#### УДК 669.01:621.78:669.721

Т. А. Богданова, Г. А. Меркулова, А. А. Перебоева, Т. А. Орелкина, А. Ю. Копейкин

# ОПТИМИЗАЦИЯ ЛИТОЙ СТРУКТУРЫ СПЛАВА СИСТЕМЫ Mg-Zn-Zr ПЕРЕД ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИЕЙ

Изучена структура и фазовый состав сплава ZK60A (отечественный аналог – сплав MA14) системы Mg–Zn –Zr после литья, гомогенизации и деформации с использованием макро- и микроскопического анализов.

Ключевые слова: магниевый сплав, структура, литье, гомогенизационный отжиг, деформация.

Широкое применение деформируемых магниевых сплавов в отраслях промышленности (автомобилестроении, авиации, электронной, компьютерной и бытовой технике) ограничивается, наряду с проблемами цены и общей коррозии, их пониженной пластичностью и деформируемостью. Причиной снижения пластичности является гексагональная плотноупакованная решетка магния, практически с одной базисной системой скольжения, ограничивающей процессы пластической деформации при низких температурах.

Анализ патентно-информационных источников по деформируемости магниевых сплавов не позволяет однозначно определить требуемую структуру сплава ZK60A (отечественный аналог сплав MA14) перед горячей деформацией [1–9]. Цель данной работы – оптимизация структуры исходной литой заготовки сплава ZK60A (система Mg–Zn–Zr) перед объемной горячей деформацией.

В рамках данной работы решались следующие задачи:

определение оптимальных параметров отжига сплава ZK60A;

 исследование структуры сплава в литом и отожженном состоянии;

 – оценка влияния структурного и фазового состава на деформируемость (технологическую пластичность) сплава.

Работа выполнена на образцах магниевого сплава ZK60А в лабораториях кафедры металловедения и термической обработки металлов СФУ, а промышленное испытание режимов горячей деформации проведено на отдельных заготовках в условиях Красноярского металлургического завода. Горячая деформация выполнялась на вертикальных гидравлических прессах с предварительно напряженной станиной усилием 10 000 тс и скоростью деформации 1  $\cdot$  (10<sup>-1</sup>-10<sup>-2</sup>) с<sup>-1</sup>. Изготовление изделий методом горячей деформации сложной формы предопределяет существенно различающиеся участки изделия, в которых деформация изменяется от 10 до 90 %. Следовательно, исходные заготовки должны быть высокотехнологичными и обеспечивать получение полуфабрикатов требуемой формы практически без анизотропии структуры и свойств.

Сплав ZK60A создан на базе тройной системы Mg–Zn–Zr. Особенностью сплавов этой системы является то, что они не подвергаются закалке с отдельного нагрева, так как в этом случае проходят процессы

рекристаллизации, приводящие к разупрочнению сплавов, поэтому после горячей деформации для этой группы сплавов назначают старение. Параметрами, определяющими технологичность металлических материалов при деформации, являются величина зерна, однородность (гомогенность) структуры, степень рекристаллизации. Как отмечено в работе [1], одним из основных путей создания деформируемых Mg-сплавов и полуфабрикатов из них с повышенной пластичностью является построение диаграмм структурных состояний (ДСС) и карт-структур Мg-сплавов для регламентирования технологических параметров горячей деформации при ковке и штамповке с целью получения требуемого уровня механических свойств. Н. Н. Блохиным и Б. И. Овечкиным построены ДСС для образцов Mg-сплавов MA2-1, MA8, MA14 после деформации с учетом исходного состояния - из прессованной, предварительно осаженной и литой заготовок. В работах этих авторов установлено, что структура Мд-сплавов при деформации формируется под действием трех основных факторов: температуры, степени и скорости деформации.

Слитки сплава ZK60A в промышленности получают методом полунепрерывного литья, обеспечивающего получение мелкого зерна [6]. Ультразвуковым методом на входном контроле качества слитков было установлено, что они практически не имеют пористости. В исследуемых литых заготовках макроструктура, наблюдаемая визуально, не имеет дефектов, однородная, размер зерна находится в пределах 80–110 мкм.

