

**МОСКОВСКИЙ АВИАЦИОННЫЙ ИНСТИТУТ
(НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ)**

На правах рукописи



ВАСЕНЕВ Валерий Валерьевич

«Разработка композиционного материала на основе системы Al-Si-Ni с низким значением ТКЛР и технологии получения полуфабрикатов для изделий ракетно-космической техники»

Специальность 05.16.01

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

**Диссертация
на соискание учёной степени
кандидата технических наук**

**Научный руководитель:
Доктор технических наук,
профессор
ОСИНЦЕВ О.Е.**

Москва 2017 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ.....	9
1.1 Сплавы системы Al-Si с низким температурным коэффициентом линейного расширения.....	9
1.1.1 Поршневые силумины с никелем.....	14
1.1.2 Быстрозакристаллизованные заэвтектические силумины.....	21
ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ, СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА.....	28
2.1 Материал и изготовление полуфабрикатов.....	28
2.2 Методика определение газовых примесей.....	32
2.2.1 Исследования содержания кислорода.....	32
2.2.2 Исследования содержания водорода.....	32
2.3 Методы определения физических и механических свойств.....	33
2.4 Измерение ТКЛР.....	36
2.5 Металлографический анализ.....	37
ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПРЕССОВАННЫХ ПРУТКОВ ИЗ БЫСТРОЗАКРИСТАЛЛИЗОВАННОГО СПЛАВА САС-1 И ИЗУЧЕНИЕ ИХ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ.....	39
3.1 Способы получения порошков (гранул) и исследование их структуры.....	40
3.1.1 Порошки, получаемые газовым распылением расплава.....	40
3.1.2. Порошки, полученные центробежным разбрызгиванием расплава.....	48
3.2 Исследование влияния кинетических и термодинамических факторов на структуру, свойства и особенности технологии	

получения деформированных полуфабрикатов из быстрозакристаллизованного сплава системы Al-Si-Ni.....	54
3.3 Разработка режимов дегазации порошковых композиций из сплавов системы Al-Si-Ni и получение из них брикетов и прессованных полуфабрикатов.....	63
3.3.1 Разработка режимов дегазации.....	63
3.3.2 Разработка режимов получения прессованных полуфабрикатов из САС-1-50.....	72
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3.....	81
ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ШТАМПОВАННЫХ ДЕТАЛЕЙ ИЗ СПЛАВА САС-1-50 И ПРОВЕДЕНИЕ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ МОДЕЛЕЙ ПЛАТФОРМЫ ИЗ СПЛАВОВ САС-1-50 И АМГ6.....	83
4.1 Разработка технологии получения штампованных деталей из сплава САС-1-50.....	83
4.2 Проведение сравнительных испытаний моделей платформы из сплавов САС-1-50 и АМГ6.....	88
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4.....	97
ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА УСКОРЕННОГО МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРНОЙ СТАБИЛЬНОСТИ И РЕЛАКСАЦИОННОЙ СТОЙКОСТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ СОПРОТИВЛЕНИЯ МИКРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КМ СИСТЕМЫ AL-SI.....	98
5.1 Разработка ускоренного метода определения размерной стабильности композиционных материалов.....	98
5.2 Сравнительные испытания разработанной методики со стандартной и оценка их корреляции.....	107
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5.....	111

ГЛАВА 6. РАЗРАБОТКА НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ AL-SI-NI	
АЛЮМИНИЕВОГО ПОРОШКОВОГО КОМПОЗИЦИОННОГО	
МАТЕРИАЛА И ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗ НЕГО	
ЗАГОТОВОК.....	112
6.1 Выбор состава композиционного материала.....	112
6.2 Отработка выбранных составов и изготовление опытных партий	
компактных заготовок.....	115
6.3 Структура и свойства композиции Компал-301, полученной	
механическим легированием.....	118
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 6.....	128
ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ.....	129
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	131
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	141

ВВЕДЕНИЕ

Развитие авиакосмической техники требует разработки новых материалов со специальными свойствами, которые получают с использованием новых технологических процессов производства [1-3]. Потребность в новых материалах обусловлена задачами улучшения характеристик изделий, расширению температурного диапазона работы материалов, защите объектов техники от воздействия дестабилизирующих факторов при эксплуатации и т.д. Особый интерес представляют композиционные материалы (КМ) на алюминиевой основе с низким температурным коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) и высоким сопротивлением микродеформациям для прецизионных приборов ориентации и навигации космических объектов. Этот интерес обусловлен, в частности, тем, что доля ошибки определения координат навигационных источников из-за нестабильности размеров деталей из этих материалов может составить 20-50% общей погрешности прибора.

Одним из перспективных направлений создания легких коррозионностойких материалов с низким ТКЛР является использование заэвтектических сплавов системы Al-Si – силуминов. Это связано с тем, что ТКЛР снижается практически пропорционально концентрации в сплаве кремния, а ТКЛР кремния в шесть раз меньше, чем у алюминия. Уровень свойств заэвтектических силуминов зависит от дисперсности кремниевой фазы. Поэтому для диспергирования структуры в работе использовался метод быстрой кристаллизации. Для повышения содержания кремния (больше, чем в сплаве САС-1-50) использовалось механическое легирование (МЛ).

Для получения материалов с высокой степенью очистки от газовых примесей, с оптимальной структурой для пластической деформации и высоким уровнем физико-механических свойств отжиги и дегазацию порошков и гранул всех опытных сплавов проводили в камере вакуумного пресса. Для исследований по разработанной технологии получали прессованные прутки, штамповки и детали приборов.

Целью работы являлась разработка на основе системы Al-Si-Ni быстрозакристаллизованного КМ с низким значением ТКЛР и высокой размерной стабильностью и технологии получения деформированных полуфабрикатов деталей приборов, которые по комплексу своих физических, механических и технологических свойств в наибольшей степени отвечает требованиям, предъявляемым к материалам прецизионных приборов авиакосмической техники.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие **основные задачи:**

- изучить структуру и фазовый состав гранул и порошков САС-1-50, САС-1-400 и механически легированных композиций с различным содержанием кремния и других легирующих элементов;

- разработать режимы вакуумного отжига и дегазации опытных сплавов с целью определения концентрации поверхностного, растворенного водорода и кислорода, и получить оптимальную структуру для пластической деформации;

- разработать технологию компактирования брикетов, прессования и получения штампованных деталей из сплава САС-1-50 и изучить их структуру и свойства;

- разработать методику ускоренных испытаний на релаксационную стойкость и определить прецизионный предел упругости опытных сплавов;

- разработать состав и технологию получения заготовок механически легированного сплава на основе системы Al-Si-Ni, который по значению ТКЛР и релаксационной стойкости превосходит существующие материалы.

Научная новизна:

1. Основываясь на металловедческих принципах легирования быстрозакристаллизованных заэвтектических силуминов, разработан нетоксичный механически легированный КМ с низким ТКЛР (меньше, чем у бериллия), модулем упругости $E \geq 100$ ГПа и высоким сопротивлением микропластической деформации, которому была присвоена марка Компал-301.

2. Основываясь на теоретических представлениях о распределении водорода в порошках быстрозакристаллизованного силумина САС-1-50, полученных газовым распылением, разработан режим дегазации в вакуумном прессе, который состоял из предварительного ступенчатого нагрева порошков «в тонком слое» до температуры, близкой к солидусу сплава. Разработанный режим позволил резко уменьшить содержание поверхностного и растворенного водорода в брикетах и прессованных прутках, улучшить качество полуфабрикатов и повысить прочность в среднем на 15%, пластичность в 2-2,5 раза по сравнению с аналогичными полуфабрикатами, полученными по технологии КУМЗа.

3. Основываясь на термодинамике и кинетике фазовых превращений в быстрозакристаллизованных заэвтектических силуминах, разработан режим вакуумного отжига сплава САС-1-50, позволяющий получить матричную структуру с распределением в пластичной матрице алюминиевого твердого раствора дисперсных частиц (размером ≤ 1 мкм) кремниевой фазы и с образованием в направлении деформации металла полос твердого раствора, свободных от выделений избыточных фаз. Такая структура резко повышает деформационные возможности материала, а применение твердой смазки, конических выточек на матрице позволила повысить допустимую степень деформации и получить качественные прессованные прутки и штамповки сложной формы, что подтверждено патентами РФ.

Практическая значимость:

1. Выбран и запатентован новый механически легированный порошковый сплав системы Al-Si-Ni Компал-301 и разработана технология получения заготовок из этого сплава, которая включала производство порошка матричного сплава, механическое легирование шихтовой смеси в атриторе с последующей дегазацией и компактированием на вакуумном прессе. Полученные партии заготовок из Компал-301 при равной плотности и близких значениях прочности имеют в 1,5 раза меньше ТКЛР, чем у САС-1-50, и в 2-3 раза выше значения прецизионного предела упругости.

2. Разработана методика механических испытаний с определением сопротивления микропластической деформации по показателям прецизионного предела упругости при последовательном нагружении с замером накопленной остаточной деформации и сопротивления микротекучности в процессе однократного нагружения при допуске на остаточную деформацию $2...5 \cdot 10^{-3} \%$.

3. Разработан для малотоннажного производства технологический процесс получения штампованных деталей сложной формы из сплава САС-1-50, который включал следующие операции: дегазацию порошка в вакуумном прессе «в тонком слое» со ступенчатым подъемом температуры (нагрев ограничивался температурой неравновесного солидуса сплава и составлял около $535 \text{ }^\circ\text{C}$) и компактирование брикетов в том же прессе. После дегазации содержание водорода уменьшилось в 32 раза, что обеспечивало получение вакуум-плотных заготовок и полученных из них штамповок. Из штампованных заготовок изготовлены детали типа «платформа», которые прошли сравнительные стендовые испытания с аналогичной деталью из сплава АМг6. Сравнительные испытания, проведенные в НПО им. С.А. Лавочкина показали, что сплав САС-1-50 по размерной стабильности в условиях микропластической деформации превосходит сплав АМг6 в среднем в 1,4 раза.

4. Разработана технология получения прессованных прутков из сплава САС-1-50 диаметром до 50 мм. Их физические и механические свойства имеют следующий уровень: $\sigma_b \geq 284 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2} \geq 161 \text{ МПа}$, $E \geq 95 \text{ ГПа}$, $\delta \geq 2,3\%$, $\text{ТКЛР}_{20-120} \leq 15 \cdot 10^{-6} \text{ } 1/^\circ\text{C}$. По прочностным свойствам и пластичности прутки САС-1-50, полученные по новой технологии из брикетов, компактированных на вакуумном прессе, существенно превосходят аналогичные полуфабрикаты, полученные по серийной технологии на КУМЗе.

ГЛАВА 1. ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

1.1 Сплавы системы Al-Si с низким температурным коэффициентом линейного расширения

Создание легких материалов с низким температурным коэффициентом линейного расширения (ТКЛР), необходимых для специального приборостроения ракетно-космического комплекса [5-8], двигателестроения [9-14] и других отраслей промышленности – одна из актуальных проблем современной металлургии.

Основой для разработки таких материалов, по мнению многих российских и зарубежных исследователей, может являться алюминий [1-5, 9, 11]. Алюминий – мягкий металл, что является обязательным условием для изделий ракетно-космического комплекса, плотность его составляет всего 2700 кг/м^3 [15], он обладает высокой коррозионной стойкостью и имеет ряд других достоинств.

Все элементы, которые вводят в состав алюминиевых сплавов, разделяют на три группы: основные легирующие элементы, дополнительные легирующие элементы и примеси [12,16,17].

Основные легирующие элементы вводят в достаточно больших количествах. Обычно их содержание в сплавах составляет несколько процентов. Они определяют систему легирования и природу сплавов, а также особенности структуры и важнейшие свойства. Эти элементы обладают значительной растворимостью в твердом алюминии [8,11], что создает возможность упрочнения за счет образования твердого раствора, а в некоторых системах и путем дисперсионного твердения при соответствующей термической обработке. На этом основаны принципы легирования высокопрочных алюминиевых сплавов. В подавляющем большинстве в алюминиевых сплавах в качестве основных легирующих элементов используют медь, магний, цинк, литий и кремний, которые вводят в различных сочетаниях, образуя систему легирования, так что практически все высокопрочные литейные и деформируемые сплавы содержат эти легирующие элементы в различных количествах. Использование только пяти элементов в

качестве основных компонентов обусловлено тем, что лишь небольшое число элементов имеют значительную растворимость в алюминии в твердом состоянии [12,17]. Эти элементы попадают в число девяти элементов, предельная максимальная растворимость которых в алюминиевом твердом растворе превышает 1,5% по массе: Zn – 82,5%, Mg – 17,4%, Cu – 5,7%, Li – 4,2%, Si -1,65%.

В алюминиевые сплавы в качестве дополнительных элементов особенно часто вводят переходные металлы: никель, железо, кобальт, марганец, титан, цирконий, хром, скандий, а также бериллий, бор, кадмий и др. Эти элементы (кроме кадмия) образуют с алюминием сложные диаграммы состояния с большим количеством промежуточных фаз, в которых ближайшая к алюминию интерметаллидная фаза участвует с твердым раствором на основе алюминия в эвтектическом или перитектическом равновесии [17]. При этом растворимость переходных металлов в условиях неравновесной кристаллизации необходимо оценивать по диаграммам метастабильных равновесий [16,17].

Третью, последнюю группу элементов, входящих в состав алюминиевых сплавов, образуют примеси, которые могут попасть как из шихтовых материалов, так и в процессе плавки. Следует отметить, что принципы легирования, которые применяются при создании стандартных алюминиевых сплавов, при разработке материалов для ракетно-космического приборостроения данного назначения не применимы. Это связано с тем, что в этом случае определяющими характеристиками являются физические свойства, прежде всего ТКЛР, а не стандартные механические свойства: предел прочности, предел текучести, относительное удлинение и др. Кроме того, эти материалы должны иметь высокий модуль нормальной упругости и высокую стойкость против микродеформации при нагружении.

Как следует из табл. 1.1, по значению ТКЛР кремний существенно превосходит другие основные компоненты для легирования алюминиевых сплавов. ТКЛР у кремния примерно в шесть раз ниже, чем у алюминия. Другие легирующие элементы значительно уступают кремнию по этому показателю.

**Некоторые физические свойства основных компонентов
в алюминиевых сплавах [17,18]**

Элемент Свойство	Al	Zn	Cu	Mg	Li	Si
$\alpha \cdot 10^6$ при 20-100 °С, 1/град	23,4	30	16,8	26	56	3,82
λ , Вт/м·К	221,5	119,0	390,0	167,0	71,2	26,2
γ , кг/м ³	2700	7130	8890	1737	540	2330

Согласно зависимости, представленной на рис 1.1 ТКЛР для гетерогенных сплавов является аддитивным свойством и измеряется по правилу смесей. Он снижается практически от всех вводимых в сплав добавок (за исключением магния и цинка) и особенно эффективно это снижение происходит за счет добавки кремния.

