

36. Bereziuk O., Petrov O., Lemeshev M., Slabkyi A., Sukhorukov S. Transient Processes Quality Indicators of the Rotation Lever Hydraulic Drive for the Dust-Cart Manipulator // Lecture Notes in Mechanical Engineering. 2023. Vol. 2. P. 3-12.

37. Березюк О.В. Аналітичне дослідження математичної моделі гідроприводу вивантаження твердих побутових відходів із сміттєвоза // Промислова гідравліка і пневматика. 2011. № 34(4). С. 80-83.

38. Kozlov A.V., Pchelintsev D.V. The development of information and measuring system for solid household waste collection. 2016. URL: <https://www.roedl.com/insights/kazakhstan-waste-management-effectiveness-environmental-code>

Пригунова А. Г.¹, Ноговіцин О. В.¹, Аюпова Т. А.,² Кошелєв М. В.¹
(¹ФТІМС НАН України, Київ; ²УДУНТ МОН України, м. Дніпро)
ФАЗОВО-СТРУКТУРНІ ПЕРЕТВОРЕННЯ У ВИСОКОМІЦНОМУ СПЛАВІ
7075 ПРИ ПЛАВЛЕННІ, КРИСТАЛІЗАЦІЇ ТА ТЕХНОЛОГІЧНИХ
ФАКТОРАХ ВПЛИВУ
E-mail: adel_nayka@ukr.net

Алюмінієвий сплав 7075 системи Al–Zn–Mg–Cu залишається одним із базових конструкційних матеріалів сучасного авіабудування завдяки поєднанню малої густини та високих міцнісних характеристик [1,2]. Проте попри десятиліття його практичного застосування, питання фазового складу цього сплаву досі не має однозначного трактування. У літературі наводяться протирічні дані щодо складу та стабільності інтерметалідних фаз, особливо за умов високих швидкостей охолодження, характерних для процесів валкової розливки [3-7]. Ще більш дискусійними є відомості про подальшу еволюцію фазового складу під час гарячого вальцювання та термічних обробок, коли формується остаточний комплекс експлуатаційних властивостей [8-9]. Нестабільність структурно-фазового стану, спричинена варіаціями у складі й режимах обробки, зумовлює значні відмінності у властивостях навіть у межах одного класу сплавів.

Попередні дослідження стосувалися переважно сплавів систем Al–Mg–Si, Al–Zn–Mg, Al–Cu–Mg [10-11], однак систематичних даних про сплави серії 7xxx при використанні комбінованої технології «валкова розливка – гаряче вальцювання – термічна обробка» практично немає. Це створює наукову й технологічну «білу пляму», заповнення якої є критично важливим для подальшої оптимізації виробництва високоміцних алюмінієвих матеріалів. Саме усунення цих протиріч і стало метою даної роботи.

Досліджено сплав 7075 з максимально допустимим вмістом цинку (табл. 1).

Фазові перетворення аналізували методом диференційного термічного аналізу (ДТА) на приладі Derivatograph Q 1500–D (МОМ, Угорщина). Проби масою $140 \pm 0,1$ мг нагрівали та охолоджували зі швидкістю $5\text{ }^{\circ}\text{C/хв}$ у повітрі в діапазоні $25\text{--}750\text{ }^{\circ}\text{C}$ [12]. Температури плавлення та кристалізації визначали графічно (точність $\pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$), а площу піків – чисельним інтегруванням кривої $\Delta T=f(\tau)$.

Таблиця 1 – Хімічний склад досліджуваного сплаву 7075 (мас. %)

Zn	Mg	Cu	Mn	Fe	Si	Al
6,1	2,8	1,7	0,24	0,15	0,05	решта

Розливку проводили на двовалковій установці (діаметр валків 420 мм, довжина бочки 600 мм) зі швидкістю охолодження близько $10^3\text{ }^{\circ}\text{C/с}$. Метал заливали з перегрівом $10\text{--}20\text{ }^{\circ}\text{C}$ відносно температури ліквідусу, визначеної за ДТА, що запобігало витіканню розплаву.

