

Брянцев Павел Юрьевич

**«Исследование и оптимизация режимов термической обработки
слитков сплавов системы Al-Mg-Si»**

Специальность 05.16.01

«Металловедение и термическая обработка металлов»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва 2007

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

В настоящее время сплавы на основе системы Al-Mg-Si (авиали) вышли на первое место по мировому производству среди всех алюминиевых сплавов. На их долю приходится более 90 % производства прессованных алюминиевых изделий. Такое распространение авиалей обусловлено возможностью их прессования со скоростями истечения до 50-70 м/мин. В условиях жесткой конкуренции между производителями остро стоит вопрос повышения производительности при прессовании, т.е. увеличения выхода годной продукции в единицу времени за счет уменьшения продолжительности технологического цикла. Эту задачу можно решить за счет ускорения термической обработки слитков сплавов системы Al-Mg-Si при подготовке к прессованию.

Единственной термической обработкой при подготовке слитков сплавов на основе системы Al-Mg-Si к прессованию является гомогенизационный отжиг. Его основной задачей является трансформация железистых фаз, а именно преобразование фазы β -AlFeSi игольчатой морфологии в α -AlFeSi более компактной формы. Режимы проведения гомогенизационного отжига не оптимизированы и могут сильно различаться применительно к одному сплаву у разных производителей (обычно изотермическая выдержка проводится при температурах 540-580 °С в течение 4-10 часов).

При охлаждении после гомогенизационного отжига происходит распад пересыщенного алюминиевого твердого раствора (Al) с выделением частиц Mg_2Si , размеры и плотность выделений которых определяются скоростью охлаждения. От степени распада (Al) зависит давление прессования заготовки и скорость истечения при прессовании. Поэтому в настоящее время предлагается жестко регламентировать скорость охлаждения слитков после гомогенизации, однако оптимальные параметры охлаждения точно не определены.

Целью работы является оптимизация режимов термической обработки слитков малолегированных сплавов на основе системы Al-Mg-Si, то есть определение температуры, времени выдержки при гомогенизационном отжиге и оптимальной скорости охлаждения после гомогенизации для обеспечения необходимой микроструктуры при минимальной продолжительности цикла, минимальном усилии прессования и гарантированном достижении максимальных прочностных свойств прессованных полуфабрикатов.

Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Исследовать кинетику растворения фазы Mg_2Si эвтектического происхождения и процессы трансформации железистых фаз, протекающие в ходе гомогенизационного отжига слитков, а также влияние на них состава сплава.
2. Изучить процесс распада (Al) при охлаждении слитков с температуры гомогенизации и его влияние на показатели прессуемости слитков.
3. Предложить технологию подготовки слитков к прессованию, обеспечивающую минимальную продолжительность технологического цикла и гарантирующую получение качественного готового продукта.

Научная новизна

1. Исследована кинетика растворения фазы Mg_2Si эвтектического происхождения при гомогенизационном отжиге и вторичных выделений Mg_2Si при нагреве под прессование. Установлено, что время растворения фазы Mg_2Si любого происхождения составляет несколько минут.
2. Установлена зависимость изменения морфологии железистых фаз от температуры и времени гомогенизационного отжига. Показано, что повышение температуры гомогенизации до $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ значительно ускоряет процессы фрагментации и сфероидизации железосодержащих частиц.
3. Построены термокинетические диаграммы распада (Al) в сплавах Al-Mg-Si-Fe, Al-Mg-Si-Mn-Fe, Al-Mg-Si-Mn-Cu-Fe и Al-Mg-Si-Mn-Cu-Cr-Fe, содержащих по 0,5%Mg и Si, 0,2%Fe, 0,3%Mn, 0,3%Cu, и 0,3%Cr при непрерывном охлаждении с температуры изотермической выдержки со скоростями $100\text{-}600\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{ч}$.

Практическая значимость

1. Установлено, что у слитков алюминиевых сплавов на основе системы Al-Mg-Si, имеющих химический состав в диапазоне Al-(0,3-0,6)%Mg-(0,2-0,6)%Si-(0-0,3)%Mn-(0-0,3)%Cu-(0-0,3)%Cr-(~0,2)%Fe, солидус составляет $610\text{-}633\text{ }^{\circ}\text{C}$, что позволяет повысить температуру гомогенизации до $600\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ и сократить время отжига до 15-30 мин. Ускоренный режим гомогенизации успешно прошел промышленное опробование на Саяногорском алюминиевом заводе и на заводе «РусАлюмСтрой» компании РУСАЛ.
2. Показано отсутствие необходимости в жесткой регламентации скорости охлаждения после гомогенизации слитков промышленных сплавов АД31, 6063, 6060, 6004, 6206 и 6005А.

3. Предложена к промышленному опробованию новая технологическая схема подготовки слитков малолегированных сплавов системы Al-Mg-Si, в которой гомогенизационный отжиг слитков совмещен со скоростным нагревом под прессование.

Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы доложены и обсуждены:

- на конференции-выставке «Алюминий Сибири», Красноярск, 7-9 сентября 2004 г.
- на 10-й международной конференции по алюминиевым сплавам ICAA10, Ванкувер, Канада, 9-13 июля 2006 г.

Результаты диссертационной работы отражены в 5 публикациях. По результатам работы зарегистрировано 1 ноу-хау.

Структура и объем работы.

Диссертация состоит из введения, 6 глав, выводов и библиографического списка из 95 источников. Работа изложена на 119 страницах машинописного текста, содержит 15 таблиц и 67 рисунков.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

1. Обзор литературы

В этом разделе рассмотрены результаты опубликованных работ по исследованию формирования структуры слитков сплавов системы Al-Mg-Si на разных этапах технологического процесса прессования и ее влиянию на прессуемость слитков и конечные свойства прессованных полуфабрикатов.

Основным выводом по данному разделу является то, что на прессуемость слитков из сплавов системы Al-Mg-Si и качество получаемого изделия влияет в первую очередь микроструктура слитка и заготовки для прессования, которая формируется под воздействием множества факторов, таких как скорость кристаллизации при литье, режим гомогенизационного отжига, скорость охлаждения после него, способ нагрева под прессование, температура прессования и др.

2. Методика экспериментов

В работе исследовались промышленные слитки алюминиевых сплавов, состав которых приведен в табл. 1. Их состав соответствует марке АД31 по ГОСТ 4784-97 и маркам 6063 и 6060 по классификации Алюминиевой Ассоциации.

Таблица 1 – Химический состав исследованных слитков

Содержание легирующих элементов, масс. %					
Mg	Si	Cu	Mn	Cr	Fe
0,45-0,50	0,41-0,48	0,001-0,015	0,001-0,01	0,001-0,003	0,18-0,21

Исследуемые сплавы были отлиты методом полунепрерывного литья в цилиндрические слитки диаметром 152, 204 и 254 мм и разрезаны на темплеты высотой 150-200 мм.

Для изучения универсальности разрабатываемых режимов гомогенизационного отжига в работе исследовали сплавы другого состава с различным соотношением Mg/Si, а также сплавы с добавками типичных легирующих элементов – Mn, Cu и Cr (табл. 2), отлитые в лабораторных условиях. При этом в качестве шихты использовали алюминий марок А99 и А7, промышленные слитки состава ~0,47 % Mg, ~0,45 % Si и ~0,2 % Fe, магний Mg90, технический кремний Кр0, лигатуры Al-10 %Mn, Al-10 %Cr, Al-33 %Cu, Al-10 %Fe. Плавку вели в электрической печи сопротивления Nabertherm TOP 45 в графито-шамотном тигле. Отливки размером 200x30x15 мм получали заливкой в графитовую изложницу с температуры 700-750 °С.

