были выбраны два широко применяющихся в промышленности деформируемых магниевых сплава: сплав средней прочности МА2-1 (Mg-Al-Zn-Mn) и высокопрочный сплав МА14 (Mg-Zn-Zr).

Цель работы:

С использованием различных методов быстрой кристаллизации и проведения всесторонних исследований структуры и свойств, включая рентгеноструктурный анализ с построением полюсных фигур, разработать опытно-промышленную технологию получения пресованных полуфабрикатов из быстрозакристаллизованных магниевых сплавов МА2-1 и МА14.

Для реализации поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

1. На основе анализа литературных данных и предварительных экспериментов выбрать оптимальные параметры технологии получения гранул

из сплавов МА2-1 и МА14, включающие охлаждающие среды и режимы дегазации.

2. Разработать технологии прессования полуфабрикатов (прутков, полос, труб) сплавов МА2-1 и МА14 с определением температурно-скоростных режимов деформации и режимов упрочняющей термообработки (для сплава МА14).

3. Провести сравнительные механические испытания на растяжение и сжатие в долевом и поперечном направлениях прутков из сплавов МА2-1 и МА14, а также труб из сплава МА14, оценить уровень прочностных свойств и их анизотропию для полуфабрикатов, полученных из гранул и слитков.

4. Исследовать текстуру полуфабрикатов сплавов МА2-1 и МА14 с построением количественных обратных полюсных фигур, рассчитать из текстурных данных факторы Шмида для базисного скольжения и проанализировать особенности анизотропии механических свойств полуфабрикатов на основе текстурных характеристик анизотропии.

Научная новизна

1. На основании изучения кинетики выделения газовых примесей при дегазации гранул из магниевых сплавов МА2-1 и МА14 установлено, что поверхностный водород наиболее интенсивно выделяется в трех температурных интервалах и на этом основании рекомендуется использовать ступенчатый нагрев при дегазации с выдержками при температурах наиболее интенсивного выделения водорода.

2. Впервые для получения гранул из сплава МА14 в качестве охлаждающей среды использовали газообразный гелий, который благодаря более высокой теплопроводности по сравнению с жидким азотом обеспечил более высокую скорость кристаллизации, что способствовало диспергированию структуры: размера дендритного параметра и частиц интерметаллидных фаз на границах дендритных ячеек.

3. Показано, что в деформированных из гранул полуфабрикатах из сплавов МА2-1 и МА14 интенсивность призматической текстуры существенно ниже, чем в прутках из слитка из-за того, что между гранулами на начальных стадиях формоизменения отсутствует жесткое сцепление, в результате чего снижается доля энергии деформации, идущей на текстурообразование.

4. Установлено, что ослабление призматической текстуры в прессованных из гранул полуфабрикатах из сплавов МА2-1 и МА14 способствует повышению предела текучести на сжатие в осевом направлении прутков, а пониженное сцепление между гранулами по сравнению с зернами в слитке приводит к снижению прочности на растяжение в поперечном направлении прутков.

5. Предложена методика количественной оценки вклада кристаллографической и механической текстуры в анизотропию свойств магниевых полуфабрикатов с помощью коэффициентов «текстурной» и «прочностной» анизотропии.

Теоретическая и практическая значимость:

1. На основании анализа теплофизических свойств охлаждающих сред при получении гранул произведена замена охлаждения литой заготовки в жидком азоте на охлаждение в газообразном гелии и разработана на этой основе технология получения гранулированных прессованных полуфабрикатов из сплавов МА2-1 и МА14.

2. В результате установления закономерностей и механизма процесса дегазации гранул вместо традиционного дегазационного отжига с длительной выдержкой предложен более экономичный режим отжига со ступенчатым нагревом с кратковременными выдержками при трех температурах 75, 250 и 400°С, при которых наиболее интенсивно удаляется поверхностный водород из металла.

3. Показана возможность изготовления прессованных полуфабрикатов из гранул по упрощенной и более экономичной технологии: прессованием непосредственно из насыпанных в контейнер гранул, минуя операции компактирования и дегазации (бескапсульное прессование).

4. Показано, что предел текучести при сжатии в осевом направлении для полуфабрикатов из гранул значительно выше, чем для изделий из слитка, что связано со снижением интенсивности призматической текстуры прутков из гранул по сравнению с прутками, полученными из слитка: для сплава МА2-1: 114 МПа для прутка из слитка и 168 МПа для гранулированного сплава; для сплава МА14 соответственно 162 и 268 МПа, последний показатель является рекордным для магниевых сплавов.

Апробация результатов

Основные результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на 9 международных и российских семинарах и конференциях, в том числе: XXXVII «Гагаринские чтения» 2011г., Всероссийская с международным участием научно-технической конференции «Быстрозакаленные материалы и покрытия» 2011г., Новые материалы и технологии 2012г., Всероссийская с международным участием научно-технической конференции «Быстрозакаленные материалы и покрытия» 2012г., Международные молодежные научно-технические чтения им. А.Ф. Можайского 2013 г., конференция «Современные магниевые и литейные алюминиевые сплавы» к 100-летию со дня рождения выдающегося ученого, д.т.н., профессора М.Б. Альтмана, 2013г., Третья научно-практическая конференция молодых ученых и специалистов «исследования и перспективные

разработки в машиностроении», XLII «Гагаринские чтения», 2016г., XLIII «Гагаринские чтения», 2017г.

Методология и методы исследования

Методологической основой исследования послужили работы ведущих российских и зарубежных ученых, государственные стандарты РФ.

При выполнении работы были использованы современные методы исследования: металлографический, рентгеноструктурный и масс-спектрометрический анализы, испытания на растяжение, сжатие и ударную вязкость.

Положения, выносимые на защиту:

1. Разработаны оптимальные параметры технологии получения гранул из сплавов МА2-1 и МА14, включающие охлаждающие среды и режимы дегазации.
2. Разработаны технологии прессования полуфабрикатов (прутков, полос, труб) из сплавов МА2-1 и МА14, полученных из гранул и слитков с определением температурно-скоростных режимов деформации.
3. Проведены сравнительные механические испытания на растяжение и сжатие в долевом и поперечном направлениях и оценен уровень прочностных свойств и их анизотропия для полуфабрикатов, полученных из гранул и слитков сплавов МА2-1 и МА14.
4. Исследована текстура полуфабрикатов сплавов МА2-1 и МА14 с построением количественных обратных полюсных фигур и проанализированы особенности анизотропии механических свойств полуфабрикатов на основе текстурных характеристик анизотропии.

Степень достоверности результатов

Все результаты получены на поверенном оборудовании с использованием лицензионного программного обеспечения, испытания и измерения проводились в соответствии с требованиями ГОСТ, достоверность результатов подтверждается хорошим совпадением экспериментальных данных и теоретических расчетов, использованием методов математической статистики при обработке результатов.

Публикации. Основное содержание работы изложено в 12 научных работах, 3 из которых – в списке отечественных рецензируемых журналов, рекомендованных ВАК. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов, списка цитируемой литературы и приложения. Объем диссертации составляет 178 страниц, включая 67 рисунков, 30 таблиц и список литературы из 123 наименований.