Гаряче вальцювання проводили при $370\text{ }^{\circ}\text{C}$ на зразках розміром $\sim 40 \times 150\text{--}200$ мм зі ступенем деформації $\varepsilon = 0\text{--}88\%$ на чотирьохвалковому стані (діаметр робочих валків 90 мм, ширина 200 мм, швидкість 2 м/хв).

Термічну обробку здійснювали за трьома режимами:

- ТО1 – відпал при $400\text{ }^{\circ}\text{C}/2$ год з охолодженням у печі до $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, далі – на повітрі;
- ТО2 – $460\text{ }^{\circ}\text{C}/30$ хв $\rightarrow$ гартування $\rightarrow$ старіння 72 год при кімнатній температурі;

– ТОЗ – 460 °C/30 хв → гартування → старіння 24 год при 120 °C → охолодження на повітрі.

Мікроструктуру аналізували на оптичному мікроскопі AXIOVERT-200MAT після травлення 0,5 % розчином HF. Хімічний склад фаз визначали на растровому електронному мікроскопі Mira 3 LMU (Tescan) зі спектрометром Oxford X-Max 80; діаметр зони активації становив ≈ 1 мкм.

Рентгеноструктурний аналіз здійснювали на дифрактометрі ДРОН-3 у монохроматизованому $\text{CoK}\alpha$ -випромінюванні ($\lambda = 1,7902$ Å). Фази ідентифікували за базою даних електронної картотеки PCPDFWIN.

Методом ДТА встановлено, що плавлення сплаву 7075 починається з низькотемпературних евтектик у широкому інтервалі 468-550 °C, що супроводжується значним поглинанням теплової енергії (рис. 1, а). Визначено температуру ліквідусу 630 °C та солідусу 468 °C, отже, інтервал кристалізації становить 162 °C.

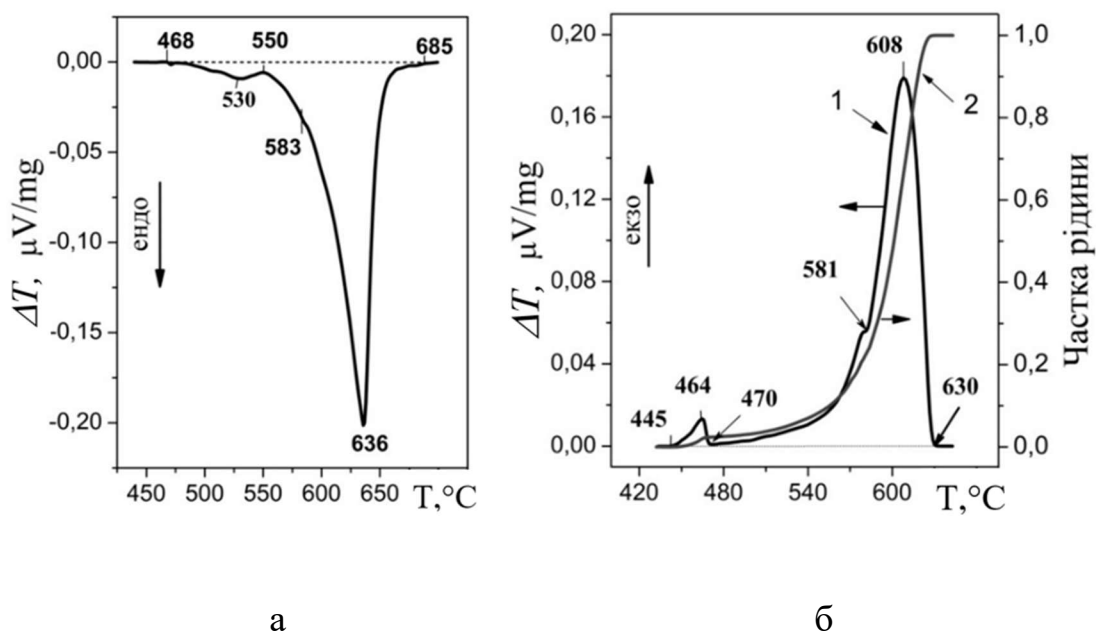


Рис.1. ДТА криві плавлення (а) та кристалізації (б) досліджуваного сплаву

Асиметрична форма піку на ДТА-кривій у діапазоні 468–550 °C свідчить про багатостадійність процесу плавлення. У межах 468-525 °C розчиняються щонайменше чотири фази: MgZn_2 , $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$, Al_2CuMg і Mg_2Si , що зумовлює значний