Таблица 2 – Составы слитков малолегированных сплавов Al-Mg-Si с добавками Mn, Cu и Cr

Сплав	Содержание легирующих элементов, масс. %					
	Mg	Si	Cu	Mn	Cr	Fe
6004	0,5	0,5	<0,01	0,3	<0,01	0,2
6206	0,5	0,5	0,3	0,3	<0,01	0,2
6005A	0,5	0,5	0,3	0,3	0,3	0,2

Гомогенизационные отжиги проводили в лабораторной печи СНОЛ с точностью поддержания температуры ± 5 °С. Старение осуществляли в печах с принудительной циркуляцией воздуха Nabertherm N 30/65 А и SNOL 58/350 с точностью поддержания температуры ± 2 °С. Кратковременные отжиги продолжительностью менее 60 мин проводили в ванне с расплавом натриевой селитры NaNO₃.

С целью определения температур фазовых превращений в сплавах, в первую очередь температуры солидуса, проводили дифференциальный термический анализ на дифференциальном сканирующем калориметре Labsys DSC-1600 фирмы Setaram, а также дилатометрический анализ на дилатометре LINSEIS 76/1000.

Исследования структуры методом световой микроскопии (СМ) проводили на микроскопе «NEOPHOT-30», оснащенном цифровой фотокамерой OLYMPUS. Сканирующую электронную микроскопию (СЭМ) проводили на электронном микроскопе

JSM–35CF. Просвечивающую электронную микроскопию (ПЭМ) – на микроскопе JEM – 2000 EX фирмы "Jeol".

На цифровых фотографиях с просвечивающего электронного микроскопа проводили измерения размера частиц Mg_2Si в программе «Sizer», разработанной на кафедре металловедения цветных металлов МИСиС.

Количественную оценку трансформации железистых фаз проводили с помощью программы количественной металлографии Axiovision Rel. 4.5 фирмы Carl Zeiss. Для анализа использовали цифровые фотографии структуры, полученные на сканирующем электронном микроскопе. В качестве параметра формы частицы использовали автоматически определяемую функцию FormCircle (FC), вычисляемую по формуле:

$$FC = 4\pi \frac{F}{P_C^2}, \quad (1)$$

где F – площадь частицы;

P_C – периметр Крофтона частицы, определяемый по выражению:

$$P_C = \frac{1}{4} \iint n(\varphi, p) d\varphi dp, \quad (2)$$

где $n(\varphi, p)$ – число точек, по которым кривая, оконтуривающая частицу, пересекается прямой, проведенной под углом φ и на расстоянии p от начала координат.

Чем ближе значение FC к единице, тем ближе форма частицы к сферической.

При построении термокинетических кривых распада алюминиевого твердого раствора образцы, вырезанные из литого слитка, гомогенизировали при температуре 580 °С в течение 4 часов, а потом охлаждали с этой температуры с разными скоростями: 100, 170, 250, 300, 400, 600 °С/ч. В процессе охлаждения от температуры гомогенизации с той или иной выбранной скоростью охлаждения образцы закаливали в воде с различных температур и старили на максимальную твердость по режиму 180 °С, 5 ч. На состаренных образцах измеряли твердость по методу Бринелля по ГОСТ 9012-59.

В качестве технологической пробы на прессуемость проводили испытания на сжатие при температурах прессования. Образцы для испытаний на сжатие представляли собой цилиндры диаметром 25 и высотой 25 мм, выточенные из заготовок, охлажденных с температуры гомогенизации со скоростями 100, 200, 300, 400 и 800 °С/ч. Испытания проводили на универсальной испытательной машине УМЭ-10ТМ при температурах 400-520 °С. Время нагрева до температуры испытаний составляло 2-2,5 мин. Скорость нагружения при сжатии – 100 мм/мин. Нагружение заканчивали при достижении значения усилия 3000 кг. Кривые оцифровывали в программе Grafula 3, а оцифрованные кривые обрабатывали на компьютере в программе Microcal Origin.

Испытания на растяжение прессованных профилей проводили на универсальной испытательной машине Neckert FP 10/1 при комнатной температуре на плоских образцах без головок длиной 160 мм (рабочая длина – 50 мм) в соответствии с ГОСТ 11701-84 со скоростью деформирования 5 мм/мин.

3. Исследование и оптимизация режимов термической обработки слитков малолегированных сплавов типа АД31

В сканирующем электронном микроскопе в литой структуре слитка сплава АД31 выявляются светлые иглы фазы Al_5FeSi (β) и фрагменты скелетов $\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$ (α), а также небольшие темные включения фазы Mg_2Si (рис. 1).

Основными задачами гомогенизации являются растворение неравновесной фазы Mg_2Si эвтектического происхождения и трансформация железистой β -фазы в α -фазу с последующей ее сфероидизацией. По результатам термического и дилатометрического анализов температура солидуса исследуемого сплава составляет примерно 627°C , поэтому имеется принципиальная возможность повышения температуры гомогенизационного отжига до $600\text{--}620^\circ\text{C}$.

Была изучена кинетика растворения фазы Mg_2Si эвтектического происхождения. Литые образцы сплава АД31 выдерживали при температурах 580 и 600°C в течение 1-30 мин, затем закаливали в воде и старили по режиму 180°C , 5 ч. Нагрев и выдержку осуществляли в ванне с расплавом натриевой селитры. На состаренных образцах измеряли твердость по Бринеллю. При растворении Mg_2Si увеличивается содержания магния и кремния в (Al), т.е. увеличивается потенциал упрочнения при старении. Таким образом, для полного растворения частиц Mg_2Si кристаллизационного происхождения требуется примерно 6,5 мин при 600°C и около 8 мин при 580°C (рис. 2).

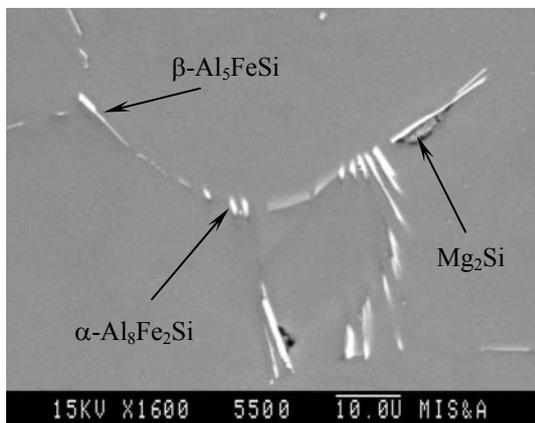


Рис.1. Микроструктура слитка сплава АД31 в литом состоянии, СЭМ

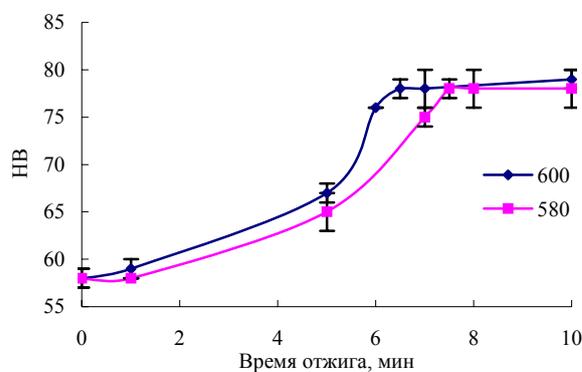


Рис. 2. Зависимость твердости состаренных образцов сплава АД31 от времени отжига

С целью изучения трансформации железистых фаз в процессе гомогенизационного отжига слитки были подвергнуты сначала отжигу при обычно используемой в промышленности температуре гомогенизации 580°C в течение 2-10 часов. После отжига при 580°C в течение 4 часов отмечается некоторая фрагментация частиц фазы $\alpha\text{-Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$, количество иглообразных частиц уменьшается незначительно (рис. 3а), даже после 10-часового отжига они все еще присутствуют в структуре.