Автор выражает искреннюю благодарность научным консультантам по диссертационной работе доктору технических наук, профессору Конкевичу Валентину Юрьевичу и доктору технических наук, профессору Бецофену Сергею Яковлевичу за научные консультации и плодотворное обсуждение результатов работы.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Введение. Во введении отмечается актуальность работы, ее направленность на использование различных методов быстрой кристаллизации и всестороннего исследования структуры и свойств на разработку опытно-промышленной технологии получения прессованных полуфабрикатов из гранулированных магниевых сплавов МА2-1 и МА14. Сформулированы цель и задачи исследования.

Глава 1. Литературный обзор

В первой главе дана общая характеристика деформируемых магниевых сплавов. Отмечается, что магниевые сплавы являются наиболее легкими конструкционными металлическими материалами, что определяет их применение в летательных аппаратах, транспорте и микроэлектронике. Одной из проблем применения магниевых сплавов является их выраженная анизотропия, обусловленная особенностями механизма деформации и текстурой деформированных полуфабрикатов, которая проявляется в низком сопротивлении деформации при сжатии вдоль оси прессованных профилей и в поперечном направлении профилей независимо от знака нагружения. Проблему анизотропии решают легированием РЗМ или литием, с помощью которых целенаправленно воздействуют на механизм деформации и текстуру. Тем не менее, эффективным методом снижения анизотропии является использование при прессовании профилей гранулированных заготовок, при этом можно использовать экономичные сплавы, не содержащие дорогостоящих РЗМ или сложных технологий выплавки как в случае сплавов с литием.

Глава 2. Материалы для исследования, способы их получения и методика проведения эксперимента

Объектами исследования выбраны два деформируемых магниевые сплава: сплав средней прочности МА2-1 системы Mg-Al-Zn-Mn и высокопрочный сплав системы Mg-Zn-Zr. Состав исследованных сплавов приведен в табл. 1.

Табл.1 Химический состав магниевых сплавов (ГОСТ 14957-76)

Сплав	Al	Zn	Mn	Zr	Примеси, не более							Прочие примеси
					Al	Cu	Ni	Si	Be	Fe	Mn	
МА2-1	3,8-5,0	0,8-1,5	0,3-0,7	–	0,1	0,05	0,007	0,10	0,002	0,5	–	0,2
МА14	–	5,0-6,0	–	0,3-0,9	0,05	0,05	0,005	0,05	0,002	0,3	0,1	0,3

Гранулы отливали центробежным способом (рис. 1) с использованием двух охлаждающих сред – жидкого азота и газообразного гелия, которые позволяют получать скорости охлаждения при кристаллизации от 10^3 до 10^5 К/с.

Для сравнительных исследований деформированные полуфабрикаты из сплавов МА2-1 и МА14 получали также из массивных слитков методом полунепрерывного литья. Этот метод обеспечивает получение скорости кристаллизации слитков от 10^{-1} – 10^1 К/с, т.е. на несколько порядков меньше, чем при гранулировании. Плавку проводили в индукционной печи ПЛАМ 1,6 («ВИЛС»).

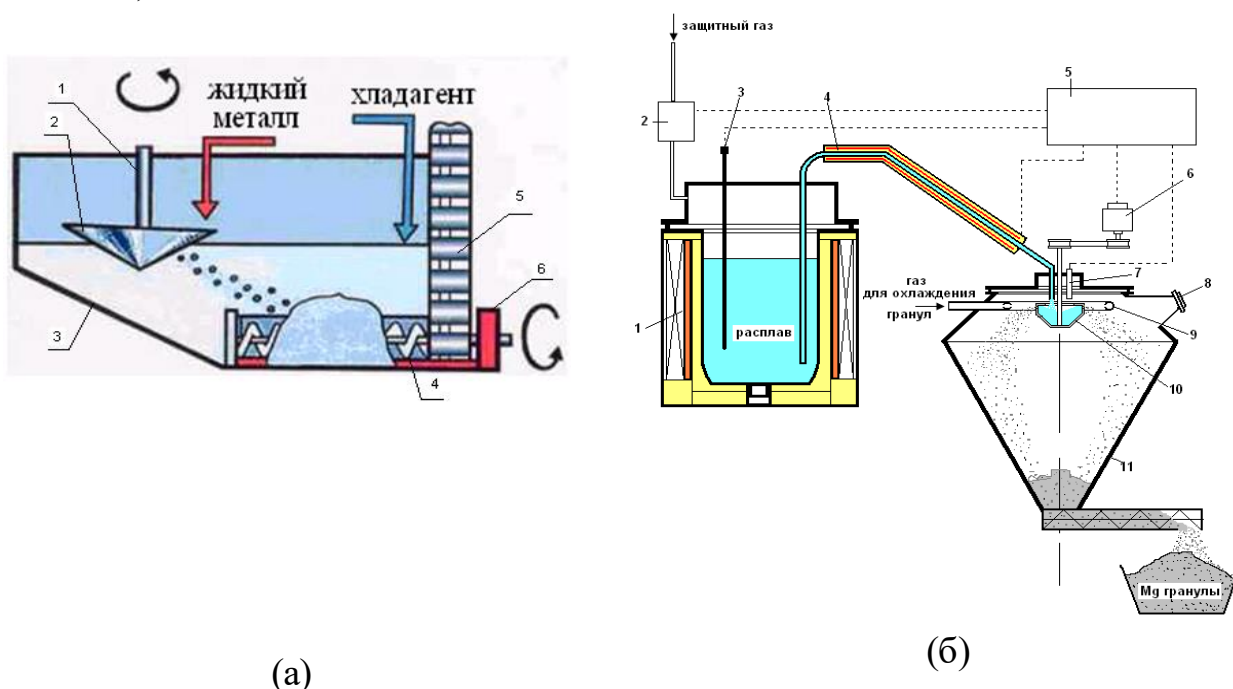


Рис. 1 Схема установки получения гранул с охлаждением в жидком азоте (а) и с охлаждением в газообразном гелии (б)

Прессование труб диаметром 106,5×96 мм из сплава МА14 осуществлялось в цехе предприятия ОАО «ВИЛС» на прессе усилием 3500 тс по разным технологическим схемам. В ОАО «ВИЛС» осуществлялось также прессование полос 16×80 мм из гранул МА14, полученных по двум технологиям кристаллизации: в жидком азоте и газообразном гелии (прессование осуществлялось на прессе 1500 тс). На Каменск-уральском заводе («КУМЗ») были получены крупногабаритные полуфабрикаты на прессе усилием 5000 тс из гранулированных сплавов МА14 и МА2-1: полосы сечением 80×90 мм (МА14 и МА2-1) и прутков Ø190 мм из сплава МА14 (капсульный метод прессования).

Изучение структуры и фазового состава сплавов, определение физических и механических свойств ($HВ$, σ_B , $\sigma_{0,2}$, $\sigma_{-0,2}$, δ и др.) производилось с использованием стандартного оборудования. Исследование микроструктур производилось на оптическом микроскопе «Neophot-21» при увеличениях 50-

500 крат. Образцы для исследования макро- и микроструктуры вырезались в поперечном и долевом направлениях. Для исследования поверхности гранул и поверхности изломов образцов использовался сканирующий электронный микроскоп «КУКУ-2800 В». С помощью этого микроскопа изучали структуру гранул и определяли элементный состав фаз и структурных составляющих. Механические испытания на растяжение осуществлялись на разрывной машине «Shoper» согласно ГОСТ 1497-84, также были произведены испытания на сжатие с определением предела текучести на сжатие ($\sigma_{-0,2}$), согласно ГОСТ 28503-97. Анализ выделения газовых примесей из гранул сплавов МА2-1 и МА14, полученных по различным технологиям, проводили по методике ВИЛСа с использованием вакуум-нагрева на масс-спектрометрическом анализаторе.

Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре ДРОН-4-07 при ускоряющем напряжении 35 кВ и анодном токе 25 мА в фильтрованном медном излучении. Для построения обратных полюсных фигур измеряли интенсивности всех дебаевских линий спектра, полученного методом симметричной съемки от плоскости образцов в CuK_α -излучении. Для оценки количественного вклада текстуры в анизотропию прочностных свойств использовали расчеты значений факторов Закса (M) для базисного скольжения.

Глава 3. Исследование структуры литой заготовки и формирования оксидной пленки на поверхности гранул

В этой главе рассмотрены вопросы, связанные с исследованием структуры литой заготовки и формированием оксидной пленки на поверхности. Применяли два метода быстрой кристаллизации: получение гранул центробежным методом с охлаждением в жидком азоте и в газообразном гелии. Для сравнения использовали слитковый вариант получения литой заготовки. Массивные слитки отливали полунепрерывным методом.

На рис. 2 представлена микроструктура сплавов МА2-1 и МА14, полученных по гранульной технологии с использованием двух различных охлаждающих сред – жидкого азота (рис. 2 а,б) и газообразного гелия (рис. 2в), а на рис. 2г – микроструктура МА14, полученная методом полунепрерывного литья.

Определение размера дендритной ячейки позволило оценить скорости охлаждения при кристаллизации гранул и слитков: при кристаллизации гранул в азот она составляла - $5 \cdot 10^3$ - 10^4 , в газообразном гелии - $7 \cdot 10^4$ - 10^5 , при кристаллизации слитка - 10^2 К/с. Увеличение скорости кристаллизации при получении гранул с охлаждением в газообразном гелии по сравнению с гранулами, отлитыми в среде жидкого азота, связано с более высокой теплопроводностью газообразного гелия.

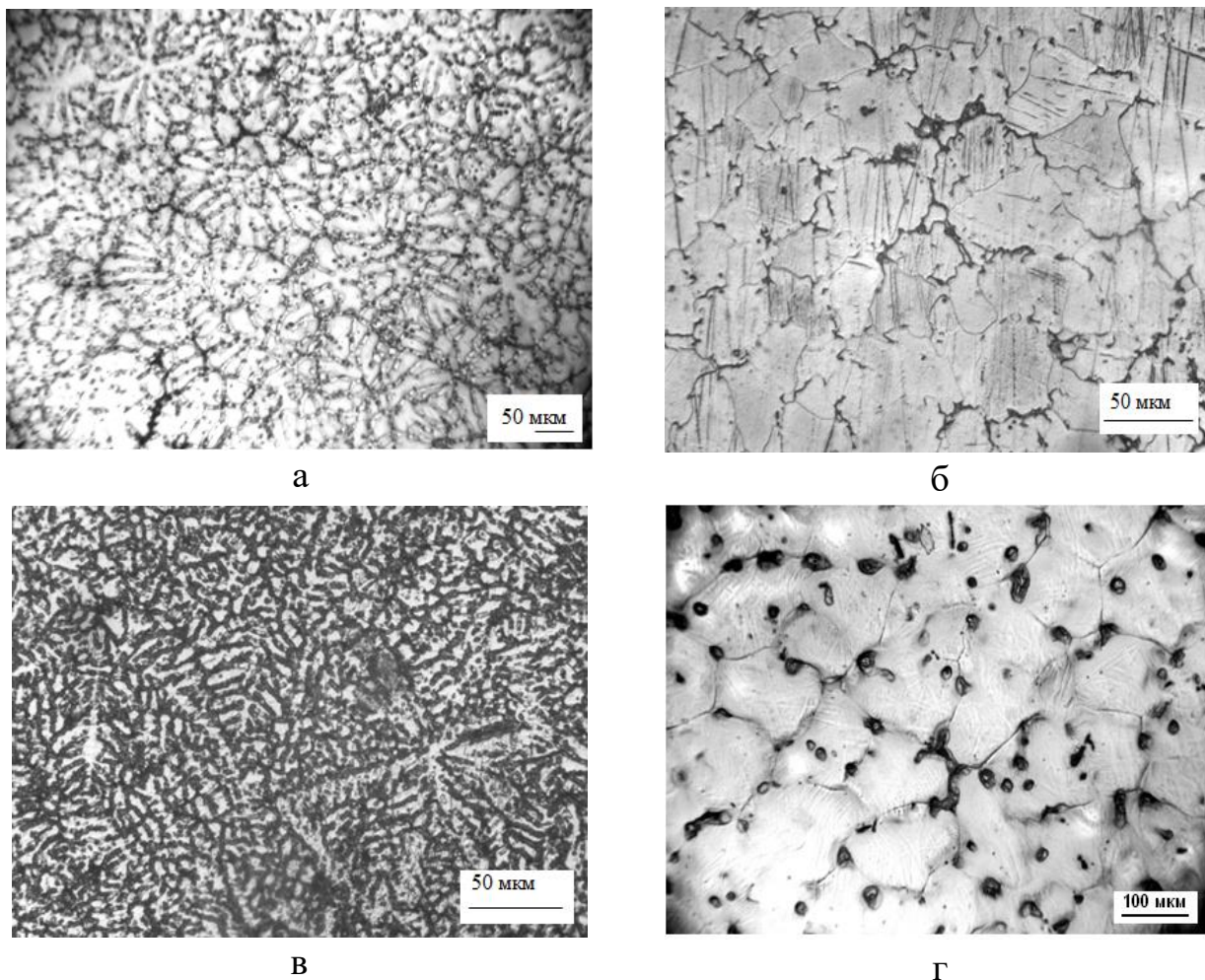
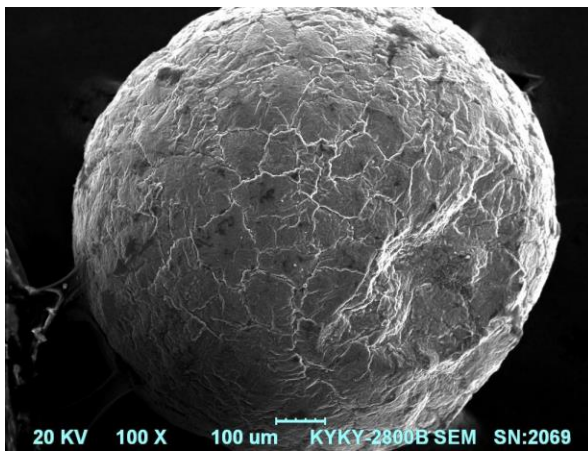


Рис. 2 Микроструктура сплавов MA2-1 (а) и MA14 (б) – охлаждение в жидком азоте и MA14 (в) – охлаждение в газообразном гелии; (г) MA14 слиток