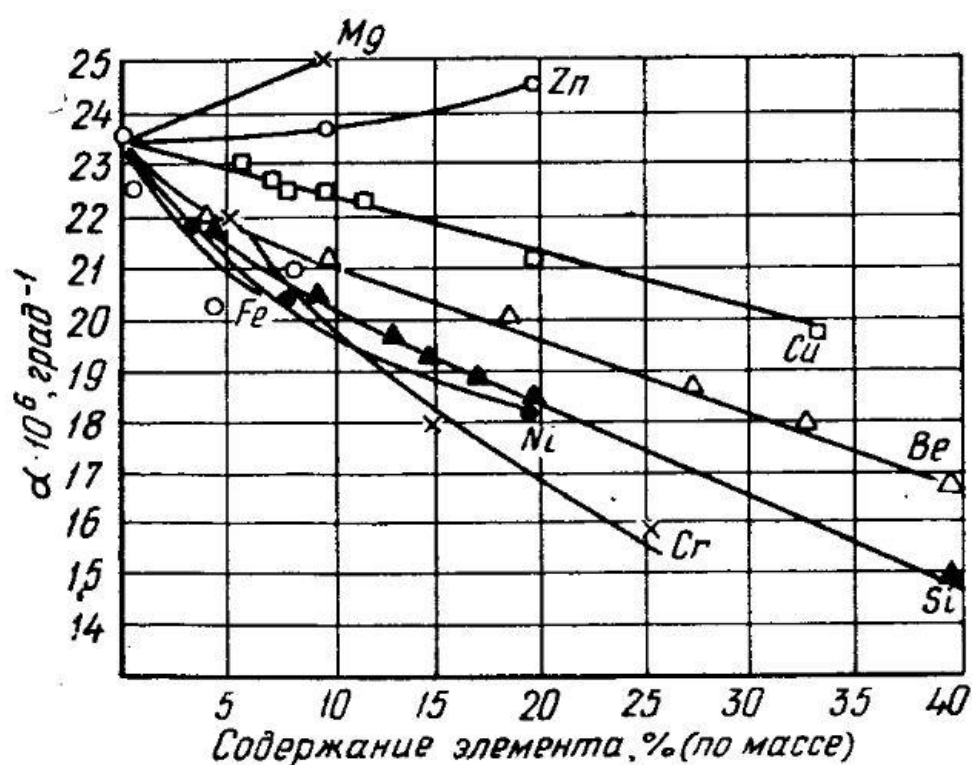


Рис. 1.1 Зависимость ТКЛР алюминия от содержания
различных легирующих элементов

Поэтому кремний является уникальным элементом, и он вводится в больших количествах во все алюминиевые сплавы, у которых ведущим физическим свойством является низкое значение ТКЛР. Это связано еще и с тем, что кремний, как легирующий элемент алюминиевых сплавов имеет невысокую плотность, недефицитен, недорог, а также нетоксичен.

Для получения сплавов на основе алюминия с меньшим значением ТКЛР их необходимо легировать элементами с более низкими значениями ТКЛР, чем у основы. К таким элементам относятся никель, железо и хром. Однако плотность этих металлов достаточно высока, поэтому вводить их можно только в небольших количествах, чтобы чрезмерно не повысить плотность сплава [11,18].

Кроме того, снижение ТКЛР сплавов на основе алюминия можно достичь за счет образования в структуре интерметаллидных фаз с высокой температурой плавления Al_3Zr (1580 °С), YAl_3 (1355 °С), NiAl_3 (850 °С), FeAl_3 (1160 °С) и др. [3,20]. Однако существенное снижение ТКЛР может быть достигнуто в случае высокой дисперсности этих фаз и их равномерного распределения в структуре, т.к. в противном случае они будут представлять концентраторы напряжений, т.е. будут потенциальными источниками зарождения трещин.

Альтернативой Al-Si сплавам с низким ТКЛР является бериллий. Он имеет ТКЛР в два раза меньше ($12 \cdot 10^{-6} \text{ 1/}^\circ\text{C}$), чем у алюминия, малую плотность (1847 кг/м^3), достаточно высокую температуру плавления и уникально высокий модуль нормальной упругости (311,1 ГПа) [18]. Однако, бериллий дорогой и дефицитный материал, а также он токсичен. Поэтому применение бериллия может быть обусловлено только особой необходимостью.

Кремний является важнейшим легирующим элементом в алюминиевых сплавах-силуминах с низким значением ТКЛР.

Диаграмма состояния системы Al-Si является базовой для всех силуминов. Алюминий с кремнием образуют систему эвтектического типа, промежуточные соединения в этой системе отсутствуют (рис. 1.2) [20-22]. Эвтектика $\alpha_{\text{Al}} + \text{Si}$

кристаллизуется при 577 °С и 12,5% Si. Предельная растворимость кремния в алюминии составляет 1,65%, а при 227 °С она составляет всего 0,01%.

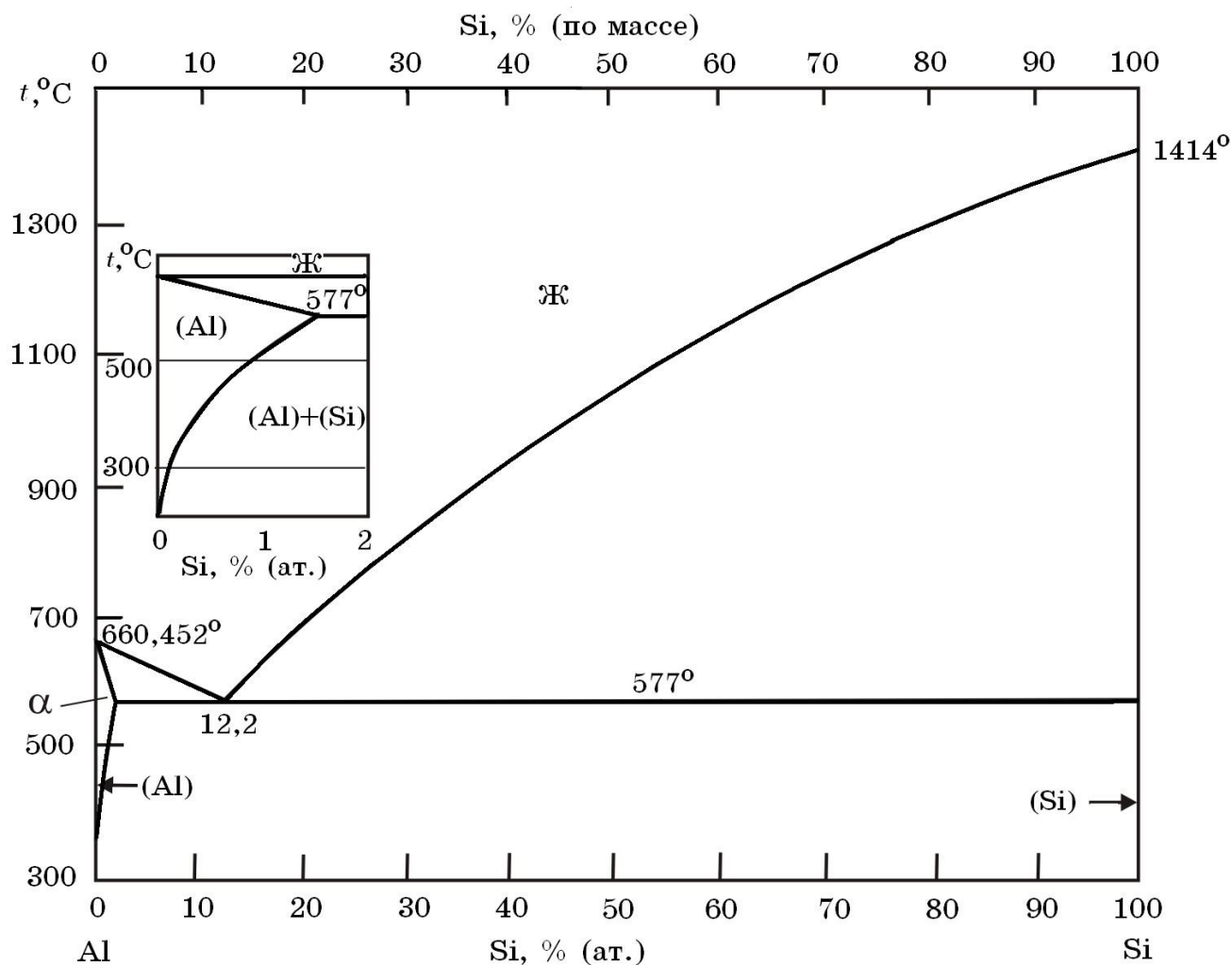


Рис. 1.2 Диаграмма состояния Al-Si

Эвтектическая температура определяет солидус всех двойных силуминов, а ликвидус повышается от 577 °С (эвтектический состав) до приблизительно 900 °С в заэвтектических сплавах ($\approx 36\%$ Si). Именно этот диапазон с учетом необходимого перегрева над линией ликвидуса ($\approx 50\text{-}80$ °С) и является основой для выбора литья порошков и гранул в зависимости от состава заэвтектических силуминов [23-28] (более подробно технологические вопросы рассматриваются в экспериментальной части работы). Особенно опасен недогрев при производстве заэвтектических силуминов, поскольку это может привести к недорастворению кускового кремния и элементов шихты (речь идет о выплавке) и к выпадению

первичных кристаллов кремния при выдержке перед литьем (даже если при выплавке весь кремний растворяется). В последнем случае весьма вероятно также ликвация по составу и структуре, т.к. кристаллы кремния легче алюминиевого расплава [24-27].

В России действует единая система обозначений стандартных алюминиевых сплавов (не только силуминов), которая содержит буквы (русские) основных легирующих компонентов и их концентрации, что позволяет легко оценить средний состав сплава [19, 29-31]. Согласно ГОСТ 1583 [31], следует также отметить, что составы некоторых отечественных поршневых силуминов приведены в отдельном стандарте: ГОСТ 30620 [32]. Согласно ГОСТ, марка литейного сплава начинается с буквы «А», за которой следуют буквы, обозначающие легирующий элемент: «К» - Si, «М» - Cu, «Мг» - Mg, «Ц» - Zn, «Н» - Ni, «Су» - Sb. Цифры после обозначения элемента указывают среднее его содержание. Если концентрация элемента не превышает 1,5%, то после его обозначения цифры не проставляются. Старая система обозначений, использовавшаяся в СССР (АЛ), не давала какого-то конкретного указания на состав, кроме обозначения марки сплава.

Для маркировки литейных алюминиевых сплавов в США (и во многих других странах) принята трехзначная система алюминиевой ассоциации. В этом стандарте в начале марки ставят латинские буквы «AA» [4,33]. Дополнительная цифра после точки и буква (А, В, С и D) перед первой цифрой определяет модификацию базовой марки. Существуют и другие обозначения марок алюминиевых сплавов: национальные (например, DIN в Германии). Среди последних следует отметить обозначение FM поршневых силуминов компании Federal-Modul Corporation Systems [19, 30, 34, 35].

1.1.1 Поршневые силумины с никелем

Специальную группу литейных алюминиевых сплавов представляют Ni-содержащие силумины с высоким содержанием кремния – поршневые сплавы, которые должны обладать высокой жаропрочностью и износостойкостью,

хорошими литейными свойствами, низким ТКЛР, который обеспечивает меньшее объемное изменение во время работы поршней, а, следовательно, позволяет создавать меньший зазор между поршнем из алюминиевого сплава и цилиндром из стали [36]. Этот фактор играет важную роль в уменьшении расхода масла и горючего.

Поршневые силумины – это сплавы с большой объемной долей фаз (прежде всего, содержащих Si и Ni), поэтому их пластичность мала ($\delta < 1\%$). Все стандартные силумины этой группы, приведенные в ГОСТ 1583 и ГОСТ 30680, а также в национальных стандартах промышленно развитых государств, содержит в качестве легирующих компонентов кремний, медь, магний и никель, а основной примесью является железо (таблица 1.2). В таблице 1.3 представлены свойства некоторых марок этих сплавов.

Поршневые силумины имеют сложную многофазную структуру. Они могут содержать большинство фаз из группы, представленной в таблице 1.4.

Учитывая задачи обзора литературы, были выбраны те марки поршневых силуминов, которые содержат максимальное количество кремния, и, соответственно, имеют минимальные значения ТКЛР. Содержание кремния в анализируемых сплавах менялось от 12-13%, что, согласно двойной диаграмме Al-Si (рис. 1.2) соответствует эвтектической концентрации, до 25%, что является максимально возможным содержанием этого элемента в литейных алюминиевых сплавах, т.е. доэвтектические поршневые силумины не рассматривались.

**Химический состав некоторых марок промышленных
Ni-содержащих силуминов [9, 29, 41]**

Марка	Страна	Содержание элементов, % по массе*					
		Si	Ni	Cu	Mg	Fe	Mn
AK12MMrH	Россия	11-13	0,8-1,3	0,8-1,5	0,7-1,3	0,7	0,2
AK12M2MrH	Россия	11-13	0,8-1,3	1,5-3,0	0,7-1,3	0,8	0,3-0,6
AK21M2,5H2,5	Россия	20-22	2,2-2,8	2,2-3,0	0,2-0,5	0,9	0,2-0,4
KC740	Россия	16-18	1,1-1,7	1,8-2,4	0,7-1,2	0,5	0,6-1
KC741	Россия	19-22	1,1-1,7	1,8-2,4	0,7-1,2	0,5	0,6-1
AK18	Россия	17-19	0,8-1,5	0,8-1,5	0,8-1,3	0,5	0,2
FM135	США	12,7-13,7	0,8-1,2	4,8-5,3	0,9-1,2	0,35	0,1
FM180	США	17,0-19,0	0,8-1,3	0,8-1,5	0,8-1,3	0,57	0,05-0,2
AS14GSN	Италия	14,5-15,0	2,3-2,7	4,3-4,7	0,7-1,1	0,3	0,6-0,8
KS245	Германия	11,0-13,0	2,0-3,0	0,5-1,5	0,7-1,3	1,3	-
Mahle138	Германия	17,0-19,0	0,8-1,3	0,8-1,3	0,8-1,3	0,7	0,2
KS283	Германия	17,0-19,0	2,8-3,2	3,7-4,3	0,4-0,6	0,7	-
Vansil160	США	21,0-23,0	2,0-2,5	0,9-1,2	0,75-1,25	0,75	0,1

*Полный состав по другим элементам см. в первоисточниках [31,32], сертификации Federal-Modul Corporation Powertrain Systems и национальных стандартах.

**Физические и механические свойства заэвтектических поршневых Ni-
содержащих силуминов [9]**

Марка	Метод изготовления поршней	Механические свойства				Физические свойства		
		σ_b , МПа, при температуре, °С			δ , %	γ , кг/м ³	$\alpha \cdot 10^6$ 1/град	λ , Вт/м·К
		20	150	250				
AK21M2,5H2,5	Литье в кокиль	160-200	-	100-140	0,1-0,4	2680	17-18	-
Mahle138	Литье в кокиль	180-220	170-200	100-140	0,2-0,8	2680	18,5-19,5	30-35
Mahle138	Литье под давлением	230-300	200-240	110-170	0,5-1,5	2680	18,5-19,5	30-35
KS283	Литье в кокиль	180-220	-	120-150	0,2-0,5	2800	17-18	31-33

Поршневые силумины – это многокомпонентные сплавы [9, 29, 37-41]. Как следует из таблицы 1.2, во все поршневые силумины совместно с кремнием и никелем в качестве основных компонентов вводят медь и магний. Эти легирующие элементы растворяются в алюминиевой матрице (см. таблицу 1.4), способствуют растворному упрочнению и дисперсионному твердению при термической обработке (режимы Т1 и Т6). Эти элементы повышают уровень прочности и жаропрочности, износостойкости поршневых сплавов, а медь, кроме того, понижает ТКЛР. Они определяют принципы легирования и марочный состав современных поршневых силуминов (таблица 1.2).