тепловий ефект. Початкові реакції у 468-480 °С, ймовірно, відбуваються за схемами: $(Al) + MgZn_2 \rightarrow L$ та $(Al) + Al_2Mg_3Zn_3 \rightarrow L$. Подальше плавлення Mg_2Si (478-525 °С) [25] та Al_2CuMg (490-501 °С) може здійснюватися за спільною реакцією $(Al) + Al_2CuMg + Mg_2Si \rightarrow L$. У діапазоні 525-550 °С відбувається перетворення $(Al) + CuAl_2 \rightarrow L$, що за рівноваги реалізується при 549 °С.

На кривій також фіксується слабкий ендотермічний пік при 583 °С, пов'язаний із плавленням незначної кількості залізовмісних фаз. Найбільш виражений ендотермічний ефект у зоні 583-685 °С відповідає розпаду й плавленню пересиченого твердого розчину (Al).

Кристалізація починається при 630 °С з утворення первинних кристалів (Al) (рис. 1, б). Евтектичні перетворення спостерігаються при ~581 °С та в інтервалі 470-445 °С, відбуваючись з виділенням тепла за більш низьких температур, ніж відповідні процеси плавлення. Найбільший обсяг твердої фази (до 82 %) формується у період зниження температури від 630 до 560 °С. Подальше охолодження лише незначно впливає на співвідношення рідкої й твердої фаз.

Характерною особливістю сплаву 7075 є широкий інтервал кристалізації, майже на 30 °С більший, ніж у сплав Д16 (2024) [13], що ускладнює отримання якісної стрічки методом лиття-вальцювання. З огляду на визначену температуру ліквідусу (630 °С), розливку проводили при 640-650 °С, а режими термічної обробки обирали з урахуванням нерівноважного солідусу (468 °С).

За даними фазового рентгеноструктурного аналізу після валкової розливки в сплаві 7075 виявлено: твердий розчин алюмінію (Al), інтерметаліди $CuAl_2$, $MgZn_2$, $Al_2Mg_3Zn_3$, Al_2CuMg , Al_6CuMg_4 , Mg_2Si , Al_7Cu_2Fe і $Al(Fe, Mn)Si$ (рис. 2).

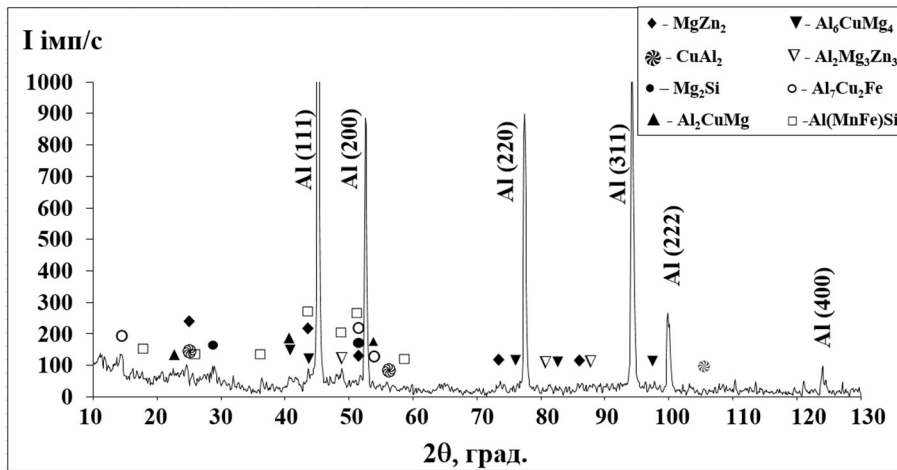


Рис. 2. Дифрактограма сплаву 7075 після валкової розливки

З метою глибшого розкриття особливостей структуро- та фазоутворення сплаву 7075 здійснено комплексне дослідження його мікроструктури за різних умов формування.