Уже после выдержки в течение 4 часов при 600°C в структуре слитка почти полностью отсутствуют вытянутые игольчатые частицы, сфероидизация железистых фаз прошла достаточно полно (рис. 3б). Похожая картина складывается после отжига при 620°C в течение 2 часов, а увеличение времени выдержки при этой температуре до 4 часов приводит к почти полной сфероидизации железосодержащих фаз.

Таким образом, можно сделать вывод о целесообразности повышения температуры гомогенизационного отжига исследованных слитков до $600\text{-}620^{\circ}\text{C}$. Использование повышенной температуры за счет ускорения процессов диффузии (расчеты показали, что повышение температуры с 580 до 600°C увеличивает коэффициент диффузии железа в алюминии почти в 3 раза) приводит к более быстрому прохождению процессов трансформации железистых фаз, их фрагментации и сфероидизации.

Однако данный вывод был сделан только на основании качественного изучения структуры слитков после гомогенизационного отжига. Для более строгого определения оптимальных температуры и времени гомогенизации (с учетом минимальной продолжительности технологического цикла и снижения энергозатрат) необходимо иметь какой-либо количественный критерий прохождения трансформации железистых фаз и изменения их морфологии.

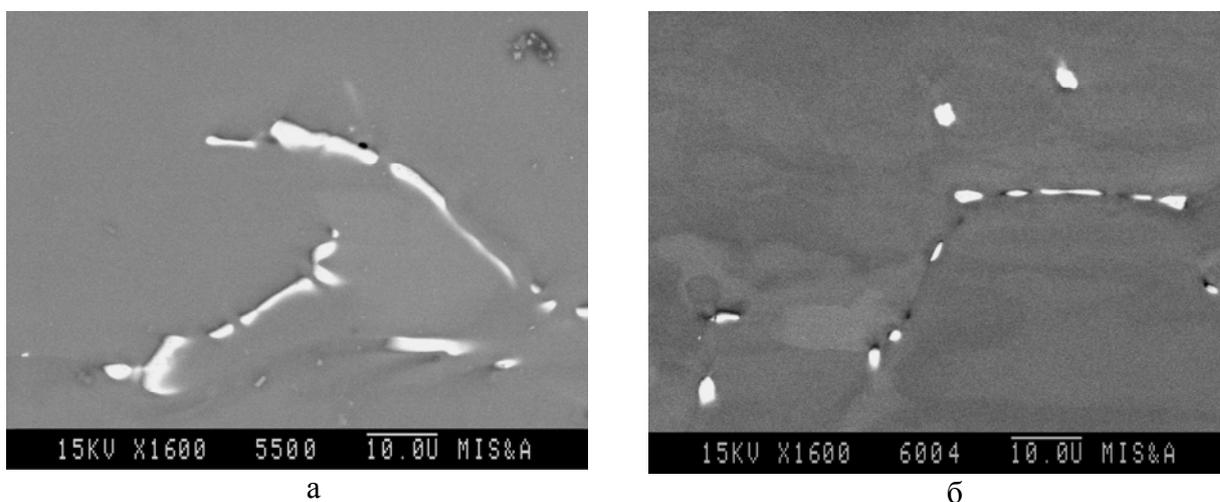


Рис.3. Микроструктура слитка сплава АД31 после отжига при 580°C 4 ч (а) и 600°C 4 ч (б), СЭМ

Так как отрицательное влияние при прессовании фаза $\beta\text{-Al}_5\text{FeSi}$ оказывает вследствие своей игольчатой морфологии, то для оценки трансформации железистых фаз в процессе гомогенизации не требуется проводить точную идентификацию фазового состава всех частиц, а достаточно проследить изменение их формы. Исходя из необходимости оценки степени приближения формы частиц к сферической, в качестве параметра формы был выбран показатель сферичности FC, пропорциональный отношению площади частицы к квадрату ее периметра.

Для определения оптимального режима изотермической выдержки при гомогенизационном отжиге была построена зависимость среднего значения FC частиц от времени отжига для разных температур (рис. 4). Из рис. 4 следует, что 2-часовой отжиг при $600\text{ }^\circ\text{C}$ приводит практически к такой же степени сфероидизации железистых фаз, как 10-часовой при $580\text{ }^\circ\text{C}$. Среднее значение FC после отжига при $620\text{ }^\circ\text{C}$, 2 ч ожидаемо выше, чем после отжига при $600\text{ }^\circ\text{C}$ за счет ускорения диффузионных процессов при повышении температуры. Увеличение времени выдержки при $600\text{-}620\text{ }^\circ\text{C}$ еще более усиливает трансформацию железосодержащих частиц.

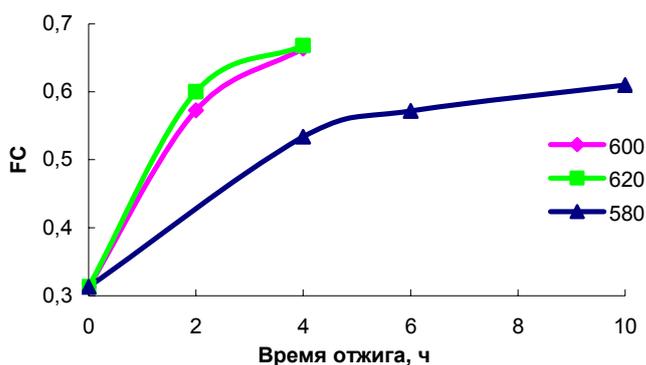


Рис.4. Зависимость среднего значения FC от времени гомогенизационного отжига для разных температур

С целью изучения возможности использования предложенной выше повышенной температуры гомогенизационного отжига для слитков сплавов типа АД31 другого химического состава были выплавлены сплавы $\text{Al-0,7\% Mg-0,3\%Si-0,2\%Fe}$ с отношением $\text{Mg/Si} > 1$ и $\text{Al-0,5\%Mg-0,7\%Si-0,2\%Fe}$ с отношением $\text{Mg/Si} < 1$. По результатам дилатометрического и термического анализов температуры солидуса этих сплавов составляют соответственно 633 и $607\text{ }^\circ\text{C}$, что позволяет повысить температуру их гомогенизации до $600\text{ }^\circ\text{C}$ без риска появления пережога. Гомогенизация этих сплавов при $600\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2-4 часов приводит к значительному уменьшению числа игл, железистые фазы приобретают более компактную сферическую форму.

Эти результаты металлографического анализа позволяют говорить о том, что режим гомогенизации с использованием повышенной температуры $600\text{ }^\circ\text{C}$ является

оптимальным для широкого диапазона составов в пределах марок малолегированных промышленных сплавов типа АД31, 6060 и 6063, выпускаемых российскими и зарубежными заводами.

Из литературных данных следует, что для прохождения трансформации, фрагментации и сфероидизации железистых фаз при используемых в промышленности температурах гомогенизации требуются многочасовые выдержки. Исследований процессов, проходящих в слитках при малых временах выдержки, не проводилось. Однако из рис. 4 следует, что при температуре отжига $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ уже после 2 ч степень сфероидизации железистых фаз достаточно высока. Поэтому были проведены исследования структуры слитков сплава АД31 при малых временах выдержки.

Изучение частиц железистых фаз в сканирующем электронном микроскопе показало, что уже после 5 мин выдержки при $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ начинаются процессы фрагментации, игольчатые частицы приобретают «гантелеобразную» форму. После 15 мин выдержки этот процесс идет еще заметнее. Следовательно, процесс трансформации железистых фаз идет и при таких малых временах.