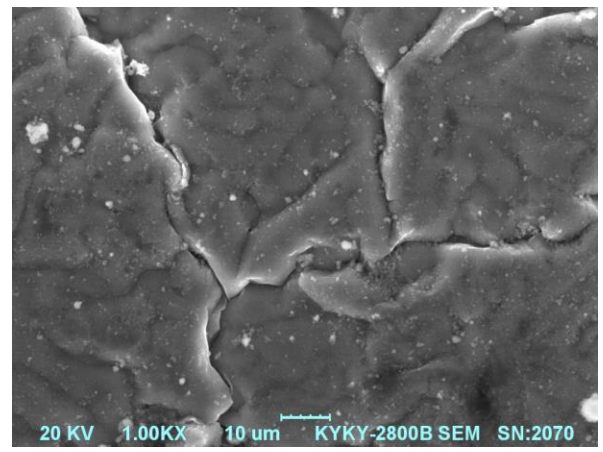
На рис.3 показана поверхность и внутреннее строение гранул сплава MA14, полученных охлаждением в газообразном гелии и в жидком азоте (рис. 4). Видна сферическая форма гранул, полученных при охлаждении в гелии (рис.3а), а на поверхности выявляется их зеренное строение, внутреннее строение зерен-дендритов (рис.3 б). такая правильная сферическая форма гранул сохраняется при размере до 1,5 мм. Превышение этого размера приводит к тому, что гранулы не успевают закристаллизоваться до касания со стенкой корпуса гранулятора.

При этом отмечается наличие гранул (рис.4 а), на поверхности которых наблюдается по своему внешнему виду «сморщенная» плотная оксидная пленка. Внутреннее строение этих гранул также дендритное (рис. 4 б).

Водород является одной из наиболее вредных примесей в магниевых сплавах. Он способен растворяться в магнии в значительных количествах, образуя твердые растворы внедрения.

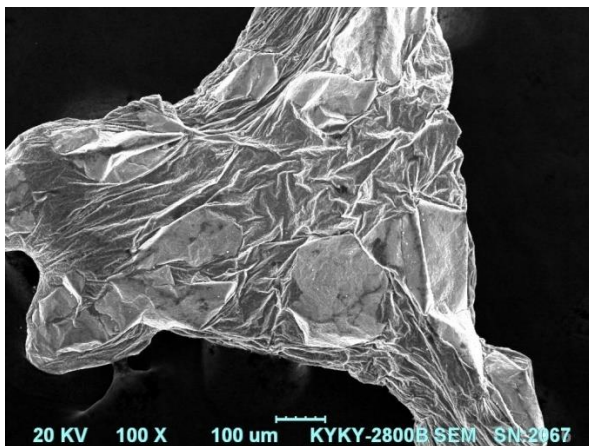


(a)

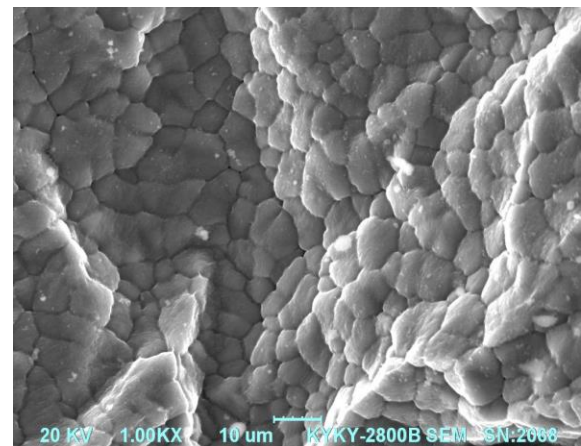


(б)

Рис. 3 - Поверхность гранул, полученных охлаждением в газообразный гелий, при различных увеличениях (сплав МА14)



а



б

Рис. 4 - Поверхность гранул, полученных охлаждением в жидкий азот при различных увеличениях (сплав МА2-1)

Необходимость снижения магниевых сплавов газонасыщенностью водородом связана с возможностью образования пористости в слитках и деформированных полуфабрикатах и взаимодействием водорода с редкоземельными металлами и цинком, а также отрицательное влияние его на усталостные характеристики и коррозионные свойства. Водород с цирконием образует устойчивые гидриды, которые располагаются на границах зерен и ухудшают свойства сплавов.

Изучение механизма выделения газовых примесей необходимо для разработки режимов дегазации, позволяющих сохранить те преимущества по физико-механическим и технологическим свойствам, которые дает быстрая кристаллизация перед другими материалами. Кроме того, она позволяет определить природу и особенности взаимодействия оксидных пленок на поверхности гранул, которые ответственны за консолидацию гранул при получении деформированных полуфабрикатов.

Для этой цели были проведены специальные эксперименты с масс-спектрометрическим анализом продуктов откачки газовых примесей из гранул сплавов МА14 и МА2-1. Анализ показал, что основную долю примесей, выделившихся с поверхности гранул, составляет примесь водорода с массовым числом $m/e=2$, а также примеси с массовыми числами 14, 16, 18, 28 и 44. Полученные результаты представлены в виде графиков на рис.5.

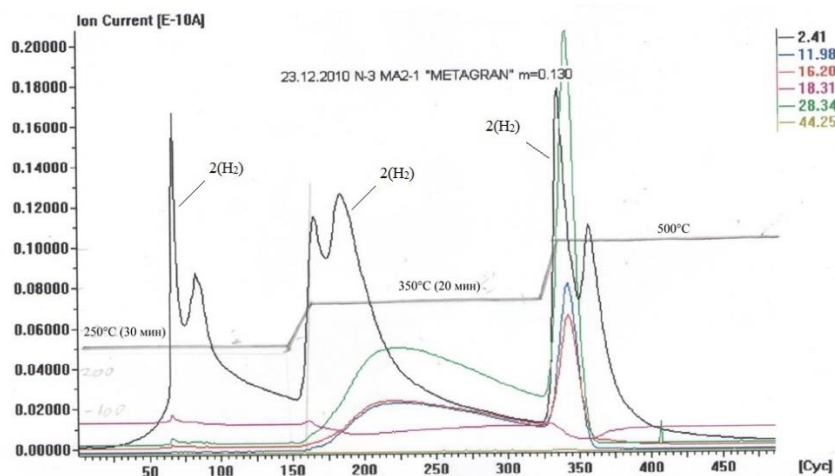


Рис. 5 Десорбция водорода и других газовых примесей с массовыми числами 12, 16, 18, 28 и 44 из гранул сплава МА2-1 при получении их охлаждением в жидком азоте

Поверхностный водород образуется в результате десорбции воды из комплексного оксида магния $MgO \cdot nH_2O$, который связывает n молекул воды. В дальнейшем структурно свободные молекулы воды реагируют с чистым магнием, образуя молекулярный поверхностный водород по реакции $Mg + H_2O \rightarrow MgO + H_2 \uparrow$.

Максимумы интенсивности выделения поверхностного водорода соответствует трем температурам $75^\circ C$, $250^\circ C$, $400^\circ C$, при которых происходит десорбция отсоединившихся от комплексного оксида магния очередной порции молекул воды. Температуры этих максимумов при выделении поверхностного водорода не зависят ни от марочного состава сплава, ни от способа получения гранул. Их положение на оси температур определяется только свойствами оксидной пленки на поверхности гранул. На этом основании с целью интенсификации процесса была дана рекомендация замены непрерывного нагрева гранул при дегазации на ступенчатый нагрев с выдержками при температурах наиболее интенсивного выделения водорода, при этом общая продолжительность отжига существенно снижалась.