Распределение легирующих элементов и примесей между алюминиевой матрицей и избыточными фазами в Ni-содержащих поршневых силуминах

Фазы	Легирующие элементы и примеси						
	Si	Ni	Cu	Mg	Fe	Mn	Zn
Алюминиевая матрица							
α_{Al}	+	-	+	+	-	-	+
Вторичные образования							
Al_2Cu	-	-	+	-	-	-	-
Mg_2Si	+	-	-	+	-	-	-
$L_2Cu_5Mg_8Si_6$	+	-	+	+	-	-	-
Si	+	-	-	-	-	-	-
Al_2CuMg	-	-	+	+	-	-	-
Фазы кристаллизационного происхождения							
Si^1	+	-	-	-	-	-	-
Al_5FeSi^1	+	-	-	-	+	-	-
Al_8Fe_2Si	+	-	-	-	+	-	-
$Al_{15}(FeMn)_2Si^1$	+	-	-	-	+	+	-
Al_9FeNi^1	-	+	-	-	+	-	-
$Al_8FeMg_3Si_6$	+	-	-	+	+	-	-
Al_3Ni	-	+	-	-	-	-	-
Al_7Cu_4Ni	-	+	+	-	-	-	-
$Al_3(NiCu)_2$	-	+	+	-	-	-	-
Al_2Cu	-	-	+	-	-	-	-
Mg_2Si	+	-	-	+	-	-	-
$Al_6Cu_2Mg_8Si_5$	+	-	+	+	-	-	-

¹Возможно образование первичных кристаллов

Третий легирующий элемент – цинк, который имеет максимальную растворимость в алюминии из всех металлов, в поршневые силумины не вводят в основном по двум причинам: он значительно тяжелее алюминия и повышает ТКЛР. Цинк присутствует в силуминах только в качестве примеси, в виде примесей также присутствуют железо и марганец.

Как следует из таблицы 1.4, только три основных компонента – кремний, магний и медь растворяются в основе сплава, а также участвуют в образовании двойных, тройных и более сложных соединений. Остальные компоненты сплавов, включая примеси, образуют различные по сложности фазы кристаллизационного происхождения (таблица 1.4). Наиболее подробно фазовый состав поршневых силуминов с никелем рассмотрен в работах [16, 22, 34].

Концентрация магния составляет около 07-1,3%, что дает возможность получать уже в литом состоянии в алюминиевом твердом растворе (α_{Al}) не менее 0,4% Mg. Это позволяет после обработки по режиму T1 (старение без закалки) получать существенный прирост твердости. При содержании магния на верхнем пределе (таблица 1.2) в структуре поршневых силуминов присутствуют эвтектические включения фазы Mg_2Si или даже более сложные по составу магнийсодержащие соединения [21, 41].

Концентрация меди в этих сплавах находится в пределах 1-3%, в некоторых сплавах она превышает и 5% (таблица 1.2). Это сильно усложняет фазовый состав сплавов, в которых появляется не только фазы Al_2Cu и $Al_5Cu_4Mg_8Si_6$, но и тройные соединения с никелем Al_7Cu_4Ni или Al_3CuNi [29, 41-46].

При наличии марганца в структуре поршневых силуминов появляется фаза $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$, которая в составе эвтектики имеет скелетообразную морфологию [42]. Концентрация марганца, как и в других силуминах мала.

Железо является примесью и полностью входит в состав одной из фаз, которые обычно оказывают отрицательное влияние на механические свойства: Al_8Fe_2Si ; $Al_{15}(FeMn)_3Si_2$; Al_9FeNi и др. [42].

Интересным элементом является бериллий. Он создает на поверхности жидкого и твердого алюминия и любых его сплавов прочную оксидную пленку, предохраняющую от дальнейшего окисления [12, 47, 48]. Кроме того, бериллий является самым эффективным модификатором формы выделений железосодержащих фаз [49-53]. Бериллий – единственный элемент, который позволяет получать глобулярные включения железосодержащей фазы в силуминах. Такая морфология частиц является наилучшей для механических свойств. Экспериментальные исследования показывают [51, 52], что уже при относительно малом количестве бериллия (0,2-0,3%) подавляется образование игольчатых включений $\beta(\text{Al}_5\text{FeSi})$ – фазы, которые охрупчивают сплав, на компактные выделения бериллийсодержащей фазы $\text{Al}_3\text{Fe}_2\text{BeSi}$. Однако из-за высокой токсичности соединений бериллия его использование в литейных алюминиевых сплавах очень ограничено (по этой причине его влияние не отражено в таблице 1.4).

Для заэвтектических Ni-содержащих силуминов первоочередной задачей, связанной с повышением механических свойств, износостойкости и других служебных характеристик является измельчение первичных кристаллов кремния. Высокое содержание кремния (более 13%) и других легирующих элементов обуславливает выделение первичных кристаллов кремния и интерметаллидов в грубой форме, которая может существенно снизить механические свойства и служебные характеристики поршней из этих сплавов.

Для изменения структуры и улучшения свойств силуминов используют различные методы модифицирования [54,55], а также ультразвуковую обработку расплава [56-58] или магнитогидравлическое (МГД) и термосиловое воздействие на жидкий металл на специальной установке [59]. Модифицирующее действие натрия, стронция и диборида титана хорошо изучено [55, 60]. Наиболее полная классификация модификаторов сплавов на основе системы Al-Si приведена в работе [61].

Таким образом, анализ существующих марок отечественных и зарубежных Ni-содержащих заэвтектических поршневых силуминов показал:

1. Все сплавы этой группы являются многокомпонентными и имеют сложный фазовый состав. Они содержат как растворимые в алюминии компоненты (Si, Cu, Mg), так и элементы, не образующие с ним твердых растворов.

2. Предельные содержания кремния в литейных сплавах этой группы не превышает 20-22% и никакие технологические приемы (модифицирование, обработка расплава ультразвуком) не может увеличить содержание кремния в этой группе литейных сплавов. Следовательно, невозможно уменьшить ТКЛР до значений, необходимых деталям прецизионных приборов аппаратов ракетно-космической техники (до уровня бериллия $\alpha=12 \cdot 10^{-6}$ 1/град).

3. Эти сплавы содержат компоненты, которые имеют переменную, уменьшающуюся с понижением температуры растворимость в алюминиевом твердом растворе. Считается [31,62,63], что такие элементы уменьшают релаксационную стойкость и сопротивление микропластическим деформациям. Поэтому использовать их для легирования сплавов, у которых указанные свойства являются ведущими, не рекомендуется.

1.1.2 Быстрозакристаллизованные заэвтектические силумины

Дальнейший прогресс в области создания высокопрочных сплавов на основе системы Al-Si и Al-Si-Ni связан с получением литой заготовки в виде мелких частиц гранул или порошков, получаемых с высокими скоростями охлаждения при кристаллизации порядка 10^3 - 10^4 град/с. Метод быстрой кристаллизации использовался в данной работе для получения сплавов. Большой научный вклад в теорию и разработку технологии получения быстрозакристаллизованных частиц и получению полуфабрикатов из них внесли российские ученые Б.С. Митин [64], Б.И. Бондарев [65], А.И. Колпашников [66]. Проведенные под руководством В.И. Добаткина, В.И. Елагина [1,2, 67-73], И.Н. Фридляндера [4,45,46] и других ученых исследования позволили разработать целый ряд принципиально новых гранулированных и порошковых сплавов.

Наиболее важными особенностями структуры алюминиевых сплавов после кристаллизации со скоростями охлаждения от 10^3 град/с и выше являются следующие:

- диспергирование всех структурных составляющих, в том числе, нерастворимых в матрице интерметаллидов (первичных, входящих в состав эвтектик);
- получение твердых растворов с повышенным содержанием легирующих компонентов по сравнению с их предельной растворимостью по диаграмме состояния, т.е. аномально пересыщенных твердых растворов;
- резкое уменьшение масштабов дендритной ликвации в твердых растворах;
- образование метастабильных фаз.

Очень эффективными оказались направления, основанные на быстрой кристаллизации в производстве сплавов на основе заэвтектических силуминов. Они позволили не только получить сплавы, обладающие более высоким комплексом механических, физических и эксплуатационных характеристик по сравнению с характеристиками сплавов, получаемых по традиционной технологии из массивных слитков, но и существенно увеличить допустимые содержания кремния в заэвтектических силуминах с 18-20% до 30% кремния и более.

ВИЛС разработал несколько поршневых сплавов с содержанием кремния до 28% [6, 65, 73]. В настоящее время в промышленном масштабе производится гранулированный поршневой сплав 1379П [74]. Сплав содержит 19,5%Si, Cu, Mg. Отличительной особенностью сплава 1379П от литейного сплава АК18 является повышенное содержание Ti и Zr, а также высокое содержание Fe – до 1,5%. Благодаря высокой скорости кристаллизации в сплаве 1379П формируется эвтектическая структура, и это приводит к уменьшению ТКЛР. По уровню механических свойств этот сплав существенно превосходит свой аналог – литейный сплав АК18 [3].

В отечественном оптическом производстве для изготовления корпусов фотообъектива используются высокопрочные сплавы Д16 и В96. Однако эти

сплавы имеют недостаточно высокое сопротивление микротекучести, а, следовательно, недостаточную релаксационную стойкость [3]. Этот недостаток при производстве объективов вызывает значительный процент брака (более 30%).

Проблема была решена ВИЛС созданием заэвтектического сплава системы Al-Si с использованием метода быстрой кристаллизации. Введение в состав сплава 01389 переходных металлов (Al-Si-Mg-Cu-Zr-Ni-V) [2, 3] позволяет: обеспечить структурную и фазовую стабильность при повышенных температурах, уменьшить ТКЛР на 25% и увеличить модуль упругости на 28%, а также снизить уровень остаточных напряжений больше, чем на порядок.

И.Н. Фридляндер, Р.А. Кривенко, Г.Д. Гордеева и др. [3] разработали на основе системы Al-Si порошковые сплавы с низким ТКЛР. Помимо кремния, сплавы содержат ряд других добавок, дополнительно понижающих ТКЛР. Методы порошковой металлургии благодаря высокой скорости кристаллизации позволяют получить равномерное дисперсное распределение фаз и структурных составляющих в сплавах [3].

В настоящее время из спечённых алюминиевых сплавов с низким ТКЛР изготавливают прессованные прутки, штамповки и трубы различного сортамента [5].

В таблице 1.5 приведены химические составы и типичные физико-механические свойства порошковых сплавов: САС-1-400, САС-1-50, САС-1-ВК, САС-2, САС-3, САС-4 с низким ТКЛР.

Таблица 1.5

Свойства порошковых сплавов с низким ТКЛР

Сплав (размер частиц, мкм)	Содержание Si и Ni, %	$\alpha \cdot 10^6$ 1/град	γ , кг/м ³	σ_b , МПа	δ , %
САС-1-400 (<400)	25-30Si; 5-7Ni	14,5-15,5	2730	260-280	2-4
САС-1-50 (<50)	25-30Si; 5-7Ni	14,5-15,5	2730	340-360	2-4
САС-1-ВК (<50)	35-37Si; 5-7Ni	11,5-13,5	2650	380-400	1
САС-2 (<400)	25-30Si; 5-7Ni	15-16	2730	240	0,9
САС-3 (<400)	25-30Si; 3-5Cr	15-16	2720	280	0,6
САС-4 (<400)	10-15Si; 15-25SiC	16-17	2780	230	5,0

Каждый сплав обладает своим достоинством и рекомендуется для определенного применения.

Например, сплавы САС-1-50 и САС-1-400 нашли применение в приборостроении; сплав САС-1-ВК может работать в паре с высоколегированными сталями за счет низкого ТКЛР и повышенными антифрикционными свойствами; сплав САС-2 отличается от остальных сплавов тем, что в нем никель заменен более дешевым железом, поэтому он является перспективным материалом для поршней ДВС и т.д.

За рубежом также ведутся работы по созданию на основе системы Al-Si износостойких сплавов с низким ТКЛР и высокой релаксационной стойкостью. Содержание кремния в разных сплавах составляет от 12 до 30%. В качестве основного дополнительного компонента вводят 2-10% Cr [76], 5-15% Ni [77], 3-15% Fe и Ni или Mn [78], 1-15% (Fe, Mn, Ni) [79,80], а также Zr, Ti, V и др. В качестве компонентов, упрочняющих сплав при термической обработке, обычно применяют Cu или Mg. Сплавы получают путем распыления расплава на порошок струей воздуха или воды.

Во время выполнения диссертационной работы были проведены патентные исследования для оценки отечественного и мирового уровня разработки прецизионных материалов для точных приборов и технологий, используемых для их производства.

Объектами исследования являлись быстрозакристаллизованные композиционные материалы с алюминиевой матрицей, имеющие $\text{TKLP} \leq (10-12) \cdot 10^{-6} \text{ 1/град}$, плотность $\gamma \leq 2700 \text{ кг/м}^3$, модуль нормальной упругости $E \geq 100 \text{ ГПа}$, а также технологические процессы изготовления КМ с алюминиевой матрицей, имеющие пониженный ТКЛР. Глубина проведенного патентного поиска составляла последние 25 лет.

Поиск производился по ведущим странам: Россия, США, Япония, Германия, Франция, европейским и мировым патентам.

Ниже приведено краткое систематизированное описание патентов и заявок по их существенным признакам.

1. Патент Японии №2703840, C22C, 21/02, «ТоYo Aluminum К.К.». 20.01.1988. «Высокопрочный заэвтектический порошковый сплав Al-Si». Сплав содержит 12-50%Si, 0,01-0,05%P, 0,03% Ca. Сплав обладает высокой способностью к механической обработке. Высокие механические свойства обеспечиваются благодаря уменьшению размеров первичных кристаллов кремния. [81].

2. Патент Японии №3184367, C22C 1/04, «Sumitomo Light Metalling LTD». «Способ получения высоковязкого сплава системы Al-Si». Сплав содержащий 10-30%Si, 0,005-0,05%Ti и В, 3% Mg, в сумме 1-10% одного или нескольких элементов из группы Fe, Mn, Ni; 0,2-2,0%Zr. Сплав плавят и подвергают быстрому затвердеванию распылением в аргоне или азоте или другом инертном газе. После компактирования и экструзии металл обрабатывают на твердый раствор, закаливают в воде и подвергают искусственному старению [82].

3. Патент 2149201 C22C21/02, C22C1/04, Россия, “Государственное унитарное предприятие "Научно- производственный центр автоматике и приборостроения им. Н.А. Пилюгина", Коваленко А.Я., Колпачев А.А., Головчанский Б.В., Андрианов К.А., Ведерникова М.И., 20.05.2000 г. «Порошковый композиционный материал. Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к созданию легких материалов с низким коэффициентом линейного расширения, и может быть использовано в качестве конструкционного материала при создании командных приборов систем управления летательных аппаратов. В материал, состоящий из сплава на основе алюминия, содержащего кремний и никель, введен тугоплавкий компонент кремний, не растворимый в алюминии, при соотношении сплава и кремния, масс. %: сплав 78 - 82; кремний 18 - 22; и следующим соотношением компонентов сплава, масс. %: кремний 15 - 30; никель 4 - 7; алюминий остальное. Материал является нетоксичным, обладает высокой размерной стабильностью, малым удельным весом, хорошей

механической обрабатываемостью, необходимой вакуумплотностью и низким ТКЛР [83].

4. Патент Японии №3283550, B22F, 1/00, C22C, 21/02, C22C 1/04, «Sumitomo Electric Ind. Co. LTD». 20.05.2002. «Порошок заэвтектического сплава Al-Si, содержащего (в %) 12-50Si и 0,0055-0,1P со сверхмелким зерном первичного Si». Используют расплав заэвтектического сплава Al-Si. Расплав распыляют струей воздуха или инертного газа. Полученный порошок имеет однородный размер зерна первичного кремния – менее 10 мкм [84].