У традиційно литому стані (швидкість охолодження 0,5-1,0 °C/c) структура є переважно недендритною і складається з твердого розчину цинку, міді та магнію в алюмінії розеткової морфології разом з інтерметалідними фазами (рис. 3, а).

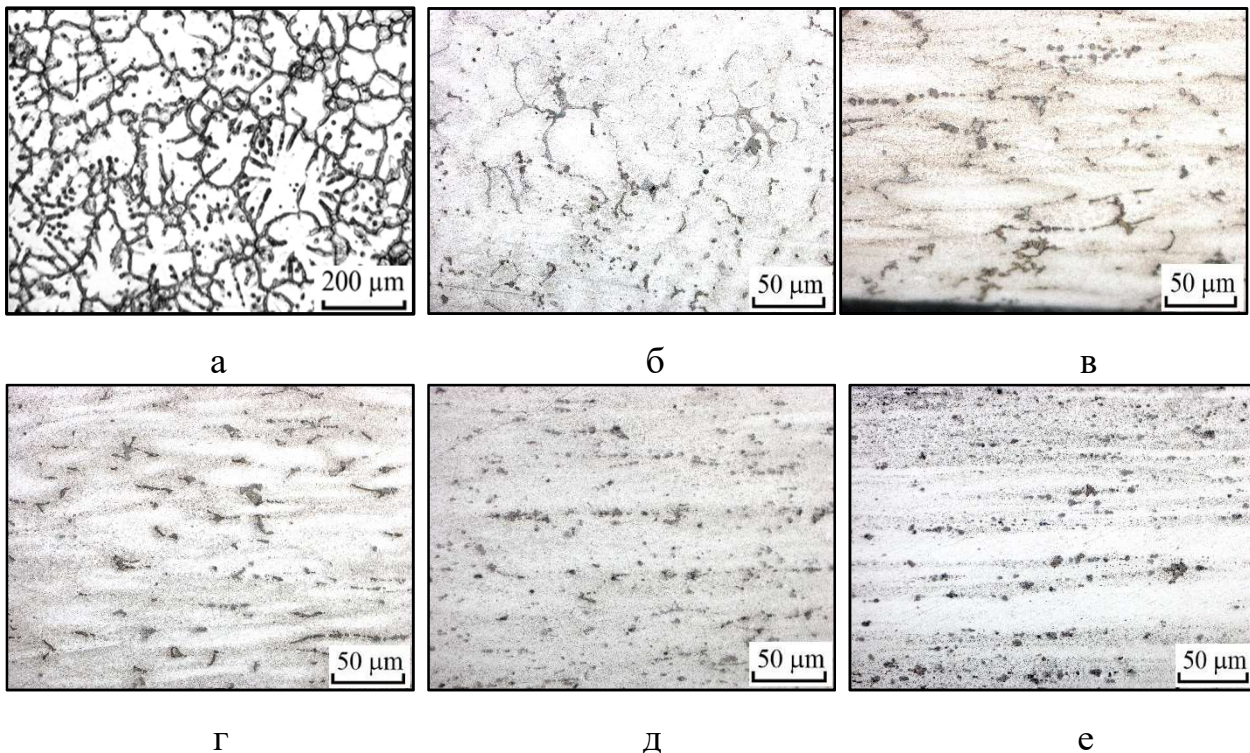


Рис. 3. Мікроструктура сплаву 7075 після різних режимів обробки:

а – традиційно литий; б – валкова розливка; в – $\varepsilon = 64\%$; г – $\varepsilon = 72\%$; д – $\varepsilon = 80\%$; е – $\varepsilon = 88\%$. Анізотропія відповідає напрямку вальцювання

При валковій розливці, за умов високошвидкісного охолодження ($\sim 10^3$ °C/c), формується недендритна структура з глобулярними зернами (Al) та вираженою міжзеренною ліквіацією (рис. 3, б). У середині зерен фіксуються дисперсні інтерметаліди, на їх межах утворюються нерівноважні евтектики (рис. 4), які включають сполуки, що містять Zn, Cu, Al, а також залізовмісні інтерметаліди типу Al(Fe,Mn)Si з домішками міді й цинку. У матриці (Al) розчиняються цинк, мідь і магній у загальній кількості близько 11 мас. %.