Для определения степени прохождения трансформации, фрагментации и сфероидизации железистых фаз была проведена количественная оценка формы частиц при коротких выдержках (рис. 5)

Как следует из обзора литературы, для гомогенизационного отжига сплавов типа АД31 сейчас применяется режим $560\text{-}580\text{ }^{\circ}\text{C}$, 4-6 ч. Формирующаяся при этом структура считается приемлемой для дальнейшего скоростного прессования. Согласно данным измерения показателя сферичности частиц (см. рис. 4) среднее значение FC для этого режима составляет около 0,5. Поэтому можно принять значение $FC = 0,5$ за критерий пригодности микроструктуры слитка для прессования. Как видно из рис. 5, значение $FC = 0,5$ достигается при температуре $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ уже после выдержки в течение 15 мин. При такой выдержке полностью проходит и растворение фазы Mg_2Si (рис. 2)

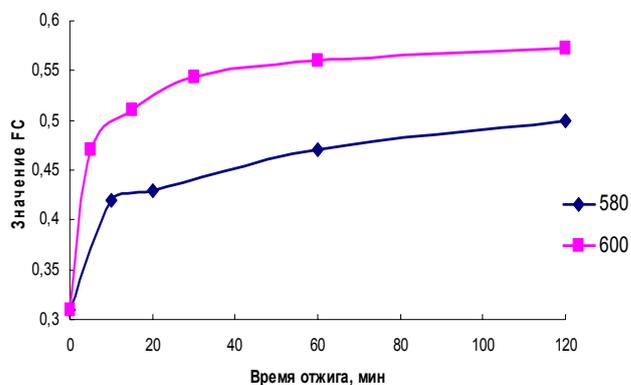


Рис. 5. Зависимость среднего показателя сферичности FC железистых фаз от времени гомогенизационного отжига слитка

Таким образом, в качестве оптимального режима изотермической выдержки при гомогенизационном отжиге сплавов типа АД31 следует выбрать выдержку при 600 °С в течение 15-30 минут. Такой режим термообработки способствует достаточно полной трансформации железистых фаз при минимальной продолжительности изотермической выдержки, при этом имеется значительный запас по температуре до точки плавления.

Как следует из анализа литературы, при охлаждении слитков с температуры гомогенизации происходит распад пересыщенного (Al) с выделением частиц Mg₂Si. В зависимости от скорости охлаждения меняется плотность и размер выделений, что сказывается на прессуемости слитков, т.е. на давлении и скорости прессования. Поэтому важным является изучение процессов распада (Al) во время охлаждения после изотермической выдержки при температуре гомогенизационного отжига с целью оптимизации скорости охлаждения.

Следует отметить, что в литературе имеются сведения в основном о диаграммах изотермического распада. Такая ситуация, по-видимому, связана с большей трудностью анализа распада (Al) при непрерывном охлаждении, чем во время изотермических выдержек при разных температурах. В нашем случае, когда необходимо получить сведения о кинетике распада именно в условиях непрерывного охлаждения слитков, диаграммы изотермического распада будут давать искаженную информацию о реальной кинетике распада.

В настоящей работе строили термокинетические диаграммы распада (Al) в сплаве АД31 по описанной выше методике. Результаты, полученные с использованием метода твердости, представлены на рис. 6. Около каждой экспериментальной точки указаны значения твердости НВ.

Снижение твердости свидетельствует об уменьшении концентрации Mg и Si в (Al) (чем ниже концентрация в (Al), тем меньше эффект дисперсионного твердения при старении после закалки). Из рис. 6 видно, что распад начинается при температуре ~ 450 °С для всех исследованных скоростей охлаждения, а заканчивается при 250-300 °С. При этом значения НВ в области окончания распада для образцов, охлажденных со скоростями 400 и 600 °С/ч, как и следовало ожидать, выше, чем для образцов, охлажденных с более низкими скоростями, что говорит о менее полном прохождении распада (Al) при высоких скоростях охлаждения, т.е. его большей легированности и большей дисперсности образовавшихся продуктов распада.

В микроструктуре образца, охлажденного от температуры гомогенизации со скоростью 100 °С/ч, наблюдается высокая плотность крупных выделений Mg₂Si (рис. 7а), при этом средняя длина частиц составляет примерно 1,5 мкм. При увеличении скорости

Однако величина наблюдаемых эффектов очень невелика. Например, при температуре испытания 475°C предел текучести образцов, охлажденных со скоростями $200\text{-}800^{\circ}\text{C/ч}$, находится практически на одном уровне с учетом погрешности измерения. Для выяснения причин слабой зависимости предела текучести от скорости охлаждения с температуры изотермической выдержки для данной температуры испытаний была исследована микроструктура образцов, нагретых как при испытаниях и сразу же, без деформации, закаленных в воду (рис. 8).

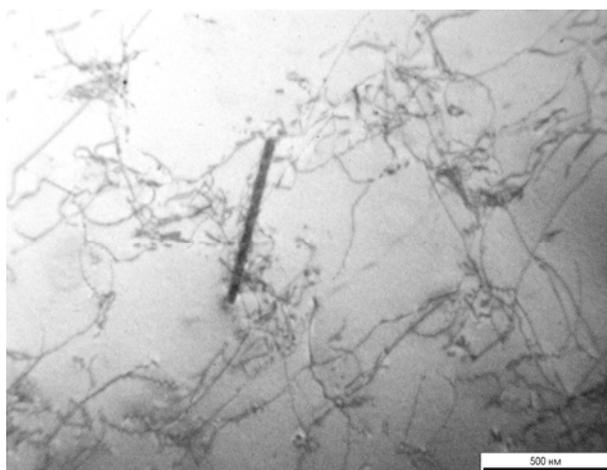


Рис. 8. Микроструктура слитка сплава типа АД31, охлажденного с температуры гомогенизации со скоростью 100°C/ч и нагретого для испытаний на сжатие при 475°C , 2,5 мин. ПЭМ

Из рис. 8 следует, что после кратковременного нагрева (2,5 мин) для испытаний на сжатие даже в материале, охлажденном со скоростью 100°C/ч , крупные частицы Mg_2Si , образовавшиеся при охлаждении с температуры гомогенизации, почти полностью растворились (для сравнения см. рис. 8 и 7а), сохранились лишь отдельные частицы размером порядка 500 нм. В образцах, охлажденных после гомогенизации с большими скоростями, растворение частиц Mg_2Si прошло еще полнее.

Таким образом, скорость охлаждения слитков после гомогенизации в диапазоне $200\text{-}800^{\circ}\text{C/ч}$ практически не влияет на показатели деформируемости сплава типа АД31 при температурах горячего прессования.

Образцы после испытаний на сжатие были охлаждены на воздухе и состарены по режиму 180°C , 5 ч. Твердость НВ состаренных образцов представлена в табл. 3.

Таблица 3 - Твердость НВ деформированных образцов сплава АД31 после старения 180°C , 5 ч

Скорость охлаждения, $^{\circ}\text{C/ч}$	$T_{\text{осадки}}=475^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{осадки}}=435^{\circ}\text{C}$	$T_{\text{осадки}}=400^{\circ}\text{C}$
100	74 ± 1	61 ± 1	43 ± 1
200	77 ± 1		
300	73 ± 3	61 ± 1	46 ± 1
400	75 ± 3		
800	83 ± 1	59 ± 2	46 ± 1

Видно, что снижение температуры испытаний приводит к значительному снижению твердости деформированных образцов, при этом скорость охлаждения после гомогенизации слабо влияет на значения НВ. Эти результаты полностью согласуются с положением термокинетической кривой начала распада (Al) в исследуемом сплаве (см. рис. 6): распад начинается при ~ 450 °С и, поэтому, снижение температуры деформации до 435 °С и тем более до 400 °С приводит к неполному растворению вторичных выделений Mg_2Si при нагреве под прессование с неизбежным уменьшением легированности твердого раствора и снижением его твердости при последующем старении.