5. Патент WO №2007024158, 8C22C21/02 “Государственное унитарное предприятие "Научно-производственный центр автоматизации и приборостроения им. Н.А. Пилюгина» 01.03.2007 «Порошковая композиционная смесь на основе алюминия и способ ее получения». Изобретение относится к порошковой металлургии и может быть использовано в качестве конструкционного материала в изделиях точного машиностроения, в том числе при создании командных приборов систем управления летательных аппаратов с высокими эксплуатационными характеристиками. Порошковая композиционная смесь содержит компоненты при следующем соотношении, мас. %: кремний - 41-43; никель 4,1-5,2; фосфор 0,05-0,1; нитрид алюминия - 0,01-0,05; алюминий - остальное. Способ получения порошковой композиционной смеси включает изготовление расплава, содержащего алюминий, кремний, никель распыление, добавление порошкообразного кремния, при этом при получении расплава в него вводят дополнительно фосфор, и распыление расплава ведут азотом при температуре и давлении, обеспечивающих образование нитрида алюминия. Изобретение позволяет, получить материал с однородной тонкодисперсной структурой, с технологической пластичностью, обеспечивающей удовлетворительную деформационную обработку материала, с коэффициентом линейного расширения, вакуумплотностью и размерной стабильностью на уровне бериллия, что в целом способствует значительному повышению эксплуатационной

надежности изделий в течение длительного срока службы. Материал, в отличие от бериллия, экологически чистый [85].

6. Патент РФ №2533512, С22С21/02, С22С1/04, В22F3/15, Россия, «Государственное унитарное предприятие "Научно- производственный центр автоматики и приборостроения им. Н.А. Пилюгина", Ведерникова Марина Ильинична (RU), Межирицкий Ефим Леонидович (RU), Мышляев Игорь Владимирович (RU), Светикова Александра Юрьевна (RU), Юферев Виктор Дмитриевич (RU), 20.11.2014 г. «Порошковый композиционный материал АКП-1ПК и способ его получения». Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к созданию легких материалов с низким коэффициентом линейного расширения, и может быть использовано в качестве конструкционного материала при создании командных приборов систем управления летательных аппаратов с высокими эксплуатационными характеристиками. Порошковый композиционный материал содержит, масс. %: кремний 41-45, никель 3,9-5,6, железо 0,48, оксид алюминия 2,8, алюминий остальное. Способ получения материала включает размол порошка кремния до необходимой дисперсности, магнитную сепарацию порошка кремния, смешивание порошка кремния с порошком алюминиевого сплава САС1-50, засыпку полученной смеси в капсулу, вакуумную дегазацию и газостатическое прессование капсул с засыпанной смесью порошков и механическое снятие алюминиевой оболочки. При реализации изобретения получают нетоксичный материал, обладающий высокой размерной стабильностью, малым удельным весом, хорошей механической обрабатываемостью, низким коэффициентом линейного расширения, хорошей вакуум-плотностью и низкой магнитной восприимчивостью [86].

ГЛАВА 2. МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ, СПОСОБЫ ИХ ПОЛУЧЕНИЯ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА

2.1 Материал и изготовление полуфабрикатов

Сплавы для исследования получали методами гранульной металлургии. Получение быстрозакристаллизованного порошка САС-1 осуществлялось двумя методами: газовым распылением и центробежным разбрызгиванием расплава.

Первый метод осуществлялся на установке для газового распыления (рис. 2.1), обеспечивающий скорость охлаждения металла до 10^5 °С/с, что позволяло получить порошки фракции менее 50 мкм.

Литье гранул методом центробежного разбрызгивания в нейтральной среде (азот) осуществлялось на установке ЦРГИ разработки ОАО «Композит» (рис. 2.2). Технология обеспечивает кристаллизацию гранул фракции ≤ 315 мкм со скоростью 10^4 °С/с.

Механическое легирование матричного сплава размолотым кремнием марки Кр00 (ТУ 48-107-42-80), с последующим выделением после размола порошка кремния фракции менее 2 мкм, осуществлялось в атриторе марки К29 (рис. 2.3), изготовленном ООО «НПФ «Модус», г. Чебоксары.



а



б



в



г

Рис. 2.1 Установка для получения быстрозакристаллизованного порошка САС-1-50 методом газового распыления:
а – распылительная камера; б – уловитель порошка
в – циклон и фильтры; г – разгрузочные боксы



Рис. 2.2 Установка для получения гранул
центробежным разбрызгиванием расплава



Рис. 2.3 Attrитор марки K29

Технология изготовления полуфабрикатов включала следующие технологические операции: литье порошков (гранул), механическое легирование (только для материала Компал-310), дегазацию порошков и гранул, компактирование, прессование и штамповка (только для материала САС-1).

Дегазацию порошков и гранул осуществляли в вакуумном прессе, либо в барабанах с засыпкой в тонком слое (раздельный цикл дегазации и компактирования) либо непосредственно в контейнере (совмещенный цикл).

Компактирование заготовок (брикетов) диаметром до 100 мм осуществлялось на вакуумном прессе усилием 500 кН (рис. 2.4).

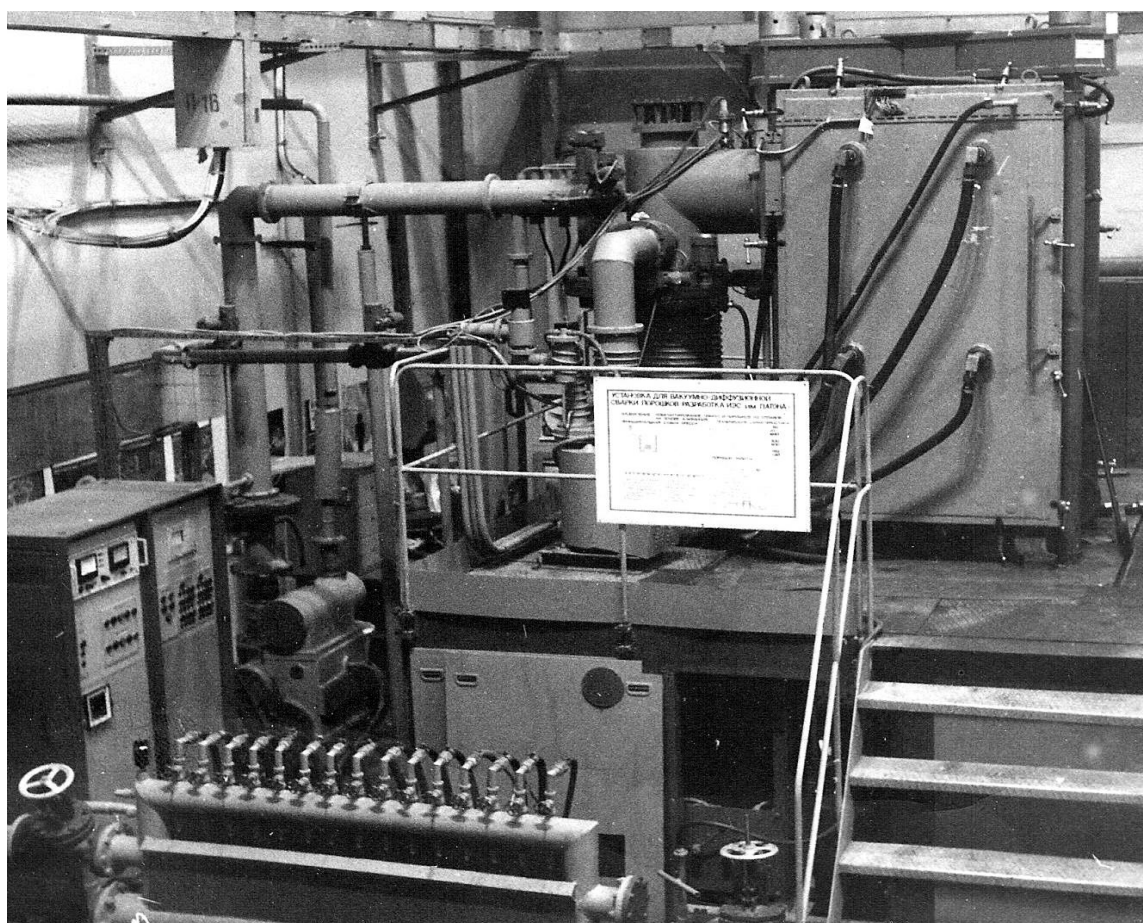


Рис. 2.4 Вакуумный пресс усилием 500 кН

Прессование прутков осуществляли на трубопрутковом прессе П8439 усилием 8 МН, изготовление штамповок осуществлялось на прессе для изотермической штамповки П1939 усилием 700тс.

2.2 Методика определение газовых примесей

2.2.1 Исследования содержания кислорода

Для проведения анализов был использован метод импульсного нагрева (плавления) в потоке инертного газа (азота) на приборе фирмы ЛЕКО РО-116.

В потоке инертного газа (азота) идет реакция окиси алюминия с материалом тигля (графит), кислород переходит в СО и направляется в инфракрасный детектор, где происходит ее автоматический перерасчет по кислороду.

Навеска составляла $\approx 0,2$ г.

Данный прибор аттестован и поверен и применяется в основном для анализа кислорода в тугоплавких металлах и сплавах.

Режимы, применяемые в методе импульсного нагрева для тугоплавких сплавов, являются экстремальными для алюминиевых сплавов, поэтому режимы дегазации и анализа были уменьшены на 25 %.

В качестве ванны разбавления была применена электролитическая медь.

Для получения низкой холостой поправки отработана методика двойной дегазации ванны разбавления перед анализом.

2.2.2 Исследования содержания водорода

Для анализа водорода применяли метод плавления в потоке инертного газа (азот нулевой) в соответствии с ГОСТ Р 50965-96 на приборе RH-402 фирмы Лeko (прибор аттестован и проверен).

Данный ГОСТ используется для определения содержания (массовой доли) водорода в компактных алюминиевых сплавах.

В приборе RH-402 не предусмотрено непосредственное помещение порошкообразного материала в загрузочное устройство. Для реализации возможностей проведения анализа порошковых материалов были использованы никелевые капсулы $\varnothing 6$, h10 мм, в которые предварительно засыпали порошок.

Верхнюю часть капсулы зажимали во избежание высыпания порошка при помещении пробы (капсулы) в загрузочное устройство прибора.

Анализ состоял из нескольких этапов:

- высокотемпературный отжиг тигля,
- автоматический сброс капсулы в тигель и нагрев на режиме «поверхностного» водорода,
- анализ в режиме плавления,
- повторный анализ в режиме плавления (ПКО).

2.3 Методы определения физических и механических свойств

Плотность измеряли методом гидростатического взвешивания. При измерении плотности образцов, опытных заготовок и полуфабрикатов для взвешивания объектов массой от 0,1 до 2 кг использовались весы MWP-300H (точность взвешивания 0,05 г), массой от 2 до 5 кг - CAS ED-6H (точность взвешивания 0,2 г).

Определение твердости HB 10/1000 проводилось на твердомере M5C G3 на каждой заготовке. Вид твердомера представлен на рисунке 2.5.



Рис. 2.5 – Внешний вид твердомера M5C G3

Механические свойства при статических испытаниях на растяжение определяли по ГОСТ 1497, на образцах, соответствующих данному ГОСТ с диаметром и длиной рабочей части 6 и 28 мм соответственно устанавливаемых в специально сконструированных захватах (рисунок 2.6).

Испытания проводили на машине «*Schenck-Trebel*» *RMC-100* с механическим приводом подвижной траверсы. Деформацию измеряли наиболее точным из имеющихся в нашем распоряжении тензометрическим датчиком *Schenck DSA25/10* с базой 25 мм. Перед испытаниями образцовым динамометром поверяли усилитель канала нагрузки и на высокоточном калибраторе фирмы «*Instron*» калибровали

датчик, обращая внимание на диапазон малых нагрузок (до 5 кН) и деформаций (до 1-10 мкм).

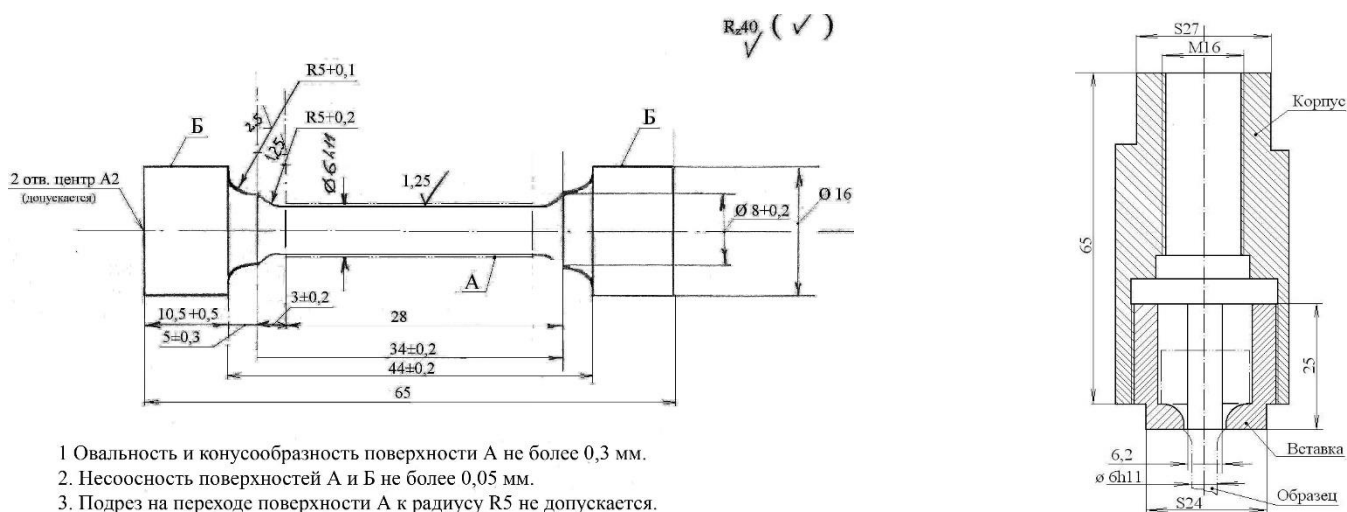


Рис. 2.6 Образец и захваты для крепления образца в испытательной машине

Чтобы исключить влияние температуры в помещении лаборатории, образцы при испытаниях помещали в термостат со стабилизированной температурой ($30 \pm 0,1$) °С, расположенный в рабочем пространстве испытательной машины (рисунок 2.7). Время стабилизации температуры 30 °С на первом испытываемом образце составляло не менее 1 часа, последующих (после стабилизации температуры оснастки) – 15-20 мин. Контроль необходимого времени нагрева производится по стабилизации исходных показаний тензометрического датчика.



Рис. 2.7 Испытательная машина «Schenck-Trebel» RMC-100 с термостатом «VEB TIR Fritz Heckert».

2.4 Измерение ТКЛР

ТКЛР определялся в диапазоне температур от 20 до 150 °С с интервалом 50 °С по образцовым мерам 2-го разряда в соответствии с ГОСТ 8.018 с погрешностью не более 5% на горизонтальном электронном дилатометре с цифровой обработкой данных типа DIL 402PC «Netzsch» (рис. 2.8) на образцах диаметром 4 мм длиной 15-50 мм.