Оптимизацию структуры под объемную штамповку проводили на литых заготовках. Структура в литом состоянии гетерогенна (рис. 1), и эта особенность в значительной степени характерна для сплавов системы Mg-Zn-Zr марок ZK60A, MA14. Дендритная ликвация в сплаве приводит к существенным различиям микроструктуры по сечению кристаллов. Цирконий образует с магнием диаграмму перитектического типа с высокотемпературной кристаллизацией твердого раствора на основе циркония, кристаллы которого являются центрами зарождения твердого раствора на основе магния. В структуре литого сплава методом микрорентгеноспектрального анализа выявлено, что при кристаллизации сплава центральные участки дендритов более богаты цирконием, чем периферийные участки (рис. 2).

Вестник Сибирского государственного аэрокосмического университета имени академика М. Ф. Решетнева





Рис. 1. Микроструктура сплава ZK60A в литом состоянии:  $a-\times$  400;  $\delta-\times$  1 000



Спектр	0	Mg	Zn	Zr	Итог
Спектр по линии (1)	6.82	85.06	5.91	2.21	100.0
Спектр по линии (2)	9.91	76.23	9.57	4.30	100.0
Спектр по линии (3)	10.63	71.97	10.42	6.97	100.0
Спектр по линии (4)	9.88	74.53	9.27	6.33	100.0
Спектр по линии (5)	10.74	70.46	11.52	7.27	100.0
Спектр по линии (6)	10.37	3.07	10.57	5.97	100.0
Спектр по линии (7)	10.32	73.58	10.67	5.43	100.0
Спектр 8	3.07	65.75	26.10	5.08	100.0
Спектр 9	4.74	82.24	10.80	2.22	100.0
Спектр 10	3.12	64.13	25.48	7.27	100.0

Рис. 2. Микроструктура сплава ZK60А и химический состав по сечению дендрита, вес. %

На высокую склонность сплавов системы Mg–Zn– Zr к дендритной ликвации влияют повышенная скорость охлаждения при полунепрерывным литье слитков и низкая скорость диффузии циркония и цинка в магниевом твердом растворе, что приводит к градиенту концентрации легирующих элементов по литому зерну (рис. 2).

В литой структуре сплава ZK60A выявлена химическая неоднородность циркония и цинка по сечению дендрита. Поэлементный состав различных участков зерна показал, что в периферийных зонах дендрита отсутствует цирконий, растворенный в магниевом твердом растворе.

Известно, что в структуре магниевых сплавов системы Mg–Zn–Zr образуются циркониды цинка ZnZr, Zn<sub>2</sub>Zr<sub>3</sub>, Zn<sub>2</sub>Zr, являющиеся упрочнителями сплавов. Подобные фазы были установлены в работах [3; 4]. Интерметаллидные равновесные и неравновесные фазы в основном выделяются по границам зерен и в периферийной зоне литого зерна (рис. 1, 3). Фаза Mg<sub>2</sub>Zn эвтектического происхождения кристаллизуется по границам зерен магниевого твердого раствора и располагается в виде отдельных темных включений. Таким образом, в литом зерне магниевого твердого раствора в результате дендритной ликвации формируются разные области по концентрации циркония и цинка.



Спектр	В стат.	Ο	Mg	Zn	Zr	Итог
Спектр 1	Да	3.45	18.65	58.75	19.15	100.00
Спектр 2	Да	17.67	73.36	8.96		100.00
Спектр 3	Да	2.44	42.81	53.55	1.21	100.00
Спектр 4	Да	10.40	81.07	8.54		100.00