Глава 4. Исследование структуры и механических свойств прессованных полуфабрикатов из гранулированных сплавов МА2-1 и МА14

В этой главе приведены результаты исследования влияния технологических факторов на формирование структуры и механических свойств из сплавов МА2-1 и МА14 в процессе прессования заготовок из слитка и гранул.

Прессованные полуфабрикаты из гранул получали по двум технологическим схемам. В первой схеме прессование осуществлялось с использованием специальных капсул (капсульное прессование) (рис.6 а), т.е. с засыпкой гранул в капсулу, затем проводили дегазацию, компактирование и горячее прессование. Это трудоемкий метод из-за использования при компактировании технологических гильз – капсул. Поэтому был опробован метод бескапсульного прессования (рис.6 б), в котором осуществляется прямая засыпка гранул в контейнер пресса с определенной температурой и последующее их прессование.

Использование этого метода позволяет повысить экономичность производства при сохранении высоких механических свойств. Для сравнительных исследований деформированные полуфабрикаты из сплавов МА2-1 и МА14 получали также из слитков. (рис. 6 в).

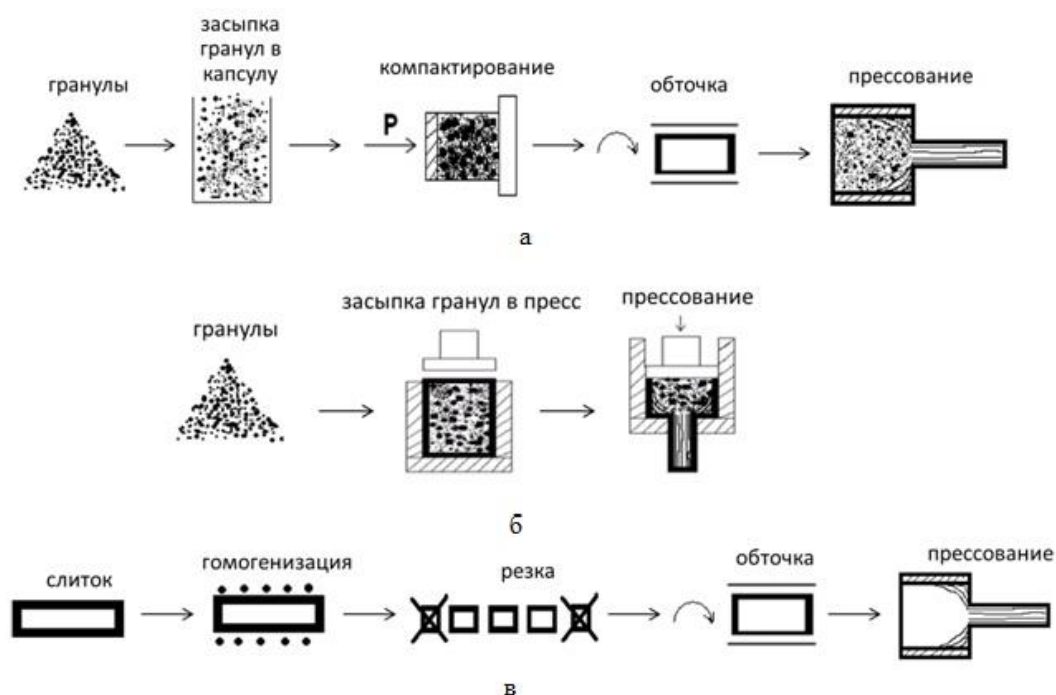


Рис.6 Технологические схемы изготовления полуфабрикатов из магниевых сплавов: а – прессование из гранул с предварительным компактированием в капсулах; б – прессование гранул с засыпкой их в контейнер пресса; в – прессование из слитка по стандартной технологии

По первой технологической схеме (капсульное прессование) из Каменск-Уральского металлургического завода (КУМЗ) были получены изготовленные

по опытно-промышленной технологии прессованные полосы 80×90 мм из гранул сплавов МА14 и МА2-1 и прутки диаметром 190 мм из сплава МА14. Анализ микроструктуры показал, что полосы, изготовленные по гранульной технологии, имеют более мелкозернистую структуру по сравнению с полуфабрикатами, полученными из слитка. Как в долевом, так и в поперечном направлениях структура однородна, анизотропия микроструктуры отсутствует.

В отличие от микроструктуры полуфабриката, полученного из гранул, микроструктура полос из слитков по всему сечению имеет крупные зерна, четко видны границы зерен. Результаты испытаний прутков, полученных методом капсульного прессования приведены в табл. 2.

Полуфабрикаты, полученные из гранул, существенно превосходят по значению предела текучести на сжатие полуфабрикаты, полученные из слитков. Прессованные полуфабрикаты из гранулированных сплавов МА2-1 и МА14, в том числе и массивные прутки диаметром 190 мм, значительно превосходят по уровню механических свойств регламентированные свойства для прессованных полуфабрикатов (ГОСТ 19657-84 и ГОСТ 18351-73). По механическим свойствам гранулированный сплав МА14, в том числе и по значению предела текучести, превосходит сплав МА2-1.

Более экономичный метод бескапсульного прессования был опробован в ОАО «ВИЛС», где из гранул сплава МА14 были изготовлены прессованные полосы сечением 16×80 мм на прессе 15 мН (15000 тс). Сопоставление механических свойств сплава МА14, полученных этим методом (табл.3) и методом капсульного прессования (табл.2) показало, что полуфабрикаты, полученные по бескапсульной технологии, по уровню прочностных свойств и пластичности не уступают полуфабрикатам, полученным с использованием капсул.

Табл. 2 Механические свойства в продольном направлении полуфабрикатов, полученных методом капсульного прессования

Марка сплава	Полуфабрикаты	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{-0,2}$, МПа	δ , %	Ψ , %	KCV, кгс·м/см ²
МА2-1	Полоса 80×90 мм из гранул	310	240	168	5,8	10,8	1,9
	из слитка	290	235	114	13,4	18,4	1,4
	Профили по ГОСТ 19657-84	255	145		6,0	–	–
МА14	Полоса 80×90 мм из гранул	340	285	246	19,6	27,2	2,3
	из слитка	340	300	114	12,6	16,0	–
	Пруток Ø 190 мм из гранул	345	280	–	12,1	23,2	–
	из слитка	343	302	–	12,6	16,0	–
	Прутки по ГОСТ 18351-73	265	175	–	4,0	–	–

Они также существенно превосходят по значениям предела текучести на сжатие прессованные полуфабрикаты, полученные из слитков. Это делает более экономичную бескапсульную технологию получения гранулированных магниевых сплавов перспективной для применения.

Из табл. 3 следует, что механические свойства магниевого сплава МА14, полученного из гранул, охлажденных в гелии и в азоте, близки. Однако гранулированный сплав, независимо от способа получения гранул, имеет в 2 раза более высокий предел текучести при сжатии, чем сплав, полученный из слитка.