Подальше гаряче вальцювання (рис. 3, в, г) змінює мікроструктуру залежно від ступеня деформації. При $\varepsilon = 72$ % первинні кристали (Al) орієнтуються у напрямку вальцювання, а їх розмір у площині, перпендикулярній до поверхні стрічки, зменшується (рис. 3, г). На межах зерен (Al) змінюється співвідношення фаз Al–Cu–Mg та Al–Mg–Zn на користь останніх (рис. 5).

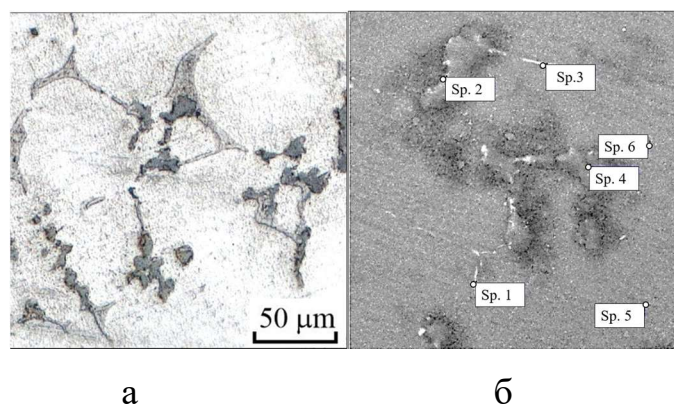


Рис. 4. Мікроструктура (а) та локальний вміст хімічних елементів (б) на межах зерен (Sp. 1-4) і в матриці (Sp. 5, 6) після валкової розливки

Спектр	Mg	Al	Si	Mn	Fe	Cu	Zn
	мас %						
1	3,18	80,40	0,09	0,41	0,00	3,86	12,06
2	3,23	51,95	1,15	2,15	11,08	15,97	14,48
3	1,27	67,41	1,00	1,88	12,67	8,67	7,11
4	0,93	58,38	1,07	2,62	15,70	11,38	9,91
5	1,90	88,83				1,79	7,48
6	1,93	89,28				1,59	7,19

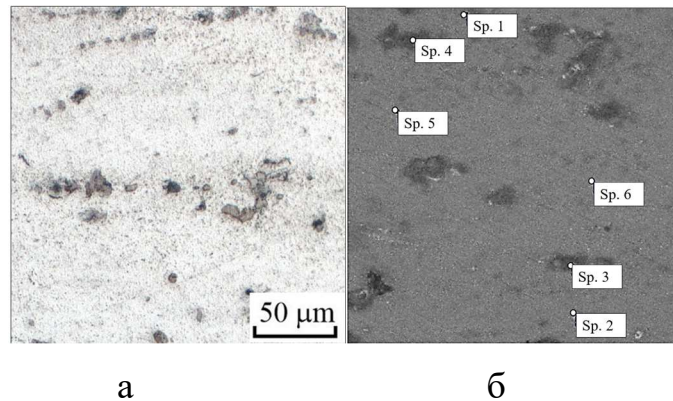


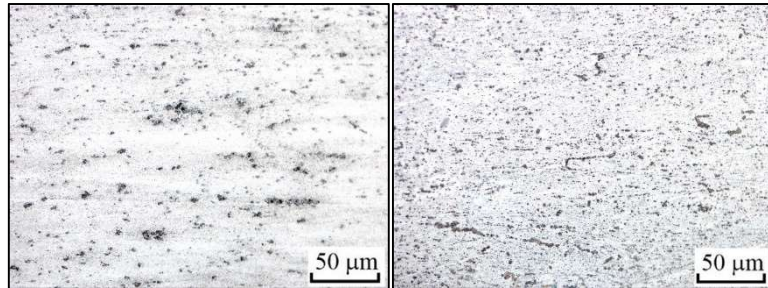
Рис. 5. Мікроструктура (а) і локальний вміст хімічних елементів (б) на межі зерен (Sp. 1-4) і в матриці (Sp. 5, 6) після валкової розливки та гарячого вальцювання при $\varepsilon = 72 \%$