Таким образом, скорость охлаждения после гомогенизационного отжига слабо влияет не только на деформируемость при горячем прессовании, но и на прочностные свойства прессованных изделий (при условии достаточной температуры деформации), поэтому жестко регламентировать скорость охлаждения при прессовании слитков из малолегированных сплавов на базе системы Al-Mg-Si не требуется.

4. Промышленная апробация предложенных режимов термической обработки

Для промышленного опробования режима гомогенизационного отжига с использованием повышенной температуры 600 °С были проведены эксперименты в условиях Саяногорского алюминиевого завода (САЗ). Работу вели на слитках сплава 6063, которые выпускаются литейным цехом САЗ.

Гомогенизационный отжиг на САЗ проводится в электрических печах с выдвижным подом (СДО). Слитки полунепрерывного литья длиной 7 м одинакового диаметра укладываются в специальную кассету в два слоя. В печь могут быть помещены одна или две кассеты. Стандартный режим гомогенизационного отжига для слитков сплава 6063, используемый на заводе, – 560 °С, 4-6 ч. Время изотермической выдержки при температуре гомогенизации зависит от диаметра слитков, для диаметра 152 мм используется выдержка 4 часа, для диаметра 203 мм – 5-6 часов. Время нагрева садки до заданной температуры составляет примерно 6-7 часов в зависимости от массы садки. Точность поддержания температуры в печи не хуже ± 3 °С.

Были проведены отжиги двух садок слитков сплава 6063 диаметром 152 и 203 мм по стандартному заводскому режиму и по предложенному экспериментальному 600 °С, 2 ч. Необходимо заметить, что по результатам лабораторных исследований оптимальным режимом гомогенизационного отжига является отжиг при 600 °С в течение 15-30 мин (см. раздел 3). Однако этот режим требует радикальных изменений заводских технологических

инструкций, что в условиях работы завода по заранее согласованным с потребителем режимам было невозможно.

Время нагрева до $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ увеличивается примерно на 1 час по сравнению с используемым режимом, однако уменьшение времени изотермической выдержки позволяет снизить продолжительность технологического цикла на 1-3 ч.

Охлаждение слитков после изотермической выдержки на САЗ ведется в камере с нерегулируемой скоростью охлаждения, оснащенной вентиляторами. По заводской технологической инструкции должно обеспечиваться охлаждение слитков до $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ за 1 час. Были проведены замеры температуры слитков в процессе охлаждения с целью определения реальной скорости охлаждения слитков после изотермической выдержки, как по стандартному, так и по экспериментальному режиму. Результаты замеров показывают, что, в условиях САЗа, скорость охлаждения после изотермической выдержки может изменяться весьма существенно в зависимости от диаметра слитков, массы садки, количества кассет и слоев в кассете. Кроме того, скорость охлаждения будет разной у разных слитков одной садки в зависимости от их местоположения. Оказалось, что диапазон скоростей охлаждения в используемой на САЗе камере охлаждения составляет $200\text{-}600\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{ч}$, т.е. соответствует диапазону скоростей охлаждения, исследованных в разделе 3 данной работы.

В металлографической лаборатории ЦЗЛ САЗа был проведен сравнительный анализ микроструктуры слитков разного диаметра после различных режимов гомогенизации (рис. 9). Видно, что при использовании режима гомогенизации $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 2 ч удается получить лучшую микроструктуру, чем при применении стандартного режима гомогенизационного отжига, что полностью согласуется с результатами лабораторных исследований.

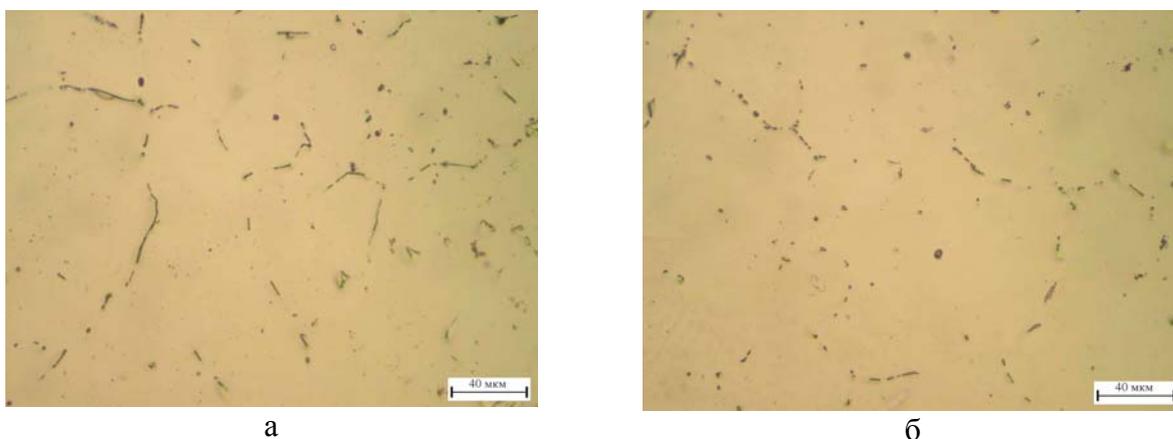


Рис. 9. Микроструктура слитков сплава 6063 диаметром 203 мм после гомогенизационного отжига в печах СДО на САЗе: а) $580\text{ }^{\circ}\text{C}$, 4 ч; б) $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 2 ч.

Для оценки разработанного режима изотермической выдержки при гомогенизации слитков сплава 6063 и оптимизации режима их охлаждения после изотермической выдержки были проведены эксперименты по прессованию заготовок, охлажденных с различными скоростями после изотермической выдержки при 600 °С, в условиях завода «РусАлюмСтрой» (г. Видное).

Заготовки для прессования из сплава марки 6063 (0,53 % Mg; 0,37 % Si; 0,16 % Fe) диаметром 160 и длиной 640 мм гомогенизировали по одной на оборудовании МИСиС при температуре 600 °С в течение 2 часов, а затем охлаждали с различными скоростями. В эксперименте использовали также заготовки, гомогенизированные на заводе по стандартному заводскому режиму (580 °С, 6 часов и охлаждение с 580 °С до 250 °С за 1 ч).

Прессование специальных нестандартных профилей проводили на промышленном прессе UBE 1400 (Япония) с индукционным нагревом заготовок. Время нагрева заготовок до заданной температуры составляло около 2 мин. Прессование вели при температуре 510 °С. Скорость истечения была выбрана максимальной для использованного прессы, на котором не предусмотрено охлаждение матрицы. При превышении этой скорости качество поверхности профиля значительно ухудшалось.

Результаты измерения скорости истечения, давления прессования, а также механических свойств прессованных профилей, состаренных после закалки на прессе, не выявили какой-либо зависимости от скорости охлаждения. Во всех случаях скорость истечения составляла $21,2 \pm 0,2$ м/мин, предел текучести – 220 ± 5 МПа, предел прочности – 235 ± 5 МПа.

Таким образом, результаты промышленного прессования подтверждают сделанный ранее вывод о слабом влиянии скорости охлаждения слитков и повышенной температуры отжига на их деформируемость и механические свойства прессованных профилей.