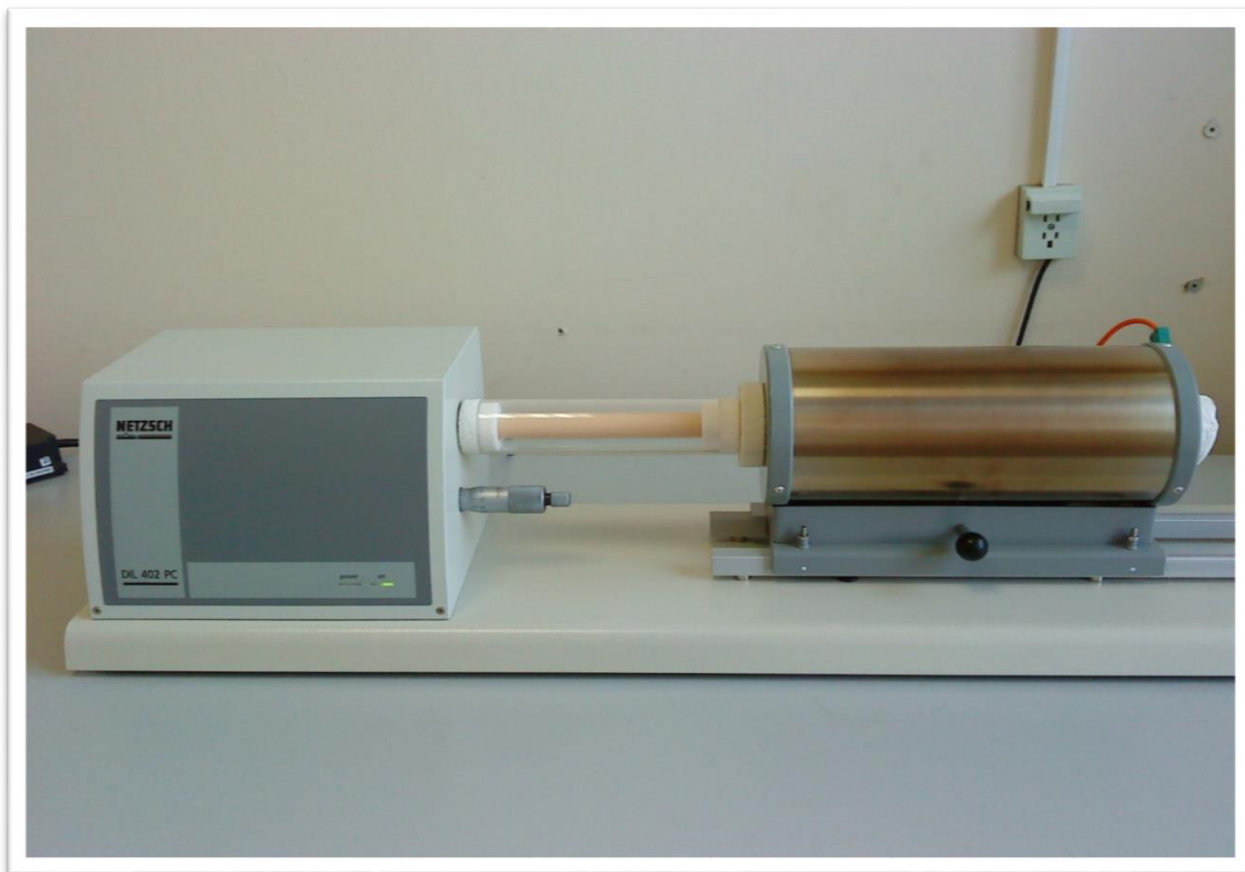


Рисунок 2.8 – Внешний вид дилатометра DIL 402PC «Netzsch»

2.5 Металлографический анализ

Приготовление объектов для макро- и микроструктурного анализа выполнялся на линии металлографической пробоподготовки *Struers*.

Макроструктурный анализ выполнялся на поперечных шлифах с использованием лупы четырехкратного увеличения и/или бинокулярного оптического микроскопа типа МБС-9, а также стереомикроскопа Olympus SZ-61 при увеличении от 6,4 до 45 раз. Просмотр шлифов производится при увеличении (100-1500).

Изучение структуры и морфологии порошков и порошковых композиций в широком диапазоне увеличений (до 10000) выполнены с использованием: сканирующего микроскопа Supra V50, имеющего приставку для рентгеновского микроанализа, просвечивающего электронного микроскопа JEM-100CX, автоматизированного рентгеновского дифрактометра Siemens D500. Имеющееся

программное обеспечение позволяло проводить адекватную обработку полученных результатов. Для проведения микроанализа с разной глубины образца прибор позволял выполнять микроанализ при разном ускоряющем напряжении.

Для изучения образцов методом рентгенографии использовался автоматический дифрактометр с относительно мягким излучением (например, Co), а так же с использованием специальных подложек, не дающих собственных отражений (ориентированных специальным образом монокристаллов кремния) и имеющих специальную выемку для порошковых образцов. Поскольку анализируются порошковые композиции, держатель микроскопа должен быть расположенным горизонтально.

Проведение анализа методами просвечивающей электронной микроскопии сочетал получение изображений с получением микродифракционных картин с их последующим расчетом для определения фазового состава. Данный микроскоп использовался для предварительного изучения и отбора образцов надлежащего качества для высокоразрешающей электронной микроскопии.

ГЛАВА 3. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ПРЕССОВАННЫХ ПРУТКОВ ИЗ БЫСТРОЗАКРИСТАЛЛИЗОВАННОГО СПЛАВА САС-1 И ИЗУЧЕНИЕ ИХ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ

Быстрозакристаллизованный порошковый алюминиевый сплав САС-1, разработанный в 80-е годы на основе системы Al-Si [87] благодаря особым физическим свойствам и стабильности структуры – является одним из основных конструкционных материалов прецизионных приборов ракетно-космической техники. Его производство базируется только на основе передовых технологий порошковой металлургии быстрой кристаллизации с получением порошка или гранул и изготовления компактных заготовок и полуфабрикатов. Однако приватизация металлургической промышленности в 90-х годах привела к распаду производства САС-1 из-за ограниченного спроса в то время.

В последние годы элементная база систем наведения, космической ориентации и навигации изделий ракетно-космической техники требует применения материалов с низким ТКЛР и высокой размерной стабильностью, в том числе, возникла острая потребность в сплавах типа САС-1. Однако, Каменск-Уральский Металлургический Завод (КУМЗ) – основной производитель такой продукции в РФ, ориентирован на производство многотоннажной продукции и выпускает только массивные заготовки и прутки больших диаметров (более 50 мм). Поэтому потребность в сплавах типа САС-1 для систем навигации ракетно-космической техники вызвала необходимость воссоздания производства этого сплава. В настоящее время оно реализовано на ОАО «Композит», где получают компактированные в вакуумном прессе заготовки из порошка, полученного методами газового распыления или центробежного разбрызгивания.

Настоящая работа выполнена на производственной базе предприятия ОАО «Композит» применительно к малотоннажному производству с компактированием заготовок диаметром до 100 мм и прессованием прутков диаметром до 50 мм.

Быстрозакристаллизованный порошковый алюминиевый сплав САС-1 имеет следующий химический состав: 25-30% Si, 5-7% Ni, Al-основа. По структуре это

заэвтектический силумин, он содержит эвтектики и очень хрупкие первичные кристаллы кремния. Это предопределяет низкую пластичность и ограниченную возможность получения деформированных полуфабрикатов при его обработке давлением [29].

Вместе с тем, этот сплав обладает рядом уникальных физических и механических свойств: плотностью на уровне чистого алюминия, малым ТКЛР, модулем упругости более высоким, чем у высокопрочных и жаропрочных сплавов на основе алюминия, высокой релаксационной стойкостью, что определяет его возможность применения в космическом приборостроении. Многие детали этих приборов изготавливаются методом обработки давлением. Поэтому разработка технологических процессов получения прессованных полуфабрикатов из этого труднодеформируемого сплава является актуальной задачей.

Поскольку в данной работе при производстве компактных брикетов из заэвтектических силуминов используется вакуумирование порошков и гранул на вакуумном прессе, исследованию поведения сплавов при такой обработке уделяется большое внимание. В альтернативных технологиях получения заготовок вакуумирование на прессе не производится. Следует отметить, что исследования по определению газовых примесей в порошках и гранулах алюминиевых сплавов системы Al-Si и изучение кинетики удаления их из металла при вакуумной обработке проводится впервые.

Изучению этих вопросов посвящена глава 3.

3.1 Способы получения порошков (гранул) и исследование их структуры

3.1.1 Порошки, получаемые газовым распылением расплава

Частицы порошка САС-1-50, полученного газовым распылением, имеют сферическую форму с широким диапазоном размеров: от 0,1 до 50 мкм. Более крупные частицы равномерно распределяются с более мелкими (рис. 3.1). При большем увеличении на поверхности крупных частиц виден характерный рельеф (рис. 3.1, б, в), который является следствием дендритной ликвации и усадочных явлений.

Согласно литературным данным [1, 29], в сплавах тройные соединения не образуются, в твердом состоянии присутствуют три фазы: α_{Al} , Al_3Ni и Si. Нонвариантное эвтектическое превращение $L \rightarrow \alpha_{Al} + Al_3Ni + Si$ протекает при $557^\circ C$, т.е. на $20^\circ C$ ниже эвтектического превращения в двойной системе Al-Si. В присутствии никеля растворимость кремния в алюминии несколько снижается по сравнению с двойной системой Al-Si [1].

Поскольку порошки и гранулы сплава SAC-1 получены при высоких скоростях кристаллизации (10^3 - 10^4 °/C), то структура их может существенно отличаться от равновесной, которая контролируется диаграммой состояния Al-Si-Ni. Поэтому определение фазового состава и структуры, идентификация фаз, оценка элементного состава фаз и структурных составляющих порошков и гранул требует специальных исследований.

На рис. 3.2 показана микроструктура порошка сплава SAC-1-50, полученная с помощью оптического микроскопа. Она заэвтектического типа: представляет собой первичные кристаллы кремния и двойную ($\alpha_{Al} + Si$) и тройную ($\alpha_{Al} + Al_3Ni + Si$) эвтектики. Первичные кристаллы кремния имеют вид равноосных многогранников с различным числом граней. Размеры первичных кристаллов кремния составляет 0,1-1,5 мкм. Первичные кристаллы окружает тонко дифференцированная двойная ($\alpha_{Al} + Si$) и тройная ($\alpha_{Al} + Al_3Ni + Si$) эвтектики, строение которых не выявляется при увеличениях оптического микроскопа.

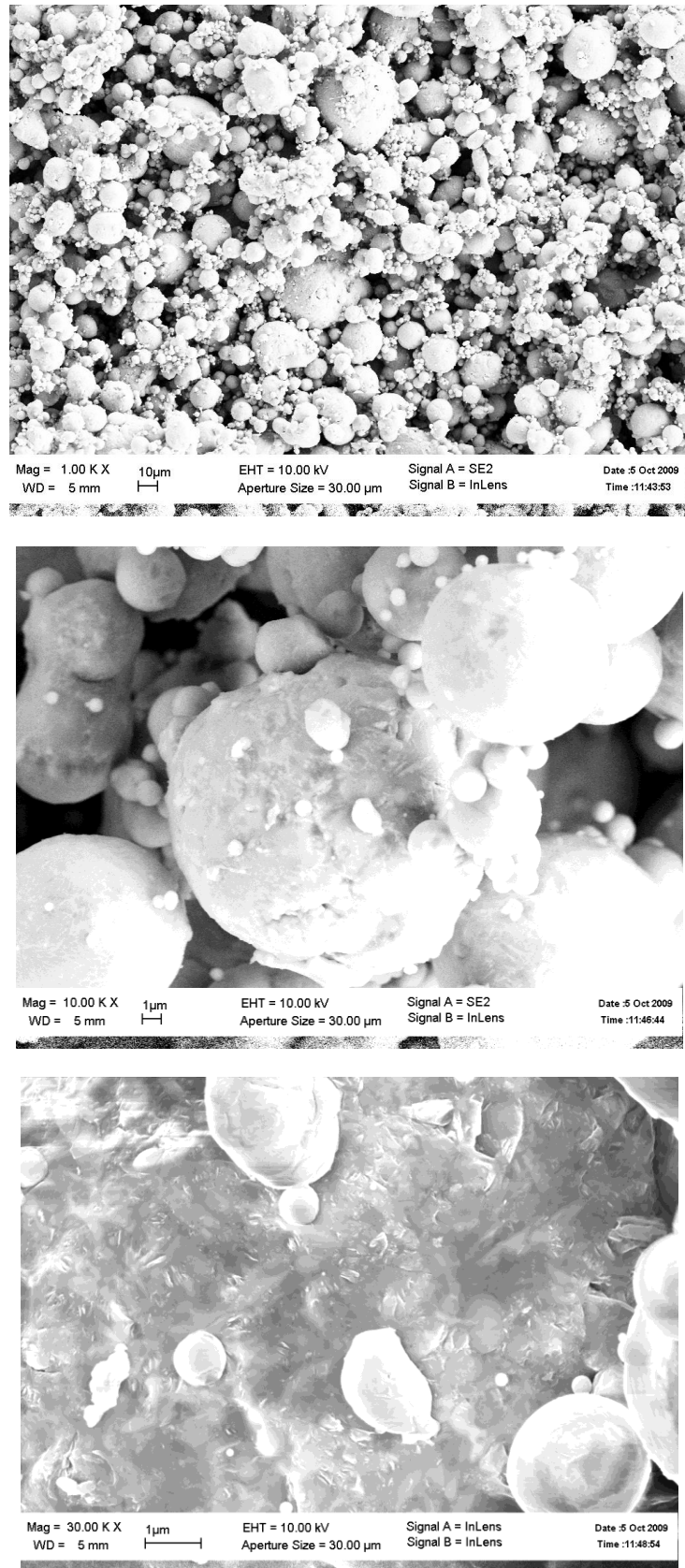


Рис. 3.1 Микроструктура частиц порошка SAC 1-50, полученные с помощью сканирующего микроскопа при различных увеличениях