Рис. 3. Микроструктура и химический состав интерметаллидных включений, вес. %

Такая гетерогенная структура литого слитка является неблагоприятной для горячей обработки давлением и оказывает значительное влияние на процессы при технологических операциях, в том числе и при объемной штамповке. Уменьшение химической неоднородности литой структуры происходит при высокотемпературных нагревах под отжиг-гомогенизацию деформируемых сплавов или закалку литейных сплавов. Продолжительность и температуру гомогенизации выбирают таким образом, чтобы достичь устранения дендритной ликвации за предельно короткий период времени. Традиционно режим гомогенизации выбирается с учетом того, что температура, при которой она проводится, не должна превышать температуру солидуса сплава и составлять 0,90-0,95 Т<sub>пл</sub> сплава, в противном случае в микроструктуре возможны проявления процессов перегрева или пережога. В условиях последующей деформации это приведет к образованию трещин, расслоений, и устранение таких дефектов в изделиях будет невозможно.

Из практики термической обработки известно, что отжиг-гомогенизация является длительной операцией, так как она связана с выравнивающей диффузией. Выдержка при гомогенизации зависит от дендритного параметра литой структуры и коэффициента диффузии атомов легирующих компонентов в твердом растворе. В сплаве ZK60A легирующими элементами являются цинк и цирконий, скорости диффузии которых в магниевой матрице низкие, особенно циркония из-за его высокой температуры плавления, поэтому процесс гомогенизации данного сплава предполагает длительные выдержки. По экономическим соображениям термическая обработка в производственных условиях должна быть непродолжительной, исключающей медленный нагрев и охлаждение, а также длительные выдержки.

На производстве для слитков магниевых сплавов, легированных Zn и Zr, предлагаются двухступенчатые нагревы под гомогенизацию и закалку. В работе [4] с целью ускорения процессов гомогенизации для сплава системы Mg–Zn–Zr предложен двухступенчатый режим отжига-гомогенизации. Первая ступень выполняется при низких температурах, близких к температуре неравновесного солидуса, с целью растворения неравновесной эвтектики. Однако авторы статьи указывают только температуру первой ступени гомогенизации 330–340 °C, не называя при этом времени выдержки, а параметры второй ступени вообще не оговариваются.

Кроме отжига-гомогенизации недостатки литой структуры могут быть уменьшены снижением скорости затвердевания, но малые скорости охлаждения приведут к росту литого зерна, что крайне нежелательно для сплава ZK60A, используемого при деформации в литом состоянии.

В данной работе, учитывая рекомендации работы [3], для литых заготовок сплава ZK60A применялся двухступенчатый режим гомогенизации. Первая ступень (рис. 4) включала нагрев до максимально высокой температуры, которой является температура плавления самой легкоплавкой структурной составляющей тройного сплава в неравновесном состоянии и равняется 0,95  $T_{nn}$ . Время выдержки при данной температуре определялось экспериментально по изменению микроструктуры с исчезновением неравновесных структурных составляющих исследуемого сплава.

Гомогенизация на первой температурной ступени сплава ZK60A позволила растворить в магниевом твердом растворе легкоплавкие эвтектические неравновесные фазы, содержащие цинк – Mg<sub>2</sub>Zn, Mg<sub>2</sub>Zn<sub>3</sub>, но не обеспечила устранения ликвации по сечению литого зерна (рис. 4, *a*). Промышленное опробование изготовления изделий горячей деформацией после первой ступени отжига привело к разрушению деформируемых заготовок, что свидетельствует о недостаточной однородности их структуры (рис. 4,  $\delta$ ).

Нагрев заготовок из сплава ZK60A на стадии второй ступени гомогенизации проводился при более высоких температурах по сравнению с первой ступенью, что должно сократить общее время гомогенизации. Температура нагрева составляла также 0,95 Т<sub>пл</sub> самой легкоплавкой структурной составляющей по равновесной диаграмме Mg–Zn–Zr. Время выдержки на второй ступени определялось по состоянию микроструктуры, в которой наблюдались участки, обедненные по цирконию и цинку (рис. 5, 6).