Табл.3 Механические свойства, полос размером 16×80 мм из сплава МА14, полученных по бескапсульной технологии, в продольном и поперечном направлении

Вид литой заготовки	Направление вырезки образцов	$\sigma_{в}$, МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{-0,2}$, МПа	δ , %
Гранулы (охлаждение в жидкий азот)	продольные	330	310	270	8,7
	поперечные	247	243	–	2,3
Гранулы (охлаждение в газообразный гелий)	продольные	350	290	240	10,7
	поперечные	264	250	–	2,4
Профили из слитка (ГОСТ 19657-84)*	продольные	315	310	100	6,0

*- свойства приведены для сравнения

Глава 5. Исследование текстуры и анизотропии механических свойств деформированных полуфабрикатов из сплавов МА2-1 и МА14, полученных методом гранульной технологии

Текстуры прессованных полуфабрикатов принадлежат одному типу, который характеризуется расположением полюсов призмы $\{hki0\}$ в осевом (ОН) направлении. Такая текстура характерна не только для магниевых прутков, но и для всех прессованных профилей с ГП решеткой.

Исследования текстуры показали, что интенсивность призматической текстуры различается. Количественно интенсивность текстуры можно оценить отношением максимальной и минимальной полюсных плотностей. Это отношение варьирует от 4 для практически бестекстурного слитка из сплава МА2-1 до 120 для сильно текстурированного прессованного профиля из сплава МА14, полученного из слитка с деформацией $\epsilon=5,56$. Полуфабрикаты из гранул, имеют существенно менее выраженную текстуру и для них отношение полюсных плотностей варьируется от 13 до 59, при этом не прослеживается четкой корреляции интенсивности призматической текстуры со степенью деформации.

Текстура является одной из наиболее важных структурных характеристик магниевых сплавов, поскольку определяет уровень анизотропии механических свойств. Для прессованных профилей важнейшей проблемой является пониженная прочность на сжатие в направлении вытяжки, а также низкая прочность в поперечном направлении. В материаловедении магниевых сплавов проблема снижения интенсивности текстуры и соответственно анизотропии занимает существенное место и решается в основном за счет легирования РЗМ или литием.

Для количественной оценки вклада текстуры в анизотропию прочностных свойств недостаточно отношения полюсных плотностей и требуется на основе текстурных данных рассчитать значения факторов Закса (М) для базисного скольжения, которые являются обратной величиной фактора Шмида (Ф) и от которых непосредственно зависят напряжения текучести текстурированных поликристаллов:

$$\sigma_T = \tau_K / \Phi = \tau_K M$$

где: σ_T – напряжение текучести; τ_K – критическое приведенное напряжение сдвига.

В табл. 4 приведены результаты расчетов факторов Закса для прессованных профилей, анализ которых показал, что для прессованных профилей из гранул и слитка необходимо оценивать анизотропию двумя параметрами: коэффициентом «текстурной» анизотропии ($K_a^T = \overline{M_{OH}} / \overline{M_{PH}}$) и коэффициентом «прочностной» анизотропии ($K_a^\sigma = \sigma_{OH} / \sigma_{PH}$). Первый показатель зависит только от текстуры, а второй также зависит от текстуры, но для профилей из гранул он зависит также и от сил сцепления между самими гранулами. Можно показать, что для изделий из слитка K_a^T всегда выше, чем K_a^σ , но между ними существует близкая к линейной зависимость (рис. 7).

Полуфабрикаты, полученные из гранул демонстрируют необычное поведение, когда коэффициенты прочностной анизотропии (K_a^σ) выше, чем коэффициенты текстурной анизотропии (K_a^T). Следует обратить внимание на то, что разница между текстурной и прочностной анизотропией снижается с увеличением степени деформации. Для изделий из слитков разных систем легирования обнаружена линейная зависимость между коэффициентами прочностной и текстурной анизотропии [1].

На рис.7 показана эта зависимость, дополненная нашими результатами для полуфабрикатов, полученных из гранул и слитка сплавов МА14 и МА2-1. В отличие от компактных материалов для прутков из гранул, наблюдаются существенные отклонения значений коэффициентов анизотропии от прямолинейной зависимости, при этом степень отклонения от прямой тем больше, чем меньше степень деформации при прессовании.

Табл. 4. Значения факторов Закса и параметров анизотропии прессованных полуфабрикатов из сплавов МА2-1 и МА14

Сплав,	Метод получения	$e=\ln(S_0/S)$	$M_{он}$	$M_{пн}$	K_a^T	K_a^σ
МА2-1	слиток	0	3,45	3,68	0,94	1,0
МА14	из слитка	5,56	19,4	3,65	5,32	2,34
МА14	из гранул, азот	2,46	4,69	3,43	1,37	1,89
МА14	из гранул, азот	3,83	4,93	3,75	1,31	1,53
МА2-1	из гранул, азот	3,83	5,14	4,20	1,22	1,38
МА14	из гранул, азот	5,56	6,52	4,59	1,42	1,32
МА14	из гранул, гелий	5,56	5,89	5,69	1,04	1,15

Минимальный уровень деформации ($e=2,46$) дает значительное отклонение от прямой на рис.7. Увеличение деформации до $e=3,83$ и особенно для $e=5,56$ уменьшает величину отклонения. Прямолинейная зависимость характеризует текстурный вклад в анизотропию, а отклонение от нее – вклад границ зерен. Таким образом, для прутков из гранул отношение пределов текучести в осевом и поперечном направлениях (K_a^σ) помимо текстуры зависит также и от силы сцепления между гранулами.

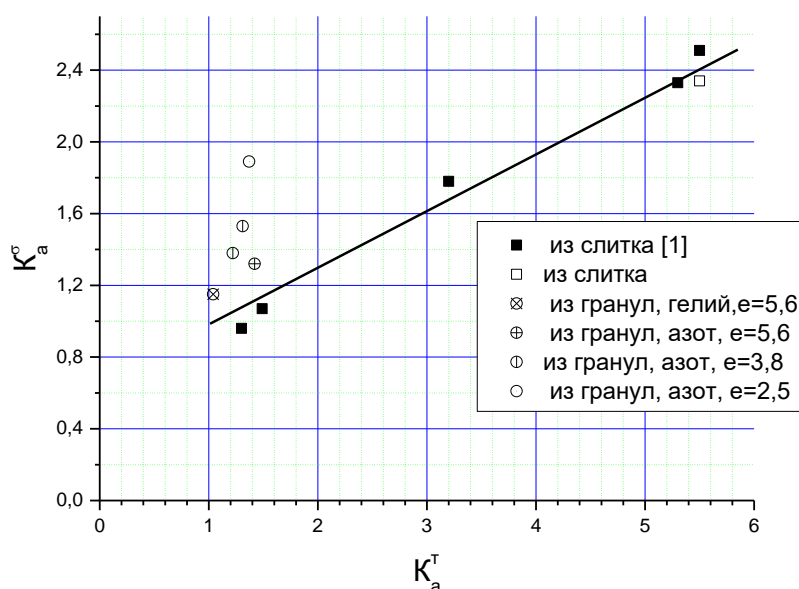


Рис. 7 Соотношение между коэффициентами текстурной и прочностной анизотропии для экструдированных из слитков и гранул магниевых сплавов [1] Бецофен С.Я., Конкевич В.Ю., Осинцев О.Е., Авдюхина А.А., Воскресенская И.И., Грушин И.А. Исследование текстуры и анизотропии механических свойств сплавов МА14 и МА2-1, полученных методами гранульной металлургии. Деформация и разрушение материалов, 2014, №12, С.32-37.