5. Исследование влияния добавок марганца, меди и хрома на структуру и свойства слитков сплавов на основе системы Al-Mg-Si

Сплавы на основе системы Al-Mg-Si, помимо основных легирующих элементов магния и кремния, могут содержать и другие добавки. Наиболее распространенными из них являются марганец, медь и хром. Наличие в сплаве этих элементов может привести к изменению фазового состава, а, следовательно, и свойств сплава. Поэтому было исследовано влияние добавок Mn, Cu и Cr на структуру слитков для прессования, чтобы оптимизировать режимы их термической обработки для сплавов, содержащих эти элементы.

В работе исследовали промышленные сплавы с одинаковым содержанием магния и кремния. За основу был взят сплав типа АД31, содержащий 0,5 %Mg, 0,5 %Si и 0,2 %Fe, в который вводили добавки 0,3 %Mn (сплав 6004), 0,3 %Mn + 0,3 %Cu (сплав 6206), 0,3 %Mn + 0,3 %Cu + 0,3 %Cr (сплав 6005A).

Марганец, содержащийся во всех исследуемых сплавах, может растворяться в железистой α -фазе, образуя фазу $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$, при этом Mn не растворяется в β -фазе. Поэтому добавка Mn приводит к увеличению количества α -фазы в структуре сплава. В сплаве 6004 в литом состоянии наблюдаются в основном фрагменты скелетов фазы α - $Al_{15}(Fe,Mn)_3Si_2$, количество пластин фазы β - Al_5FeSi невелико.

Структура слитков всех трех сплавов принципиально не отличается. Это легко объясняется тем, что из введенных элементов только марганец оказывает значительное влияние на фазовый состав сплава, а его содержание во всех сплавах одинаково.

Гомогенизация этих сплавов при $580^{\circ}C$ в течение 4 часов приводит к значительной фрагментации железистых фаз, но еще сохраняется немало вытянутых частиц. По данным дифференциального термического анализа температура солидуса сплавов 6004, 6206 и 6005A составляет $621-624^{\circ}C$, поэтому и в этих сплавах возможно повышение температуры отжига. Повышение температуры изотермической выдержки до $600^{\circ}C$ действительно позволило почти полностью фрагментировать и сфероидизировать железистые фазы.

Это подтверждается оценкой среднего показателя сферичности частиц (FC), результаты которой для сплава 6004 приведены на рис. 10. При этом надо отметить, что в сравнении с показателями после аналогичных отжигов для сплава АД31(6063) (см. рис. 4), значения FC для сплава 6004 во всех случаях выше, что связано с большим содержанием железистой α -фазы уже в литом состоянии из-за наличия в сплаве марганца.

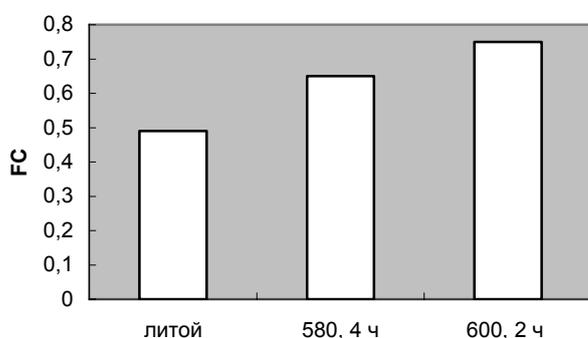


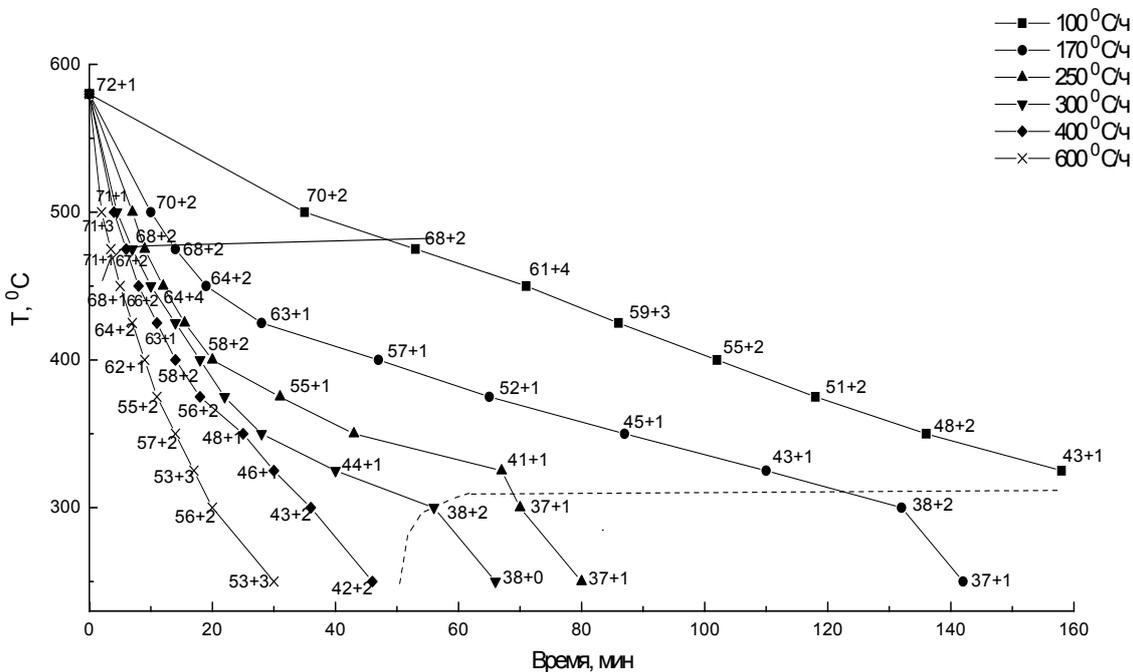
Рис. 10. Значения среднего показателя сферичности FC частиц железистых фаз для сплава 6004 после различных термообработок

С целью изучения процесса распада алюминиевого твердого раствора при охлаждении после изотермической выдержки при гомогенизации с использованием

метода твердости были построены термокинетические диаграммы распада для сплавов Al-Mg-Si с добавками (6004, 6206 и 6005A). Методика построения была аналогична использованной для сплава АД31.

Как видно из рис. 11а, температура начала распада твердого раствора в сплаве 6004 практически не зависит от скорости охлаждения и составляет примерно 475°C , что выше, чем в сплаве АД31, в котором температура начала распада твердого раствора также почти не меняется при изменении скорости охлаждения. В сплавах же 6206 (рис. 14б) и 6005А, содержащих медь, наблюдается сильная зависимость температуры начала распада от скорости охлаждения. Установлено, что с увеличением содержания легирующих элементов в сплаве температура начала распада твердого раствора при низких скоростях охлаждения повышается, а при высоких скоростях – снижается в сравнении со сплавом АД31.

Влияние состава сплава на температуру конца распада выражено значительно меньше. Распад твердого раствора во всех исследованных сплавах заканчивается при $250\text{--}300^{\circ}\text{C}$. При скоростях охлаждения выше 400°C/ч распад полностью не проходит, о чем свидетельствуют более высокие значения твердости в области окончания распада.