Рис. 4. Микроструктура сплава ZK60A: *a* – после первой ступени гомогенизации; *б* – характер разрушения заготовки при горячей деформации





Рис. 5. Микроструктура сплава ZK60A после двух<br/>ступенчатой гомогенизации:  $a - \times 500; \ 6 - \times 1000$ 



Спектр	В стат.	0	Mg	Zn	Zr	Итог
Спектр 1	Да		0.90	30.61	68.48	100.0
Спектр 2	Дa	2.00	84.27	11.29	2.44	100.0
Спектр 3	Дa	1.16	88.94	8.71	1.19	100.0
Спектр по линии (1)	Да	1.11	93.48	5.41		100.0
Спектр по линии (2)	Да	1.61	89.29	7.53	1.58	100.0
Спектр по линии (3)	Дa	2.07	89.46	6.84	1.63	100.0
Спектр по линии (4)	Да	1.56	90.20	7.24	0.99	100.0
Спектр по линии (5)	Да	1.77	89.04	7.52	1.73	100.0
Спектр по линии (6)	Да	1.20	93.53	5.27		100.0

Рис. 6. Микроструктура и химический состав сплава ZK60A после двухступенчатой гомогенизации

Исследование микроструктуры сплава после двухступенчатой гомогенизации показало, что контуры дендритов твердого раствора циркония и цинка в магнии размываются с образованием областей разной травимости, что свидетельствует о сохранении ликвации этих элементов после отжига (рис. 5, 6). Так же как и в литой структуре, сохраняются зоны, в которых методом микрорентгеноспектрального анализа не обнаружен цирконий. По границам зерен в микроструктуре наблюдаются включения дисперсных избыточных фаз.

В периферийной области дендритов скопления вторичных фаз декорируют сетку границ субзерен, однородных по химическому составу. Эти гомогенные области, возможно, могут обеспечить повышенную пластичность сплава при последующей деформации (рис. 5,  $\delta$ ). Внутри зерен после длительной выдержки на второй ступени все еще видны дендритные ветви, которые образуют «картины лотоса» (рис. 5, *a*), что свидетельствует об остаточной ликвации (рис. 6).

Подтверждением возможности проведения горячей деформации заготовок с такой структурой послужило получение крупногабаритных изделий сложной формы горячей деформацией без разрушения и образования трещин во всех зонах. Исследование структуры горячедеформированных полуфабрикатов (рис. 7) показало различие структур на периферии (рис. 7, б) и в центре заготовки (рис. 7, а). В центре заготовок дендритные ветви остаются практически без явных следов деформации. На поверхности заготовок дендриты вытягиваются в жгуты (участки, обогащенные цирконием), а на некоторых из них наблюдаются двойники деформации. Каждый такой участок отделен от другого однородными светлыми областями, состоящими из деформированных субзерен с выделениями по ним вторичных фаз (рис. 7, а, б). В результате анализа химического состава «лотоса» в горячедеформированном полуфабрикате определено, что в центре дендрита сохраняется повышенная концентрация циркония (рис. 8, спектр 4). По мере продвижения к границе деформированного зерна концентрация циркония снижается (рис. 8, спектр 1, 6).

Критериями оценки состояния гомогенности структуры являлись измерения уровня концентраций циркония и цинка. В центре дендрита в литом состоянии содержание циркония равно 7,27 %, а по периферии оно изменяется от 2,21 до 5,43 % (см. рис. 2). После двухступенчатой гомогенизации и нагрева под горячую деформацию содержание циркония в центре равно 3,49 %, а в областях, близких к границе деформированного зерна, – нулю.

В ходе исследования была проведена следующая работа.

1. Металлографически исследована структура сплава ZK60A в литом и отожженном состояниях. Обнаружено, что структура сплава в литом состоянии гетерогенна: при кристаллизации сплава центральные участки дендритов обогащены цирконием по сравнению с периферийными участками, в которых цирконий отсутствует. Интерметаллидные равновесные и неравновесные фазы в основном выделяются по границам зерен и в периферийной зоне литого зерна. После гомогенизации сохраняется остаточная ликвация.