Этот результат имеет принципиальное значение для оценки несущей способности изделий и оптимизации параметров деформации гранулированных магниевых сплавов. Для магния предел текучести прессованных изделий на растяжение в ПН всегда ниже, чем в ОН из-за текстурного эффекта. Поэтому только с помощью найденной линейной зависимости (K_a^σ) от (K_a^T) можно оценить, какую минимальную степень деформации необходимо реализовать в изделии из гранул, чтобы получить необходимый уровень прочности в поперечном направлении прессованного полуфабриката.

Для прессованных заготовок из магниевых сплавов одним из самых негативных проявлений анизотропии является низкая прочность на сжатие вдоль оси полуфабрикатов по сравнению с прочностью на растяжение. Так для прессованного профиля 80x90 мм ($\epsilon=5,6$) из сплава МА2-1 (рис.8) предел текучести в осевом направлении при испытании на растяжение более чем вдвое превышает аналогичный показатель при испытании на сжатие.

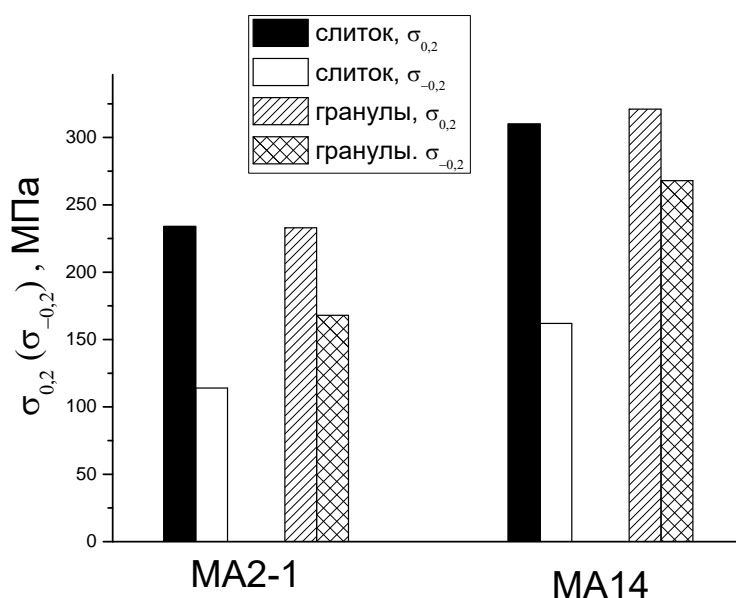


Рис. 8 Пределы текучести на сжатие и растяжение прутков из гранул и слитка сплавов МА14 и МА2-1

При этом у такого же полуфабриката из гранул прочность на сжатие значительно выше, чем для изделия из слитка. Так для сплава МА2-1 предел текучести на сжатие для прутка из слитка составляет 114 МПа, в то время как для прутка из гранул эта величина равна 168 МПа, а для гранулированного сплава МА14 достигает 268 МПа (рис.8), что является рекордным показателем для магниевых сплавов.

В заключительной части работы исследовали влияние гранульной технологии на формирование кристаллографической текстуры в процессе

прессования труб из сплава МА14 с целью выявления технологических возможностей получения прессованных профилей на базе существующих промышленных сплавов магния с контролируемой анизотропией прочностных свойств.

В работе использовали деформируемый магниевый сплав МА14. Расплав распыляли центробежным методом газообразного гелия (скорость охлаждения 10^4 - 10^5 К/с). Компактирование магниевых гранул производили методом горячего формования в контейнере $\varnothing 280$ мм на прессе усилием 120 мН. Компактированные заготовки прошивали пробойником диаметром 50 мм и получали прессованные трубы (рис. 9) $\varnothing 105$ мм и толщиной стенки 5 мм, при этом варьировали скорость деформирования 0,7-1,2 м/мин и температуру 270-340°C. Такая деформация трубы соответствовала коэффициенту вытяжки 37,95 или истинной деформации $\epsilon=3,64$. Из полуфабрикатов вырезали образцы для определения механических свойств на растяжение в долевом (ДН) направлении.



Рис.9 Внешний вид труб, полученных из гранулированного магниевого сплава МА14

В табл.5 приведены механические свойства труб, которые показывают, что с увеличением температуры прессования снижается величина предела текучести. Текстуру изучали методом ОПФ для направлений ДН, ТН (тангенциальное направление) и РН (радиальное направление). Текстуру в РН измеряли с внешней (РН1) и внутренней (РН2) поверхностей трубы.

Для всех 4-х исследованных труб (2, 4, 5, 7) текстура характеризуется расположением призматических полюсов $\langle hk0 \rangle$ параллельно ДН, что

соответствует текстуре вытяжки, в частности для прессованных прутков. При этом текстура в тангенциальном и радиальном направлениях различались, что свидетельствует о том, что в отличие от прессования цельных профилей симметричных относительно оси вытяжки, при прессовании труб отсутствует аксиальная симметрия текстуры.

Табл.5 Механические свойства труб из сплава МА14, полученных при различных температурных режимах прессования

№трубы	Предел прочности, МПа	Предел текучести, Мпа	Относ.удлин. %	Т-ра брикета °С
1	260,0	192,5	13,8	320
2	245,0	200,0	12,0	300
3	255,0	220,0	11,5	320
4	242,5	195,0	12,0	340
5	235,0	202,5	11,5	300
6	252,0	215,0	12,0	280
7	250,0	217,5	12,0	270

Это обусловлено тем, что при деформации полых профилей в зависимости от размеров заготовки и прессованной трубы деформация сжатия по толщине трубы (в радиальном направлении) отличается от деформации сжатия по диаметру (в тангенциальном направлении). Соответственно ось «с» ГП решетки располагается предпочтительно в том направлении, в котором деформация сжатия выше. В нашем случае коэффициент $Q = \ln(t/t_0) / \ln(D/Do) > 1$ и поэтому ось «с» располагается предпочтительно в радиальном направлении.

Общие выводы

1. Исследования влияния скорости охлаждения при кристаллизации сплавов МА2-1 и МА14 в диапазоне 10^0 - 10^5 К/с показали, что увеличение скорости кристаллизации приводит к резкому уменьшению размеров дендритных ячеек и толщины прослоек эвтектических фаз на их границах и эти структурные изменения наследуются деформированными полуфабрикатами, что приводит к существенному повышению их механических свойств.

2. С использованием установленного В.И. Добаткиным соотношения дендритного параметра со скоростью охлаждения при кристаллизации, оценена скорость кристаллизации гранул в жидкий азот - $5 \cdot 10^3 \div 10^4$ К/с и в газообразный гелий – $7 \cdot 10^4 \div 10^5$ К/с.