а

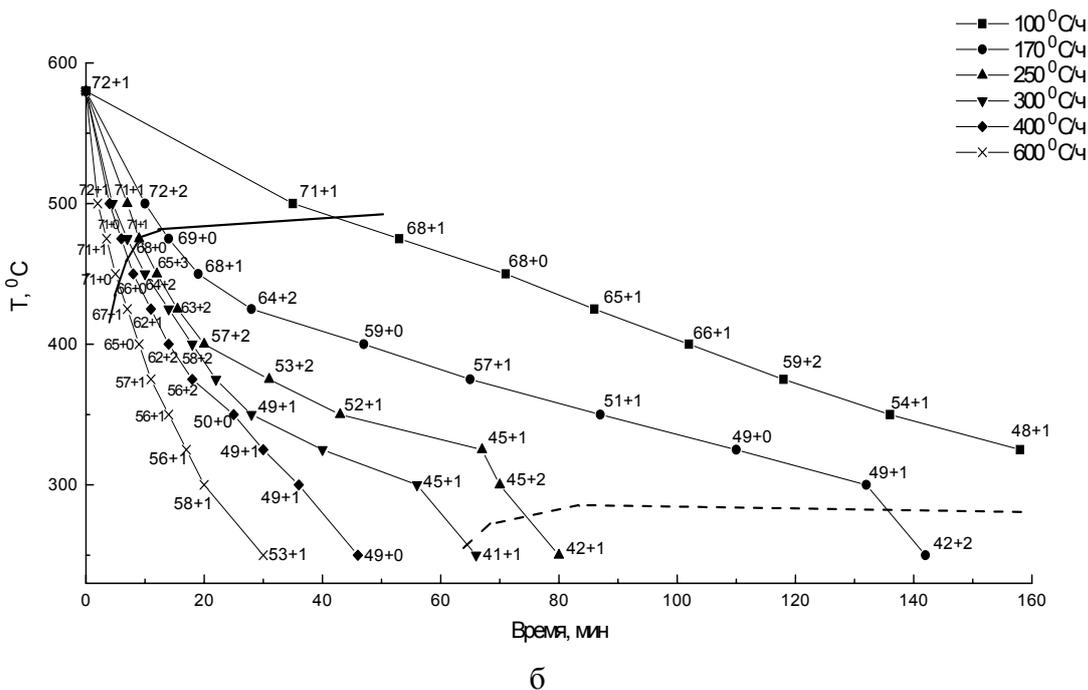


Рис. 11. Термокинетические диаграммы распада твердого раствора (сплошная линия – температура начала распада, пунктирная – конца распада): а) сплав 6004; б) сплав 6206.

С целью определения параметров деформируемости сплавов после охлаждения с разными скоростями были проведены испытания на сжатие при температурах горячего прессования. В табл. 4 представлены значения предела текучести для образцов, охлажденных с разными скоростями, и твердость образцов, состаренных по режиму 180 °С, 5 ч после деформации.

Таблица 4 - Результаты испытаний на сжатие образцов сплавов 6004, 6206 и 6005А, охлажденных с разными скоростями после гомогенизации

Скорость охлаждения, °С/ч	6004		6206		6005А	
	σ_T , МПа	НВ	σ_T , МПа	НВ	σ_T , МПа	НВ
100	33,3±3,3	41±1	32,1±0,8	53±1	40,9±1,3	55±7
200	31,7±2,9	51±1	33,3±0,8	77±4	40,3±1,0	51±2
300	28,6±0,6	57±2	33,6±0,6	80±1	43,5±0,8	56±4
400	29,6±0,2	51±2	34,6±1,8	76±7	41,9±0,7	50±1
800	31,3±1,0	55±2	33,1±1,2	80±7	40,2±1,2	54±1

Из табл. 4 видно, что предел текучести закономерно возрастает с увеличением легированности сплава, но для каждого сплава изменение скорости охлаждения слабо влияет на предел текучести. Твердость после старения сплавов 6004 и 6206 минимальна в образцах, охлажденных после гомогенизации со скоростью 100 °С/ч, а образцы,

охлажденные со скоростями 200-800⁰С/ч, имеют примерно одинаковые значения твердости. При этом значения твердости сплава 6004 невелики, а в сплаве 6206 твердость достигает максимально возможных для этого сплава значений. Похожая ситуация наблюдалась и в сплаве АД31 без добавок. В сплаве 6005А твердость после старения не зависит от скорости охлаждения после гомогенизации, и ее значения, как и в сплаве 6004, невелики.

После нагрева для испытаний на сжатие в структуре всех сплавов, даже охлажденных после гомогенизации с самой большой скоростью, сохранились нерастворившиеся выделения Mg₂Si. Наличие частиц Mg₂Si после испытаний на сжатие приводит к уменьшению легированности твердого раствора и снижению эффекта упрочнения при старении. Этим обусловлены низкие значения твердости сплавов 6004 и 6005А после старения. В сплаве 6206 сохраняется небольшое число частиц Mg₂Si размером около 200-300 нм, которые успевают раствориться в ходе испытаний на сжатие.

Таким образом, можно утверждать, что для сплавов 6004, 6206 и 6005А с добавками марганца, меди и хрома в количестве до 0,3 % каждого, так же, как и для сплавов типа АД31 без добавок, скорость охлаждения после гомогенизации не имеет большого значения для прессуемости и механических свойств прессованного изделия. Однако для сплавов 6004 и 6005А необходимо увеличение продолжительности нагрева под прессование, так как используемый в промышленности скоростной индукционный нагрев в течение 2-2,5 мин не позволяет полностью растворить выделившиеся при охлаждении частицы Mg₂Si, что снижает эффект от последующего старения.

6. Разработка новой технологической схемы подготовки слитков сплавов на основе системы Al-Mg-Si к прессованию

Скорость охлаждения слитков после гомогенизации не оказывает почти никакого влияния на прессуемость, так как вторичные выделения фазы Mg₂Si, образовавшиеся при распаде твердого раствора в процессе охлаждения, успевают раствориться при повторном нагреве под прессование. Следовательно, структура слитка непосредственно перед прессованием практически не отличается от структуры слитка по окончании изотермической выдержки при гомогенизации. Это позволяет сделать предположение о возможности избавиться от операций охлаждения и повторного нагрева слитков и совместить гомогенизационный отжиг с нагревом литых заготовок под прессование, используя скоростной индукционный нагрев на прессе. Такая технология позволит не

только значительно сократить продолжительность технологического цикла, но и обойтись без больших дорогостоящих гомогенизационных печей.

В предыдущих разделах было показано, что для достижения оптимальной структуры слитка достаточно выдержки при 600 °С в течение 15-30 минут. Такую кратковременную выдержку возможно проводить непосредственно на прессе.

Так как температура гомогенизации выше температуры прессования, то появляется необходимость в операции охлаждения слитка. Поскольку для достижения максимальных прочностных свойств готового изделия температура прессования должна превышать сольвус сплава, то при охлаждении не происходит распада твердого раствора, поэтому какой-либо регламентации скорости охлаждения не требуется, но с учетом минимизации продолжительности технологического процесса желательно иметь эту скорость максимально высокой.

Как следует из рис. 10, в сплавах с добавкой марганца показатель сферичности железистых фаз FC уже в литом состоянии достигает значения 0,5, которое достаточно для пригодности структуры к скоростному прессованию. Поэтому для них гомогенизационный отжиг необходим в основном только для растворения частиц Mg_2Si . Таким образом, режим отжига 600 °С, 15 мин можно считать приемлемым и для сплавов типа 6004, 6206 и 6005А, исследованных в данной работе. Кроме того, отсутствие операции охлаждения после гомогенизации и последующего нагрева под прессование снимает проблему неполного растворения вторичных выделений Mg_2Si в сплавах 6004 и 6005А, что приводило к низким показателям твердости прессованного изделия после старения.

Исходя из изложенного выше, предложена новая технологическая схема производства прессованных изделий из сплавов типа АД31, 6060, 6063, 6004, 6206 и 6005А, которая зарегистрирована как НОУ-ХАУ (свидетельство о регистрации в МИСиС № 91-013-2005 от 24.01.2005) и предложена к промышленному опробованию. Схема производства по этой технологии показана на рис. 12.

По новой схеме гомогенизационному отжигу подвергаются слитки, уже разрезанные на заготовки для прессования, а сама операция проводится непосредственно на прессе. Поэтому отпадает необходимость в содержании больших гомогенизационных печей и камер для охлаждения слитков полунепрерывного литья.