Spectrum	Mg	Al	Si	Mn	Fe	Cu	Zn
	мас %						
1	2,51	54,50	1,25	2,91	15,90	18,15	4,79
2	2,01	78,85	0,49	0,61	5,09	5,23	7,72
3	3,90	61,72	0,86		7,13	10,39	16,00
4	2,66	76,15	0,52		4,27	5,39	11,01
5	2,58	85,82				3,00	8,60
6	1,96	88,30				2,19	7,55

Також виявлено інтерметалід (Al, Cu, Fe), близький за стехіометрією до $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, який містить домішки Si, Zn і Mn. Підвищення ступеня деформації до 72-80 % (рис. 3, д) сприяє подрібненню інтерметалідів та їх частковому розчиненню, що збільшує пересичення матриці до 12,9 мас. %. При $\varepsilon = 88 \%$ структура стає виражено анізотропною, з орієнтацією зерен і фаз у напрямку вальцювання (рис. 3, е).

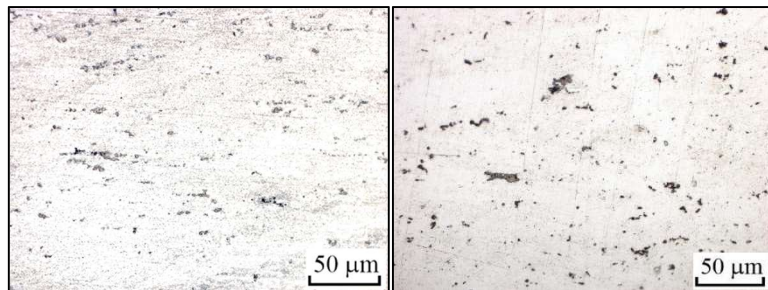
Після реалізації комплексної схеми «валкова розливка + гаряче вальцювання ($\varepsilon = 72 \%$) + термічна обробка» структура сплаву набуває орієнтованого характеру та ознак сфероїдизації (рис. 6). Відпал (ТО1) зумовлює подрібнення й сфероїдизацію інтерметалідів, За режиму ТО2 фіксується розчинення зміцнюючих

фаз і зменшення їхньої частки, тоді як стабільні залізовмісні інтерметаліди кристалізаційного походження зберігаються, формуючи ланцюжкові утворення під час пластичної деформації (рис. 6, 7).



а

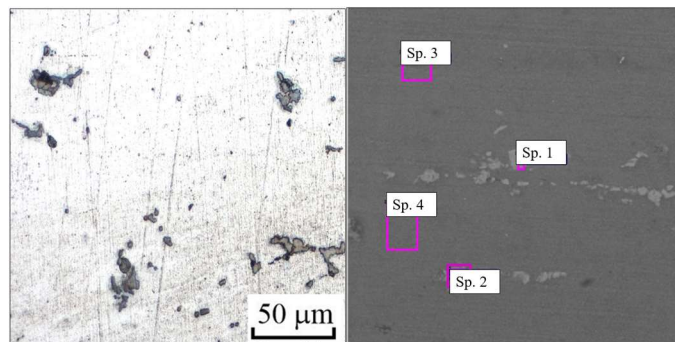
б



в

г

Рис. 6. Мікроструктура сплаву після комплексного оброблення «валкова розливка + гаряче вальцювання ($\epsilon = 72\%$) + термічна обробка»: а – без ТО; б – ТО1; в – ТО2; г – ТО3



а

б

Рис. 7. Мікроструктура (а) і локальний вміст хімічних елементів (б) на межі зерен (Sp. 1, 2) і в матриці (Sp. 3, 4) після валкової розливки та гарячого вальцювання з термічною обробкою за режимом ТО2

Spectrum	Mg	Al	Si	Mn	Fe		Cu	Zn
	мас. %							
1	0,59	58,65	1,54	3,22	20,29		12,55	3,17
2	0,46	57,34	1,63	4,33	18,83		13,79	3,61
3	2,12	87,21					2,96	7,70
4	2,21	87,14					2,82	7,83

Перенасичення твердого розчину (12,8 мас %) майже таке, як після гарячого вальцювання (12,9 мас %), але з меншим вмістом магнію і, відповідно, більшим міді і цинку (рис.7). Перехід до штучного старіння (ТОЗ) супроводжується збільшенням розмірів евтектичних колоній та інтерметалідних частинок, але при цьому вони залишаються компактними; ступінь перенасичення твердого розчину знижується до 11,8 мас %.