3. Гранулы, закристаллизованные в газообразном гелии, имеют размеры 0,2-1,0 мм и сферическую форму, в то время как гранулы, отлитые в жидкий азот,

имеют большие размеры 5-15 мм, а некоторые из них неправильную форму, обусловленную тем, что коэффициент теплопроводности жидкого азота меньше, чем газообразного гелия, в результате чего гранулы в азоте достигают стенки кристаллизатора в жидко-твердом состоянии и поэтому меняют свою форму в результате удара, в отличие от поведения гранул в гелии, в котором кристаллизация успевает завершиться до удара о стенку кристаллизатора.

4. Изучение кинетики выделения газовых примесей из гранул сплавов МА14 и МА2-1 показало, что поверхностный водород образуется в результате десорбции воды из комплексного оксида магния $MgO \cdot nH_2O$ с последующей реакцией ее с магнием, в результате которой образуется газообразный поверхностный водород: $Mg + H_2O \rightarrow MgO + H_2 \uparrow$; установлено также, что наиболее интенсивно поверхностный водород выделяется при трех температурах: 75, 250 и 400°C, которые не зависят ни от марки сплава, ни от способа получения гранул, а определяются только физико-химической природой оксидной пленки.

5. Разработана технология получения прессованных полуфабрикатов из гранулированных магниевых сплавов МА2-1 и МА14, включающая центробежное литье гранул с охлаждением в жидкий азот или газообразный гелий (гелий как охлаждающий реагент для магниевых сплавов применяется впервые), дегазацию и компактирование в контейнере гидравлического пресса, прессование конечного полуфабриката или заготовки для прокатки, термическую обработку (для сплава МА14).

6. Показана возможность изготовления прессованных полуфабрикатов из гранул по упрощенной и более экономичной технологии: прессованием непосредственно из насыпных в контейнер гранул, минуя операции компактирования и дегазации (бескапсульное прессование).

7. Проведено исследование текстуры и механических свойств на сжатие и растяжение в долевом и поперечных направлениях полуфабрикатов из магниевых сплавов МА14 и МА2-1, полученных прессованием из гранул с охлаждением в жидкий азот или газообразный гелий, а также из слитков, и показано, что все полуфабрикаты имеют аксиальную текстуру $\langle hki0 \rangle$, характерную для текстуры вытяжки ГП сплавов с предпочтительным направлением сдвиговой деформации в плотноупакованном направлении $\langle 1120 \rangle$, при этом интенсивность текстуры полуфабрикатов из гранул существенно ниже, чем из слитков.

8. Разработана методика количественной оценки вклада текстуры и микроструктуры в анизотропию механических свойств полуфабрикатов, полученных из гранул и слитков с помощью двух параметров анизотропии, коэффициента «текстурной» анизотропии, равного отношению факторов Закса в осевом и поперечном направлении ($K_a^T = \overline{M_{OH}} / \overline{M_{PH}}$) и коэффициента

«прочностной» анизотропии, равного отношению пределов текучести в этих направлениях ($K_a^\sigma = \sigma_{OH} / \sigma_{PH}$).

9. Показано, что предел текучести при сжатии в осевом направлении для полуфабрикатов из гранул значительно выше, чем изделий из слитка, что связано с особенностями пластической деформации полуфабрикатов из гранул, приводящими к снижению интенсивности призматической текстуры прутков из гранул по сравнению с прутками из слитков, так для сплава МА14, прутки из слитка имеют $\sigma_{0,2}=162$ МПа, а прутки из гранул – $\sigma_{0,2}=268$ МПа, что является рекордным показателем для магниевых сплавов.

10. В процессе прессования труб из сплава МА14, полученных по гранульной технологии, в стенке трубы формируется не аксиальная текстура прутков, а базисная текстура, аналогичная текстуре магниевых листов, что является следствием значительно большей деформации сжатием по толщине трубы по сравнению со сжатием в тангенциальном направлении.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

Список публикаций в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК

1. Авдюхина А.А., Соколова И.С., Тюльпакова Р.В., Конкевич В.Ю. Исследование кинетики выделения газовых примесей из гранул и поверхностей разрушения гранулированный полуфабрикатов из магниевого сплава МА14. Технология легких сплавов, 2011, № 4, С.68-73.

2. Осинцев О.Е., Конкевич В.Ю., Авдюхина А.А. Опробование технологии производства прессованных полуфабрикатов из гранулированных магниевых сплавов МА2-1 и МА14. Заготовительные производства в машиностроении. (кузнечно-прессовое, литейное и др. производства) №2 2014. С.41-48.

3. Бецофен С.Я., Конкевич В.Ю., Осинцев О.Е., Авдюхина А.А., Воскресенская И.И., Грушин И.А. Исследование текстуры и анизотропии механических свойств сплавов МА14 и МА2-1, полученных методами гранульной металлургии. Деформация и разрушение материалов, 2014, №12, С.32-37.

Список публикаций в других научных журналах и сборниках трудов

1. Авдюхина А.А., Стегнова И.С. Оценка свойств полуфабрикатов из гранулированных магниевых сплавов, полученных по различным технологическим схемам // Научные труды XXXVII международной научной конференции «Гагаринские чтения», 2011, т.1, с.124-126

2. Авдюхина А.А., Конкевич В.Ю., Соколова И.С., Тюльпакова Р.В. Исследование газосодержания и поверхностных свойств гранул магниевого сплава МА14, полученного различными способами // Сборник трудов 10-ой юбилейной всероссийской с международным участием научно-технической конференции «Быстрозакаленные материалы и покрытия», 2011, с.10-15

3. Осинцев О.Е., Конкевич В.Ю., Авдюхина А.А. Влияние среды охлаждения гранул магниевых сплавов на их структуру // Всероссийская научно-техническая конференция «Новые материалы и технологии НТМ-2012», 2012, С.78-79.

4. Осинцев О.Е., Авдюхина А.А., Конкевич В.Ю. Изучение структуры и свойств гранулированных магниевых сплавов МА2-1 и МА14 // Сборник трудов 11-ой Всероссийской с международным участием научно-технической конференции «Быстрозакаленные материалы и покрытия», 2012, с.232-237

5. Мостяев И.В., Авдюхина А.А. Гранулированные магниевые сплавы – перспективный материал для современного авиастроения // Тезисы докладов Международные молодежные научно-технические чтения им. А.Ф. Можайского, 2013 г., с. 169-170

6. Осинцев О.Е., Авдюхина А.А., Конкевич В.Ю. Исследование гранул магниевых сплавов, полученных по различным технологическим схемам // Сборник докладов «современные магниевые и литейные алюминиевые сплавы» к 100-летию со дня рождения выдающегося ученого, д.т.н., профессора М.Б. Альтмана, 2013

7. Авдюхина А.А. Влияние скорости охлаждения литой заготовки на структуру и свойства магниевого сплава МА14 // Третья научно-практическая конференция молодых ученых и специалистов «Исследование и перспективные разработки в машиностроении», 2014

8. Авдюхина А.А., Божко С.А., Воскресенская И.И. Влияние особенностей механизма деформации сплавов магния и титана на формирование текстуры при больших пластических деформациях // Научные труды XLII международной научной конференции «Гагаринские чтения», 2016, т.3, с.370-371

9. Авдюхина А.А., Воскресенская И.И., Петрова А.А. Исследование формирования кристаллографической текстуры в прессованных трубах из сплава МА14, полученных методами гранульной металлургии // Научные труды XLIII международной научной конференции «Гагаринские чтения», 2016, с.208