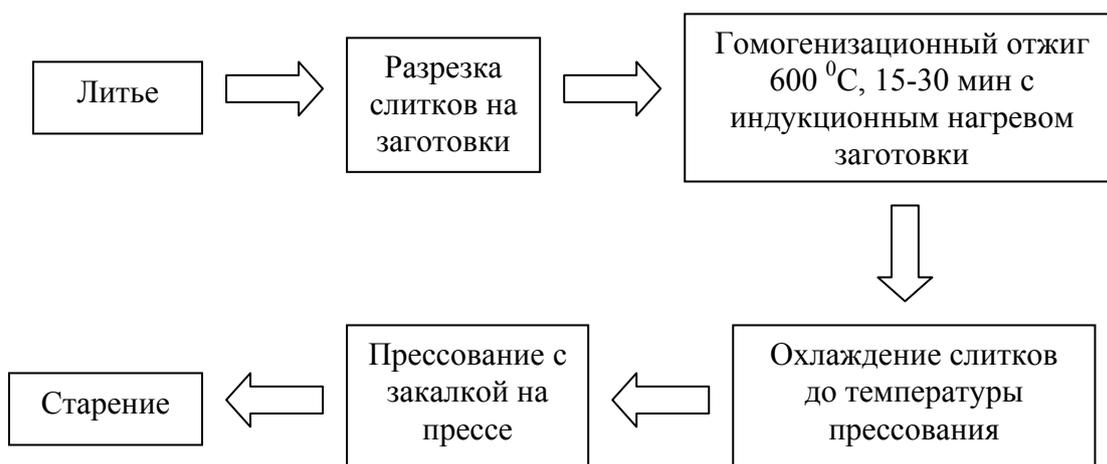


Рис. 16. Новая технологическая схема получения прессованных изделий из слитков малолегированных сплавов 6XXX серии

По традиционной схеме длительность подготовки слитка к прессованию составляет не менее 11-14 часов, что включает время нагрева (6-7 ч) и выдержки (4-6 ч) в гомогенизационной печи и время охлаждения с температуры гомогенизации в камере охлаждения (~1 ч). По предлагаемой схеме подготовка слитка к прессованию состоит из нагрева и выдержки в индукторе пресса и составляет около 30 мин. Таким образом, предлагаемая технологическая схема подготовки слитков к прессованию позволит значительно повысить производительность за счет сокращения продолжительности технологического цикла.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Исследована кинетика растворения фазы Mg_2Si эвтектического происхождения при гомогенизационном отжиге и вторичных выделений Mg_2Si при нагреве под прессование. Установлено, что время растворения фазы Mg_2Si любого происхождения составляет несколько минут.

2. Установлена зависимость изменения морфологии железистых фаз от температуры и времени гомогенизационного отжига. Показано, что повышение температуры гомогенизации до $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ значительно ускоряет процессы фрагментации и сфероидизации железосодержащих частиц.

3. Построены термокинетические диаграммы распада алюминиевого твердого раствора в слитках сплавов $Al-(0,3-0,6)\%Mg-(0,2-0,6)\%Si-(0-0,3)\%Mn-(0-0,3)\%Cu-(0-0,3)\%Cr-(\sim 0,2)\%Fe$ при непрерывном охлаждении с температуры гомогенизации со скоростями $100-600\text{ }^{\circ}\text{C/ч}$. Показано, что в сплавах, не содержащих медь, температура

начала распада практически не зависит от скорости охлаждения, в сплавах с добавкой меди наблюдается сильная зависимость температуры начала распада от скорости охлаждения. Установлено, что температура конца распада почти не зависит от состава сплава.

4. На основании качественного и количественного структурного и термического анализа слитков алюминиевых сплавов системы Al-Mg-Si, имеющих химический состав в диапазоне Al-(0,3-0,6)%Mg-(0,2-0,6)%Si-(0-0,3)%Mn-(0-0,3)%Cu-(0-0,3)%Cr-(~0,2)%Fe, показано, что в качестве оптимального режима гомогенизации можно рекомендовать выдержку при 600 °С в течение 15-30 минут. Такая термическая обработка позволяет при минимальной продолжительности технологического цикла сформировать в слитках структуру, благоприятную с точки зрения прессуемости. Режим гомогенизационного отжига при повышенной температуре для слитков сплава типа АД31 прошел успешное опробование на Саяногорском алюминиевом заводе.

5. Методом ПЭМ показано, что кратковременный нагрев (~2,5 мин) по-разному охлажденных после гомогенизации образцов приводит к нивелированию существенной разницы в картинах распада алюминиевого твердого раствора сразу после охлаждения в результате растворения большей части вторичных выделений Mg₂Si во время повторного нагрева. Именно этот структурный эффект является причиной слабой зависимости параметров деформируемости исследованных сплавов от скорости охлаждения слитков после гомогенизации.

6. По результатам испытаний на сжатие при температурах горячего прессования установлено, что параметры деформируемости слитков всех исследованных сплавов слабо зависят от скорости охлаждения в диапазоне 100-600 °С/ч после гомогенизации. Почти не зависит от этой скорости и твердость образцов, состаренных после деформации. Таким образом, жесткой регламентации скорости охлаждения после гомогенизации сплавов типа АД31, 6063, 6060, 6004, 6206 и 6005А не требуется. Этот результат подтвержден данными опытно-промышленного прессования в условиях завода «РусАлюмСтрой» (г. Видное).

7. Разработана и предложена к промышленному опробованию новая технологическая схема подготовки слитков малолегированных сплавов системы Al-Mg-Si, в которой ускоренный высокотемпературный гомогенизационный отжиг слитков совмещен со скоростным нагревом под прессование. Использование данной схемы позволяет сократить время термической обработки при подготовке слитков к прессованию с как минимум 10 часов до примерно 30 минут без потери в качестве готовой продукции. Новая технологическая схема зарегистрирована как НОУ-ХАУ (свидетельство о регистрации в МИСиС № 91-013-2005 от 24.01.2005).

Основные положения диссертационной работы опубликованы в работах:

1. В.С. Золоторевский, В.К. Портной, Н.А. Белов, Л.П. Трифоненков, П.Ю. Брянцев, Е.Г. Чувашов. «Оптимизация режимов термической обработки цилиндрических слитков сплавов серии 6XXX», Сборник докладов Конференции-выставки «Алюминий Сибири», Красноярск, 7-9 сентября 2004.
2. В.С. Золоторевский, В.К. Портной, Л.П. Трифоненков, П.Ю. Брянцев, Е.Г. Чувашов. «Исследование и оптимизация режимов термической обработки слитков алюминиевых сплавов 6XXX серии», Цветные металлы, 2005, №4, стр.90–94.
3. В.С. Золоторевский, П.Ю. Брянцев, В.К. Портной, В.С. Левченко, М.В. Жирнова. «Исследование влияния добавок Mn, Cu и Cr на структуру слитков сплавов Al-Mg-Si при термической обработке», Известия ВУЗов. Цветная Metallургия, 2005, №4, стр. 41–47.
4. P.Yu. Bryantsev, V.S. Zolotorevskiy, V.K. Portnoy. «The effect of heat treatment and Mn, Cu and Cr additions on the structure of ingots of Al-Mg-Si-Fe alloys». Proceedings of 10th International Conference on Aluminium Alloys, Vancouver, Canada, 9-13 July 2006, Trans Tech Publication Ltd, 2006, pp. 401-406.
5. П.Ю. Брянцев. «Количественная оценка трансформации железистых фаз в процессе гомогенизационного отжига сплавов 6XXX серии», Известия ВУЗов. Цветная Metallургия, 2007, №6.