Таким чином, досліджений сплав 7075, з гранично допустимим вмістом цинку, має наступний фазовий склад: (Al), $MgZn_2$, $Al_2Mg_3Zn_3$, Al_2CuMg , Mg_2Si , $CuAl_2$, Al_7Cu_2Fe . Співвідношення фаз і мікроструктура істотно залежать від умов обробки, що створює потужний інструмент для керованої модифікації його експлуатаційних характеристик за рахунок спрямованого впливу на фазові перетворення.

Література

1. Белецкий В. М., Кривов Г. А. Алюминиевые сплавы (состав, свойства, применение): Справ. изд. под ред. акад. И. Н. Фридляндера. – К.: ЗАО «КОМИНТЕХ», 2005. – 366 с.
2. Zaki A (Ed.). Aluminium alloys – Recent trends in processing and degradation of aluminum alloys, 2-nd edition. InTech, ITAvE, 2016. – 528 p.
3. Mondal C. and Mukhopadhyay A. K. On the nature of $T(Al_2Mg_3Zn_3)$ and $S(AlZnCuMg)$ phase present in as-cast and annealed 7055 aluminum alloy // Mater. Sci. Eng. A. – 2005. – A391. – P. 367–376.

4. Lim S. T., Eun I. S., and Nam S. W. Control of equilibrium phases (M, T, S) in the modified aluminum alloy 7175 for thick forging applications // Mater. Trans. – 2003. – 44, No. 1. – P. 181–187. DOI: 10.2320/matertrans.44.181.
5. Behzad Binesh and Mehrdad Aghaie-Khafri. Phase evolution and mechanical behavior of the semi-solid SIMA processed 7075 aluminum alloy // Metals. – 2016. – 6, No 3. – P. 42. DOI: 10.3390/met6030042.
6. Вплив технологічних факторів на властивості високоміцного алюмінієвого сплаву системи Al–Zn–Mg–Cu / А. М. Верховлюк, О. А. Щерецький, Д. С. Каніболоцький, В. В. Довбенко // Металознавство та обробка металів. – 2020. – 26 (93), № 1. – С. 27–36. <https://doi.org/10.15407/mom2020.01.027>.
7. Evolution of eutectic structures in Al–Zn–Mg–Cu alloys during heat treatment / X.-G. Fan, D.-M. Jiang, Q.-C. Meng, B.-Y. Zhang, and T. Wang // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2006. – 16. – P. 577–581.
8. Investigation of deformation induced precipitation and the related microstructure evolution of Al–Zn–Mg–Cu alloy / J. Zuo, L. Hou, X. Shu, W. Peng, A. Yin, and J. Zhang // Mater. Res. Express. – 2020. – 7, No. 10. – Art. no. 106529. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/abc21b>.
9. Grain refinement assisted by deformation enhanced precipitates through thermomechanical treatment of AA7055 Al alloy / J. Zuo, L. Hou, X. Shu, W. Peng, A. Yin, and J. Zhang // Metals. – 2020. – 10, No. 5. – P. 594. <https://doi.org/10.3390/met10050594>.
10. Rolling of flat aluminum strips with tailored mechanical properties / O. Grydin, S. Bonda-renko, M. Stolbchenko, and M. Schaper // Mater. Sci. Forum. – 2016. – 854. – P. 87–92.
11. Структура і властивості литої стрічки зі сплаву Д16 в технологічному ланцюжку «валкова розливка–гаряча прокатка–термічна обробка» / О. В. Ноговіцин, А. С. Нурадинов, А. Г. Пригунова, В. З. Куцова, Т. А. Аюпова, І. А. Нурадинов // Металознавство та обробка металів. – 2020. – 26, Вип. 2. – С. 49–59.
12. Standard Practice for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Thermal Analyzers. ASTM E 967-97.