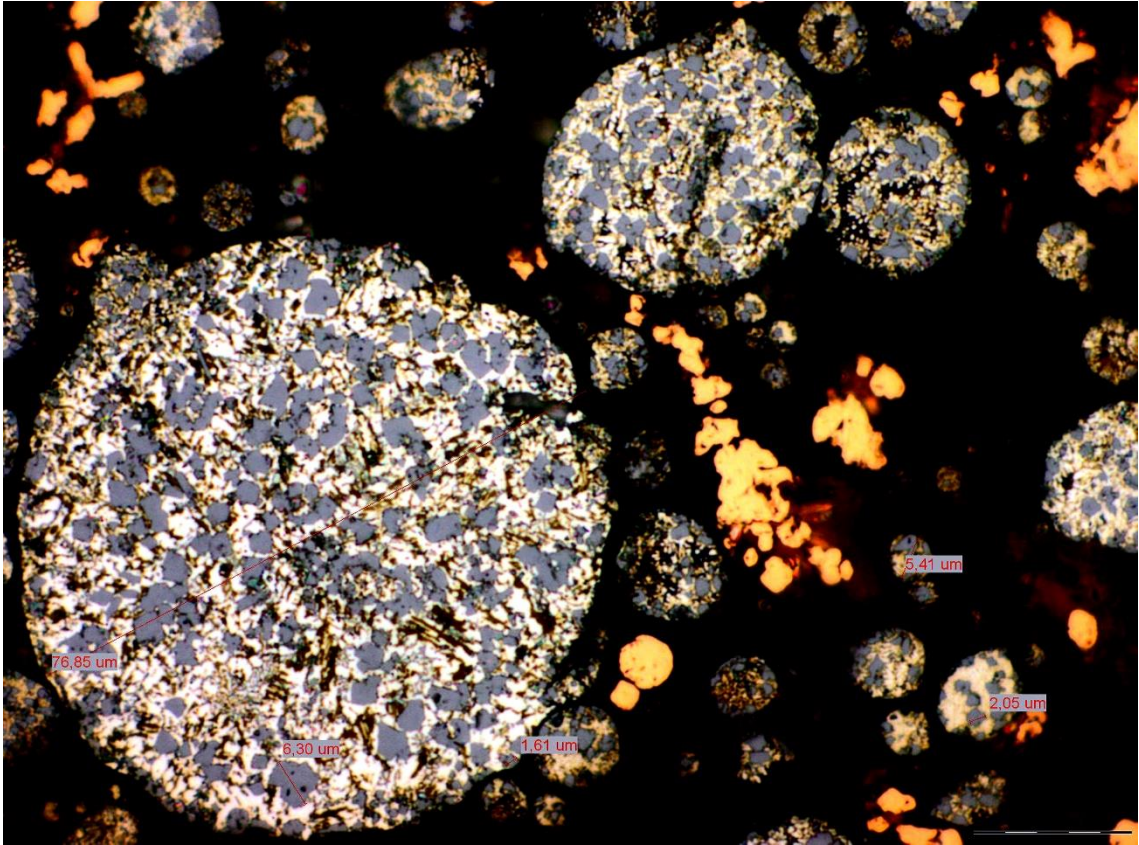
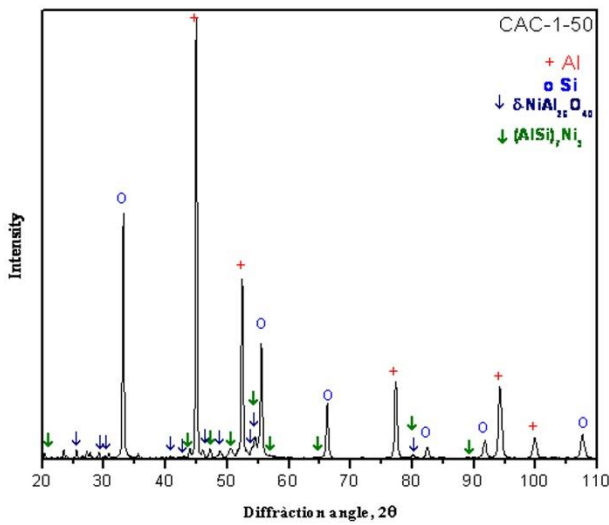
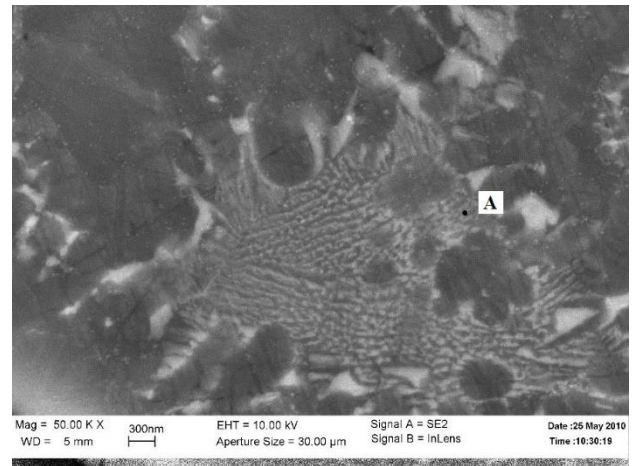
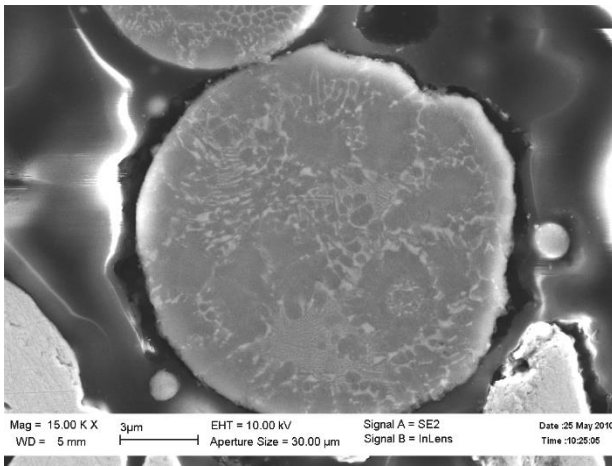


Рис. 3.2 Микроструктура частиц порошка САС 1-50

Многофазное строение эвтектических колоний в структуре порошка САС-1-50 хорошо различимо при больших увеличениях, полученных в растровом сканирующем микроскопе (рис. 3.3-3.5).

Сопоставляя данные о составе сплава САС-1-50, микроструктуре и распределении элементов в различных фазах можно заключить, что в структуре имеется большое количество достаточно крупных частиц гранной и дендритной формы кристаллов первичного кремния, разделенных двойной ($\alpha_{Al} + Si$) и тройной ($\alpha_{Al} + Al_3Ni + Si$) эвтектикой.



Элемент	%, масс	%, ат
Al	58.17	69.31
Si	21.41	24.50
Ni	6.91	3.78
O	1.20	2.41
Всего	87,69	100,0

Рис. 3.3 Микроструктура порошка САС-1-50, полученная с помощью сканирующего микроскопа при различных увеличениях, и элементный состав в эвтектической области структуры «А»

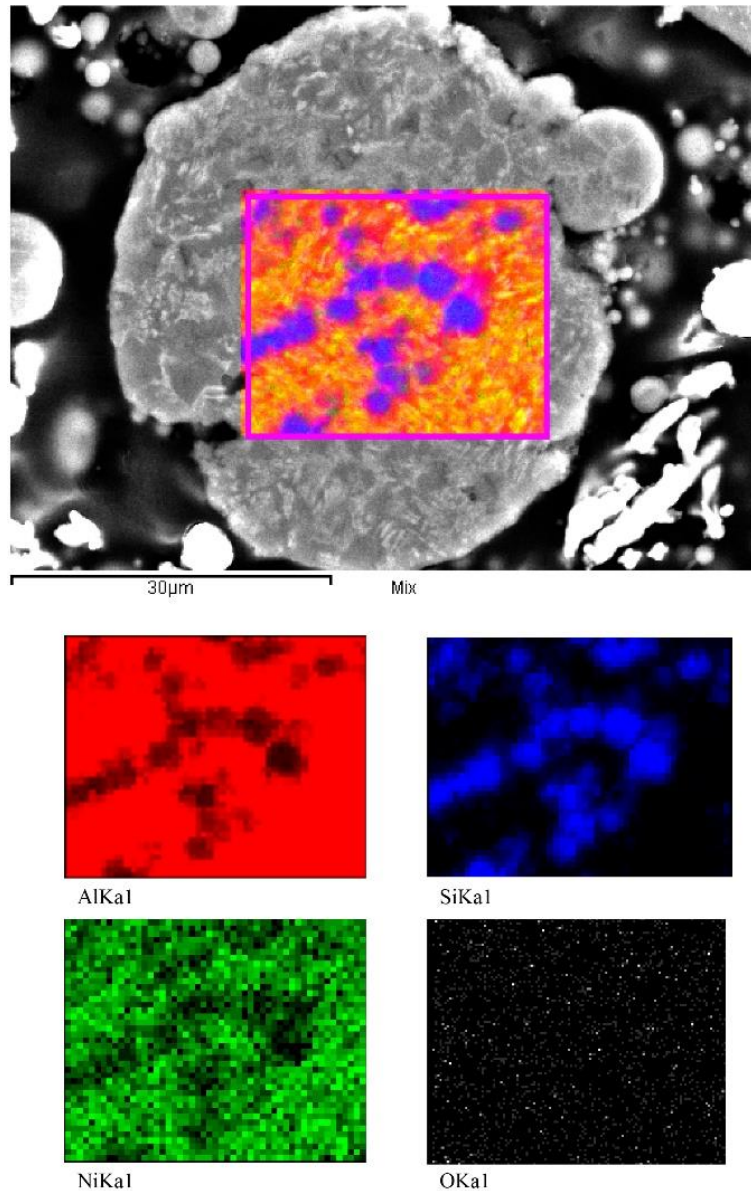


Рис. 3.4 Микроструктура сечения частицы SAC-1-50 во вторичных электронах и характеристических излучениях соответствующих элементов (Al, Si, Ni, O).

Особенно четко дифференцируется многофазное строение эвтектик и форма первичных кристаллов кремния вблизи закрытых усадочных раковин внутри частицы (рис. 3.6). По рентгеновским спектрам вторичных электронов и элементному составу в различных точках выделенных участков структуры (рис. 3.3-3.5, 3.7) удалось идентифицировать наличие фаз α_{Al} , Al_3Ni и Si в порошках.

Наличие кислорода в характеристических излучениях, по-видимому, связано с существованием оксидной пленки на поверхности частиц алюминия.

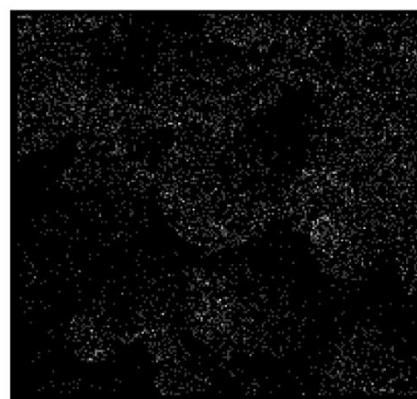
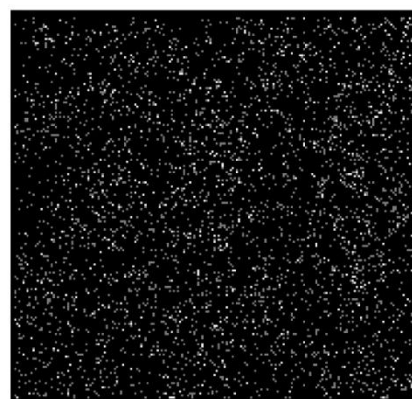
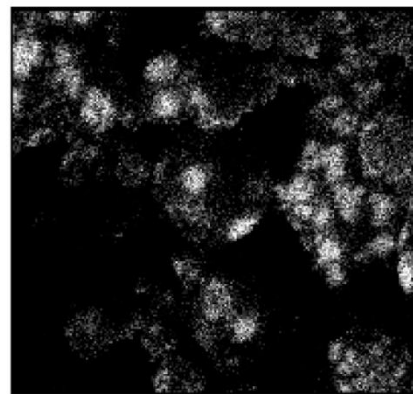
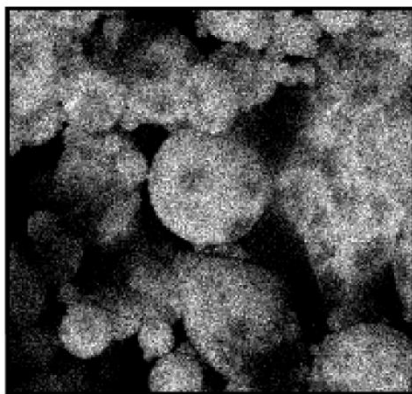
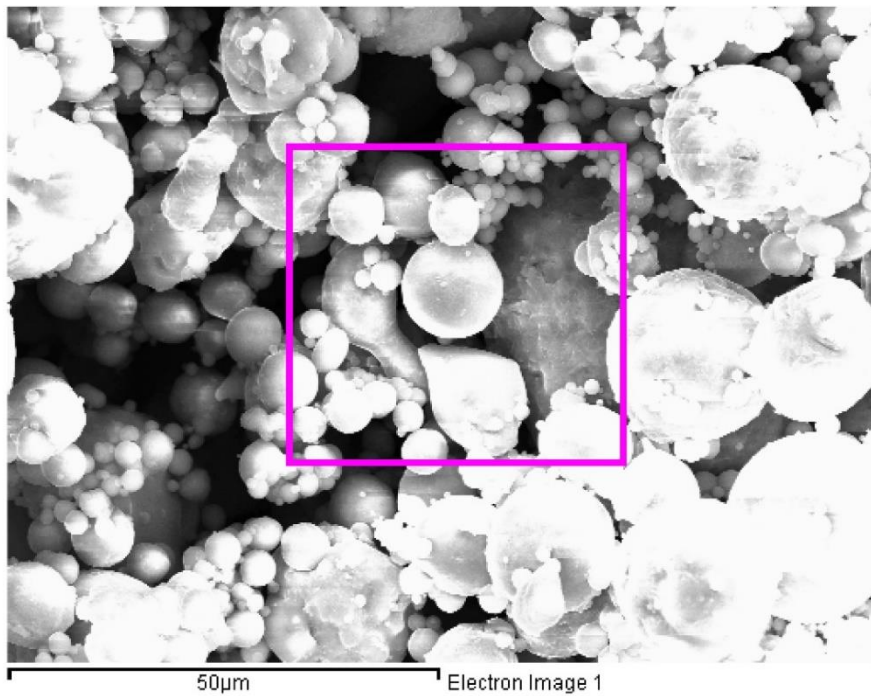


Рис. 3.5 Изображение частиц SAC-1-50 во вторичных электронах и характеристических излучениях соответствующих элементов (Al, Si, Ni, O)

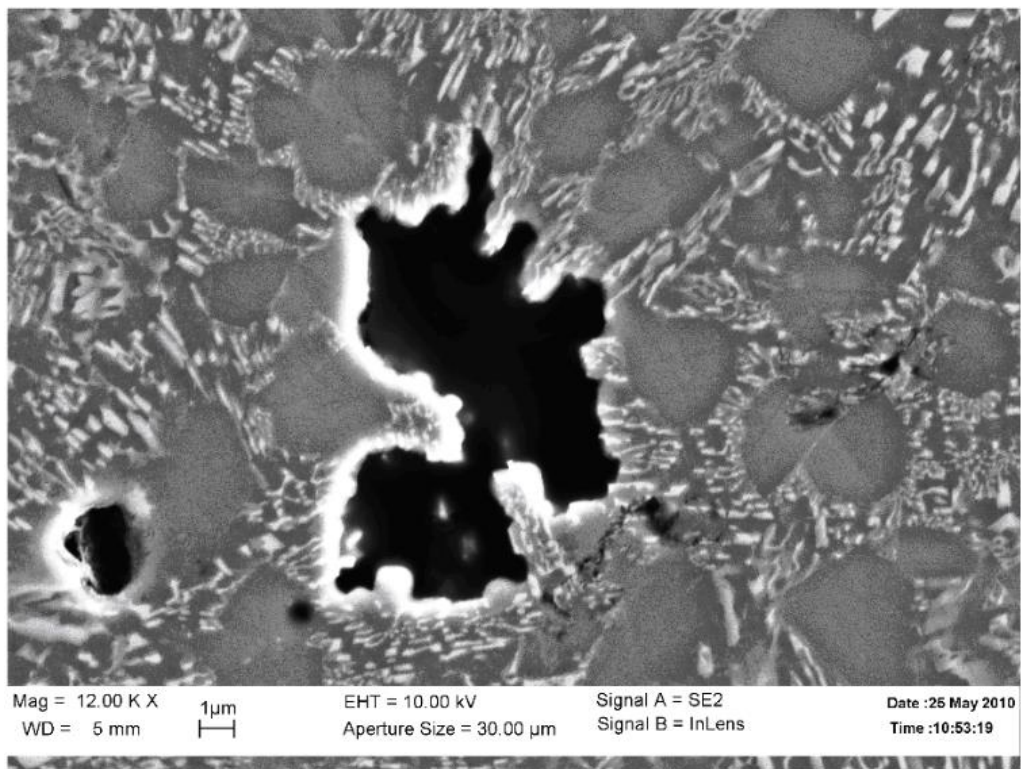
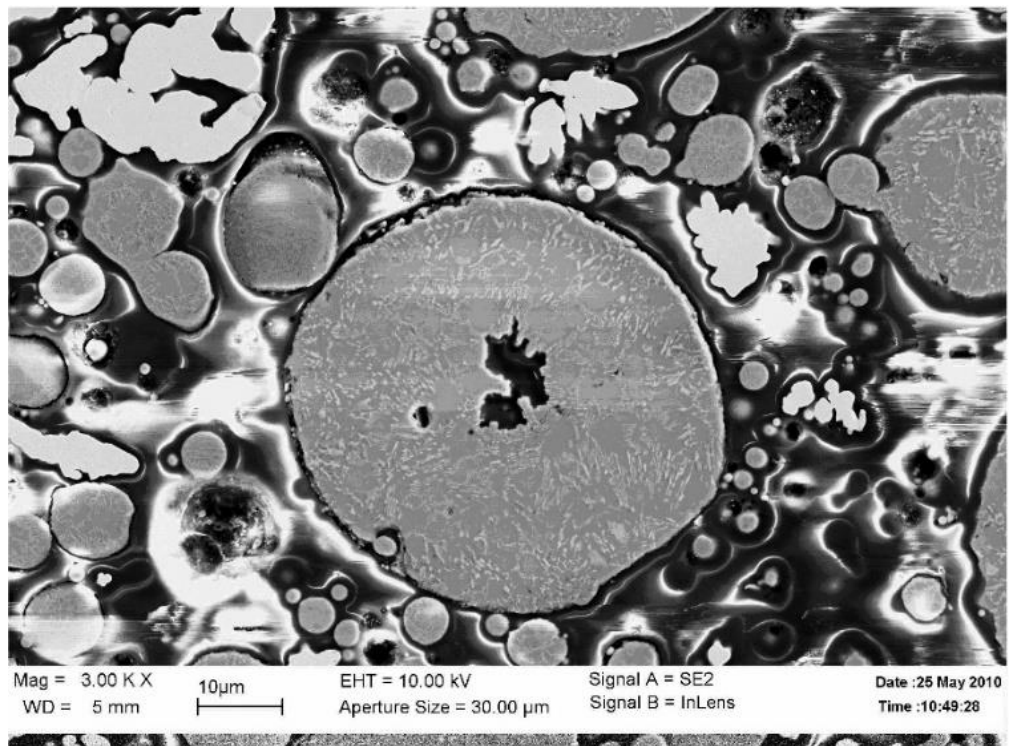


Рис. 3.6 Микроструктура порошка SAC-1-50 вблизи усадочной раковины

Фазовый состав порошков сплава SAC-1-50 был подтвержден также электронографическим и рентгеноструктурным исследованием порошков.