2. Установлены оптимальные параметры двухступенчатой гомогенизации для получения качественных крупногабаритных полуфабрикатов из сплава ZK60A. В периферийной области дендритов выявлены субзерна, которые имеют однородный химический состав. Эти гомогенные области, вероятно, обеспечивают повышенную пластичность сплава при деформации.

3. После двухступенчатой гомогенизации сплава ZK60A горячей деформацией получены изделия сложной формы без разрушения и образования трещин.





Рис. 7. Микроструктура горячедеформированной заготовки сплава ZK60A: *a* – центр; *б* – периферия



Clickip	0	Nig	IVIII	ZII	Zı	riioi
Спектр по линии (1)	1,29	93,62		5,09		100,0
Спектр по линии (2)	1,58	88,97		7,86	1,58	100,0
Спектр по линии (3)	1,7	86,33		9,28	2,74	100,0
Спектр по линии (4)	3,09	85,27		8,14	3,49	100,0
Спектр по линии (5)	2,52	88,15		7,08	2,25	100,0
Спектр по линии (6)	1,25	93,57		5,18		100,0
Спектр 7	7,58	33,50		42,13	16,79	100,0
Спектр 8	3,99	32,25	0,94	42,38	20,45	100,0
Спектр 9	1,36	86,66		10,21	1,77	100,0

Рис. 8. Микроструктура и химический состав горячедеформированной заготовки сплава ZK60A

### Библиографические ссылки

1. Ёлкин Ф. М. Основные пути повышения пластичности деформируемых Mg-сплавов // Технология легких сплавов. 2007. № 1. С. 5–17.

2. Металловедение магния и его сплавов : справочник : в 2 т / под ред. М. Б. Альтмана [и др.]. М. : Металлургия, 1978.

3. Волкова Е. Ф., Морозова Г. И. Структура и свойства цирконийсодержащего магниевого сплава МА14 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2006. № 3. С. 24–28.

4. Волкова Е. Ф. Влияние деформации и термической обработки на структуру и свойства магниевых сплавов системы Mg–Zn–Zr // Металловедение и термическая обработка металлов. 2006. № 11. С. 38–42.

5. Морозова Г. И. Фазовый состав и коррозионная стойкость магниевых сплавов // Металловедение и термическая обработка металлов. 2008. № 3. С. 8–12.

6. Пат. 2148104 Российская Федерация, МКП<sup>7</sup> С22F1/06. Способ обработки магниевых сплавов / Гришечкин А. И., Тетюхин В. В., Сухих А. Ю., Мельников Д. Л., Декун И. И. ; заявитель и патентообладатель ОАО «Верхнесалдинское металлургическое производственное объединение». № 98119789/02 ; заявл. 03.11.98 ; опубл. 27.04.00. URL: www.fips.ru/cdfi/fips.dll.

7. Пат. 2040585 Российская Федерация, МКП<sup>7</sup> С22F1/06. Способ обработки магниевых сплавов / Бляблин А. А., Волкова Е. Ф., Степанов Ю. А., Романюк Н. П., Комисарова Т. А.; заявитель и патентообладатель Всерос. науч.-исслед. ин-т авиационных материалов. № 4947028/02; заявл. 21.06.91; опубл. 25.07.95. URL: www.fips.ru/cdfi/fips.dll.

8. Мухина И. Ю., Уридия З. П. Структура и свойства новых литейных магниевых сплавов // Современные проблемы металловедения сплавов цветных металлов. М. : МИСиС, 2009. С. 32–36.

9. Волкова Е. Ф., Морозова Г. И. Роль водорода в деформируемых магниевых сплавах системы Mg–Zn– Zr–P3M // Металловедение и термическая обработка металлов. 2008. № 3(33). С. 13–16. T. A. Bogdanova, G. A. Merkulova, A. A. Pereboeva, T. A. Orelkina, A. Yu. Kopeikin

### OPTIMIZATION OF CAST STRUCTURE OF ALLOY OF Mg–Zn–Zr SYSTEM BEFORE HOT DEFORMATION

The article presents studies of the structure and phase composition of ZK60A alloy (Russian analogue of alloy MA14) of Mg–Zn–Zr system after casting, homogenization and deformation with the use of macro- and microscopical analyses.