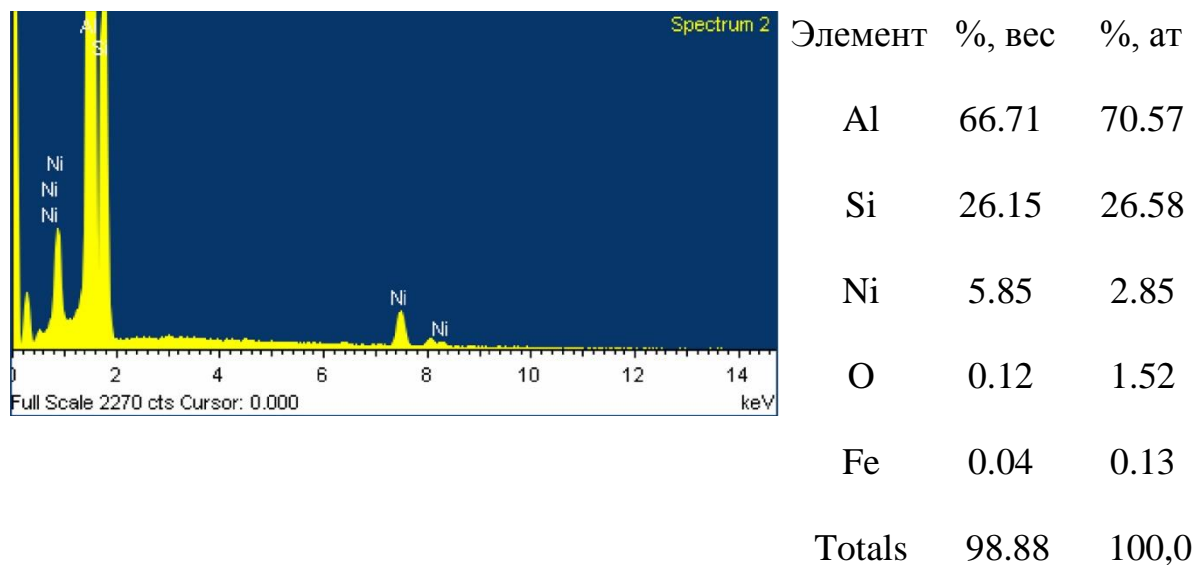


Рис. 3.7 Характерные рентгеновские спектры и элементный состав в поперечном сечении частиц порошка САС 1- 50

3.1.2. Порошки, полученные центробежным разбрызгиванием расплава

Порошки (гранулы) САС-1-400, полученные центробежным разбрызгиванием, имеют такой же химический состав, как и порошки, полученные газовым распылением расплава. Они состоят в основном из частиц веретенообразной, реже – каплевидной формы (рис. 3.8). Диаметр частиц (поперечный) варьируется в пределах от 50 до 320 мкм, а длина – от 0,3 до 5 мм. Встречаются также частицы в виде пластин вследствие соударения жидкого металла со стенками кристаллизатора.

Многочисленные ямки на поверхности гранул представляют собой границы или стыки зерен, формирующихся от центров кристаллизации, которыми, как и при кристаллизации порошков в случае газового распыления, являются кристаллы первичного кремния. Более глубокие ямки со следами затвердевания и оксидных пленок характерны для стыков зерен.

Состав и распределение элементов на поверхности гранул (рис. 3.9) подтверждают данные растровой электронной микроскопии, которая обладает достаточно высокой проникающей способностью и может определить даже наличие первичных кристаллов кремния (рис. 3.9 б).

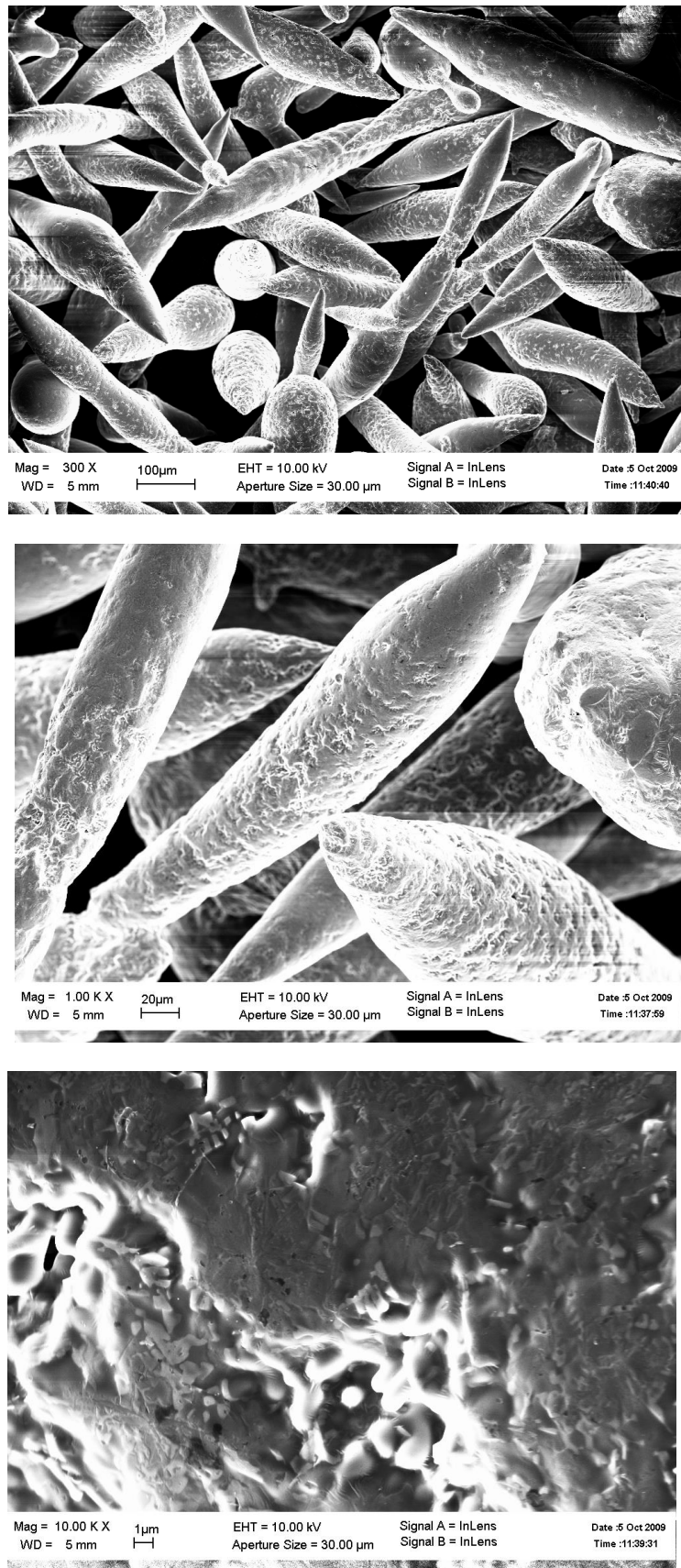


Рис. 3.8 Изображение частиц порошка SAC 1-400, полученные с помощью сканирующего микроскопа.

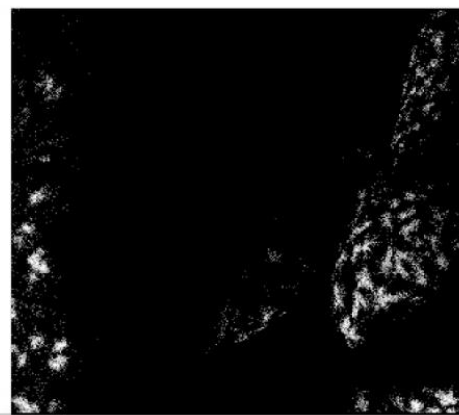
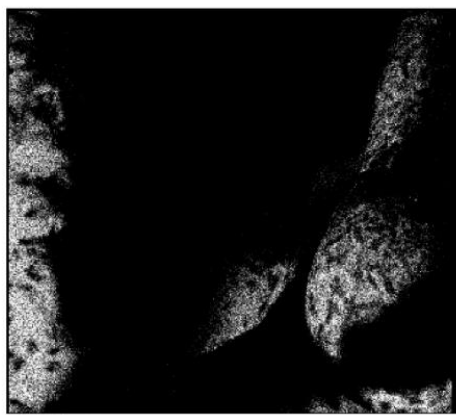
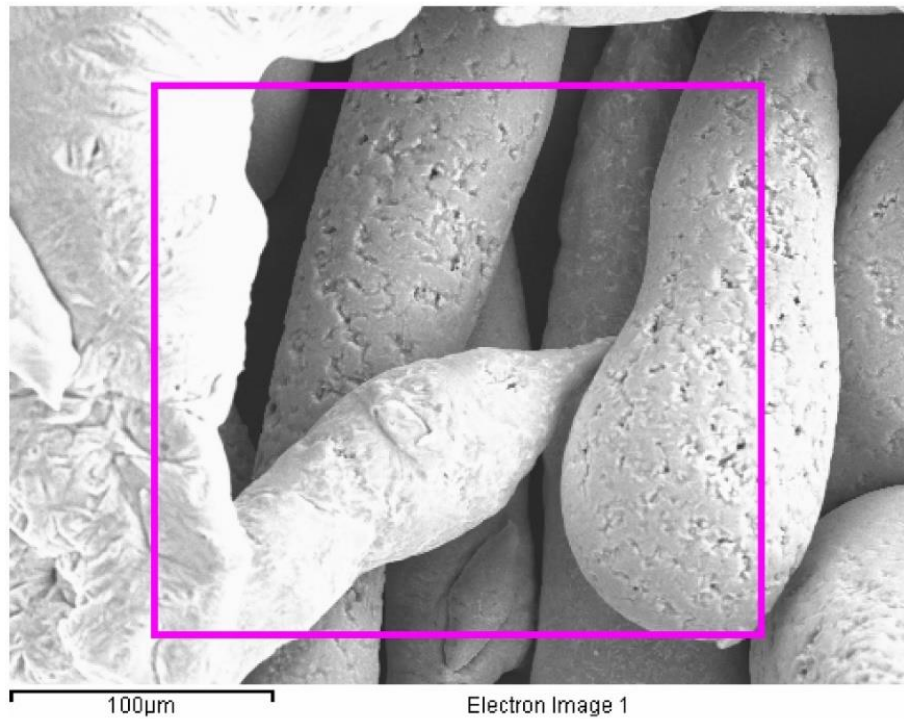


Рис. 3.9 Изображение гранул SAC-1-400 во вторичных электронах и в характеристических излучениях соответствующих элементов (Al, Si, Ni - выделенная область).

Рентгеновские спектры на поверхности гранул САС-1-400 идентичны наблюдаемым на порошке САС-1-50. В соответствии с данными анализа здесь так же присутствуют Al, Si и Ni.

Электроннограммы, полученные с помощью электронного микроскопа на просвет подтверждают наличие алюминиевого α_{Al} -твердого раствора и кристаллов кремния (рис. 3.10).

Представление о морфологии фаз и размерах структурных составляющих дополняет микроанализ (рис. 3.11).

Структура гранул - заэвтектического типа с аномальной эвтектикой, более грубая, чем у порошка САС-1-50. Размер зерен колеблется от около 50 нм до 300 мкм.

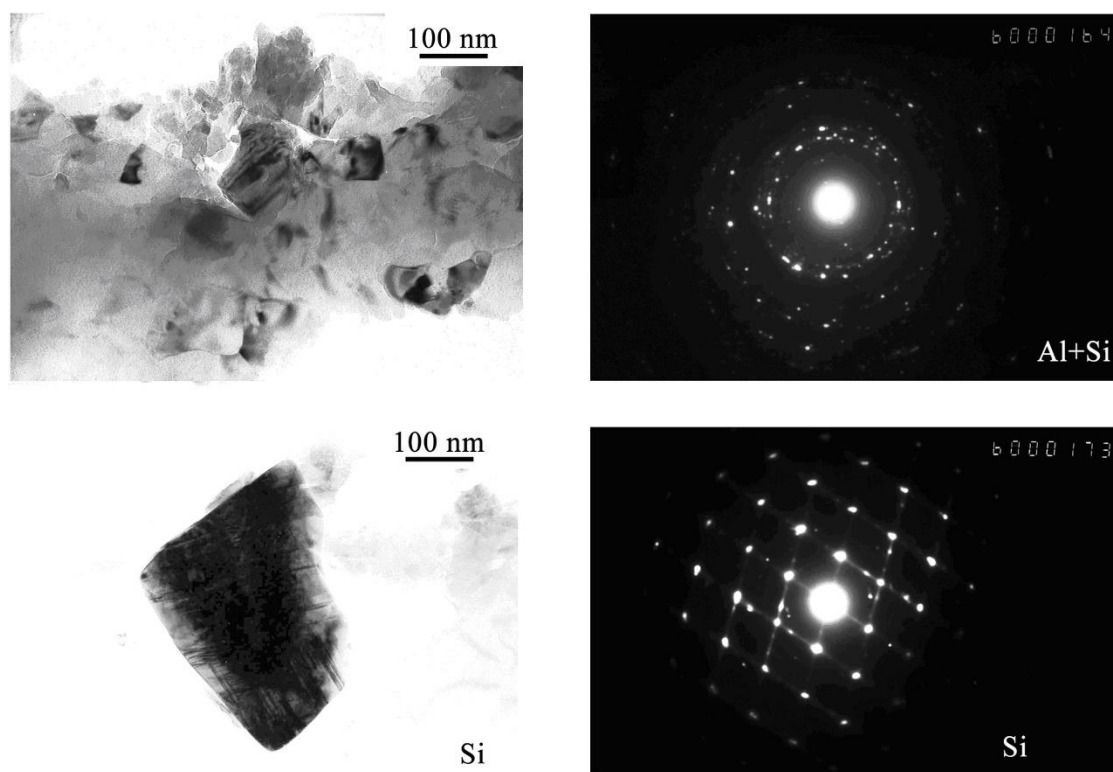


Рис. 3.10 Изображения частиц порошка САС 1-400, полученные с помощью просвечивающего электронного микроскопа и соответствующие электронограммы