Keywords: magnesium alloy, structure, casting, homogenizational annealing, deformation.

© Богданова Т. А., Меркулова Г. А., Перебоева А. А., Орелкина Т. А., Копейкин А. Ю., 2011

## УДК 621.892

Б. И. Ковальский, Ю. Н. Безбородов, Н. Н. Малышева, С. Б. Ковальский, Е. Г. Мальцева

## ИЗМЕНЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ СТАЛИ ШХ15 ПРИ ТЕРМОСТАТИРОВАНИИ ЕЕ В СРЕДЕ МИНЕРАЛЬНОГО МАСЛА М10-Г<sub>2к</sub>

Приведены результаты исследования изменения износостойкости стали ШХ15 при ее термостатировании в среде минерального моторного масла М10-Г<sub>2К</sub> и механохимические процессы при граничном трении скольжения.

Ключевые слова: термостатирование смазочного масла, относительный износ, показатель противоизносных свойств, ток фрикционного контакта, пластическая и упругопластическая деформация, диаметр пятна износа, покрытие.

Подшипники качения работают как в жидких смазочных материалах различного назначения, так и в пластичных смазках. Выбор подшипников основан на расчетах долговечности, условной нагрузки, коэффициента работоспособности и расчетной грузоподъемности [1–3]. Недостаточно изучены механохимические процессы, протекающие в контакте тел качения, и влияние температуры на эти процессы.

Цель работы – исследовать влияние температуры на противоизносные свойства смазочного масла, износостойкость подшипниковой стали ШХ15 и механохимические процессы при граничном трении скольжения.

Методика исследования. При работе подшипников качения на поверхностях трения реализуются процессы самоорганизации [4-6] как защитная функция от избыточной тепловой энергии. При этом на поверхности трения образуются вторичные структуры, а в смазочном материале под влиянием механохимических, тепловых и химических процессов происходит деструкция базовой основы и присадок, а также его окисление, т. е происходит обмен лигандов между металлом и смазочным маслом. Для исследования механизма самоорганизации методика практически исключала окислительные процессы и моделировала процессы самоорганизации путем термостатирования обоймы подшипника в смазочном масле. При этом на поверхности обоймы образовались химические соединения, а в смазочном материале протекали процессы деструкции. Испытания обоймы с покрытием и без него в термостатированном масле позволили выявить влияние деструкции масла на его противоизносные свойства и изменение износостойкости стали при наличии на ее поверхности комплексных химических соединений (покрытий).

Исследования проводились на приборе для определения температурной стойкости смазочных материалов в диапазоне температуры от 140 до 240 °C. Температурная стойкость оценивалась по изменению коэффициентов поглощения светового потока, вязкости и летучести. Для этого проба масла массой 100 г испытывалась при температурах от 140 до 240 °C в течение 7 ч при атмосферном давлении, температура масла в процессе испытания поддерживалась автоматически терморегулятором TP101 с точностью ±1 °C. В качестве датчика использовалась термопара «хромель–капель».

Для оценки противоизносных свойств термостатированных масел они испытывались на трехшариковой машине трения со схемой трения «шар–цилиндр» [7]. Причем через один из шариков при изнашивании пропускался постоянный ток (100 мкА) от стабилизированного источника питания (3В) для исследования механохимических процессов, протекающих на фрикционном контакте [8]. В качестве испытательных образцов применялись шары диаметром 9,5 мм от подшипника № 204 и верхняя обойма роликоподшипника 7208 диаметром 80 мм. Параметры трения следующие: нагрузка 13 H, скорость скольжения 0,68 м/с, температура испытания 80 ± 0,1 °C.

Влияние продуктов деструкции на износостойкость стали ШХ15 оценивалось сопоставлением результатов износа двух обойм подшипника, одна из которых термостатировалась в масле для получения по-