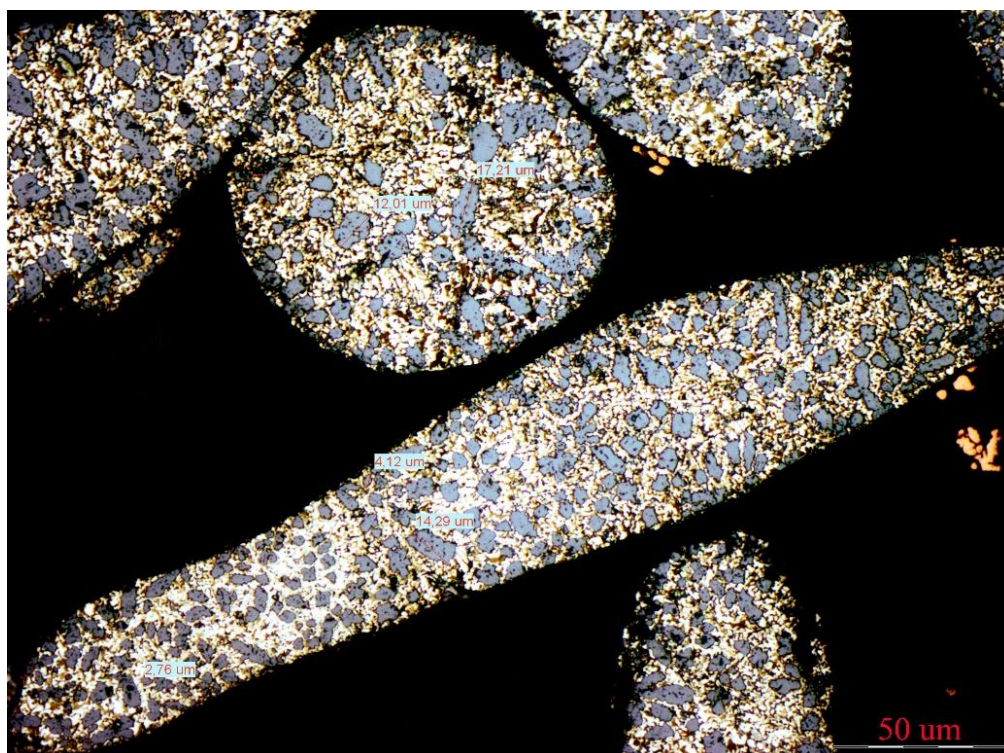


Рисунок 3.11 Микроструктура гранул SAC-1-400

Выделения первичного кремния в виде неразветвленных дендритов более мелкие на периферии (от 2 до 4 мкм) и крупнее в центре частиц (до 15-17 мкм длиной и до 10 мкм в поперечнике).

Оценка дендритного параметра гранул при центробежном разбрызгивании соответствует скорости охлаждения при кристаллизации 10^4 - $5 \cdot 10^4$ град/с. Эти цифры близкие по значениям скорости кристаллизации при газовом распылении SAC-1-50.

Элементный состав и рентгеновские спектры в сечении (рис. 3.12, 3.13) зависят от анализируемой области. Кристаллы первичного кремния (светло-зеленые), окружены эвтектикой сложного состава. Установлено, что светлые зоны в эвтектике обогащены никелем и обеднены кремнием. Зоны рядом со светлыми (на рис. 3.12 – красные) содержат Al и Si в определенном соотношении и обеднены никелем. Индексы интенсивности на рентгеновских спектрах, соответствующие железу, отвечают содержанию небольших количеств этого элемента в гранулах SAC-1-400 в виде примеси.

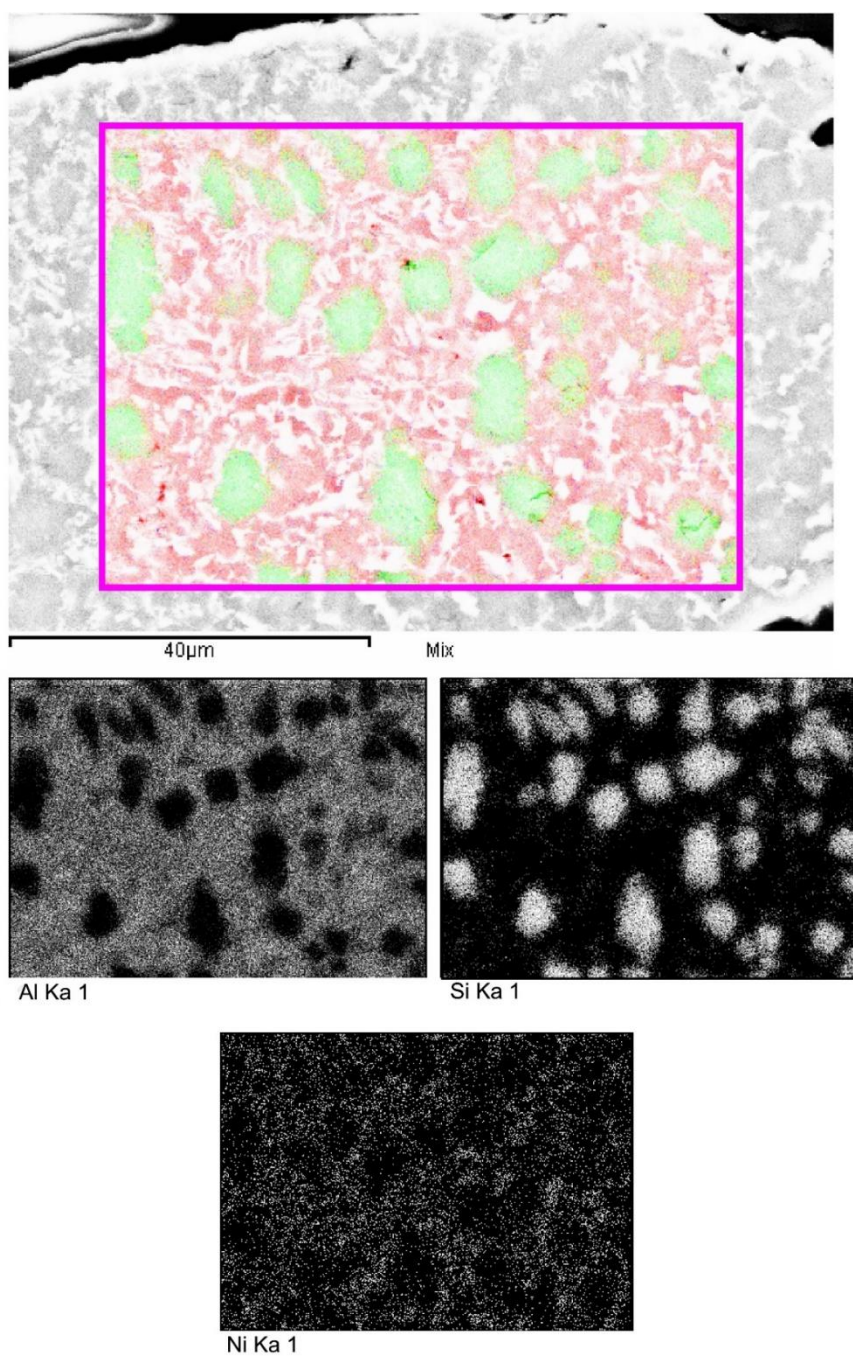
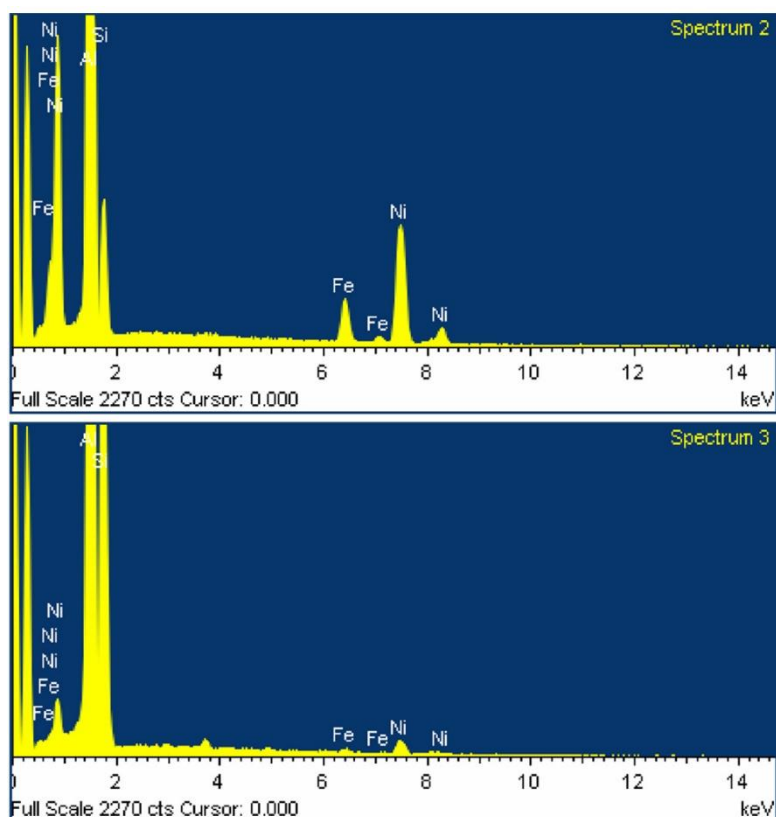


Рис. 3.12 - Сечения гранулы SAC-1-400 во вторичных электронах и характеристических излучениях соответствующих элементов: Al, Si, Ni

С использованием метода дифференциальной сканирующей калориметрии (DSC) показано, что в порошках и гранулах вплоть до температуры солидуса фазовые превращения отсутствуют (рис. 3.14). Температура солидуса составляет 545-549 °С, что примерно на 10 °С ниже температуры плавления тройной эвтектики ($\alpha_{\text{Al}} + \text{Al}_3\text{Ni} + \text{Si}$) в системе Al-Si-Ni [12].

Следовательно, кристаллизация порошков осуществляется по метастабильной схеме при значительных переохлаждениях расплава.



Эвтектика. Светлая зона

Элемент	%, вес.	%, ат.
Al	61.88	78.89
Si	7.07	8.92
Ni	20.81	12.19
Total	94.39	100.0

Эвтектика. Зона рядом со светлой

Элемент	%, вес.	%, ат.
Al	56.26	66.74
Si	27.76	31.63
Ni	2.52	1.65
Total	86.99	100.0

Рис. 3.13 Рентгеновские спектры и элементный состав в сечении гранул САС-1 400 в эвтектической области

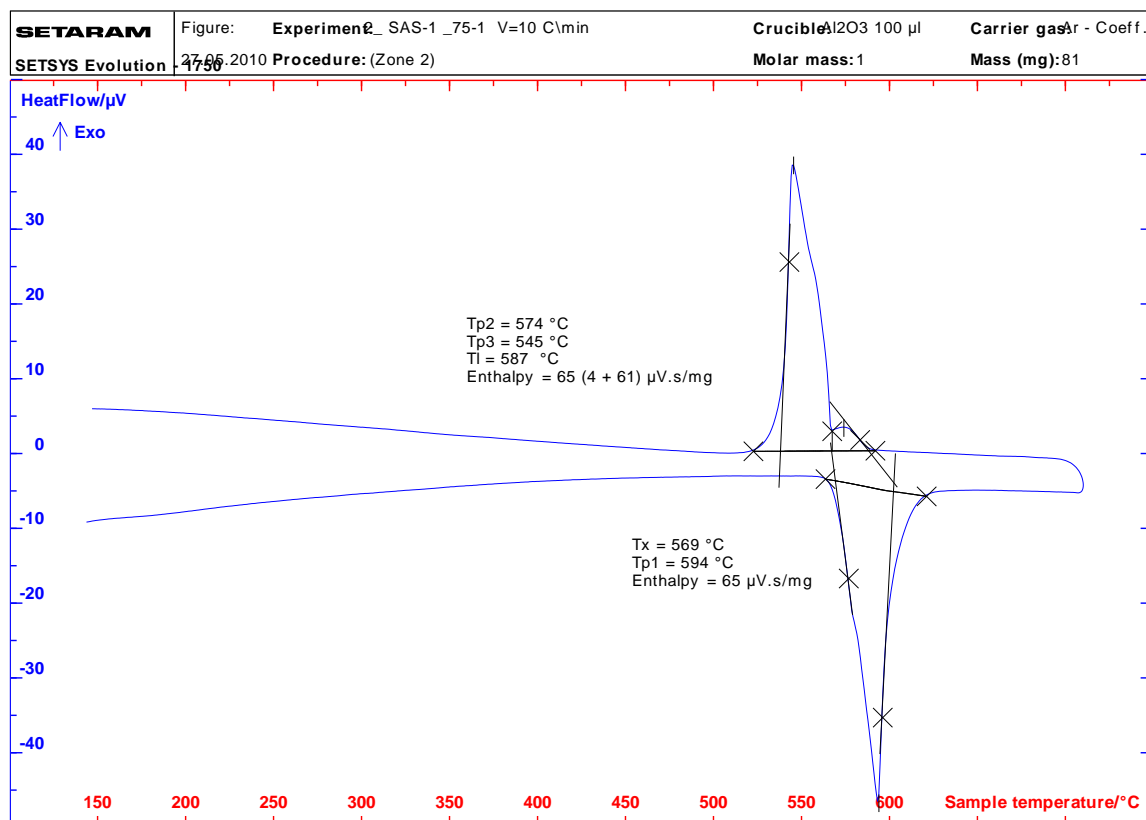


Рис. 3.14 Характерные ДСК-кривые нагрева-охлаждения порошка сплава SAS-1-50

Таким образом, проведенные исследования показали, что порошки SAS-1-50, полученные газовым распылением расплава, состоят из шаровидных частиц, на поверхности которых присутствует большое количество сателлитов (рис. 3.1); частицы гранул SAS-1-400, полученные центробежным разбрызгиванием, имеют веретенообразную форму (рис. 3.8). Исследуемые порошки SAS-1-50 и гранулы SAS-1-400 имеют структуру заэвтектических сплавов с выделением кристаллов первичного кремния, достаточно однородно распределенных по объему, и окружающей их эвтектикой. Такая структура характерна для обоих сплавов, отличается лишь размером первичного кремния и зерен. При одинаковом минимальном размере зерен, их максимальный размер может различаться на порядок. Скорость охлаждения определялась по дендритному параметру d по формуле, предложенной В. И. Добаткиным [1]:

$$d = \frac{A}{V_{\text{охл}}^n}, \quad (1)$$

Где d – дендритный параметр, мкм;

$V_{\text{охл}}$ – скорость охлаждения, °C/с;

A и n – постоянные, причем $n = 0,33-0,50$, A – зависит от состава сплава.

Скорость охлаждения для частиц САС-1-50 составляла $2 \cdot 10^4 - 10^5$, для САС-1-400 $10^3 - 5 \cdot 10^4$ °C/с. Размеры первичных кристаллов кремния в порошках САС-1-50 находились в пределах 1-6 мкм, в гранулах САС-1-400: 2-17 мкм. Удельная поверхность сферических частиц в САС-1-50 составляла 2185 см²/г, а в веретенообразных частицах САС-1-400 – 282 см²/г, что существенным образом сказалось на технологии получения полуфабрикатов из этих сплавов.

3.2 Исследование влияния кинетических и термодинамических факторов на структуру, свойства и особенности технологии получения деформированных полуфабрикатов из быстрозакристаллизованного сплава системы Al-Si-Ni

Высокие скорости охлаждения при кристаллизации порошков и гранул открывают новые возможности значительного повышения физико-механических свойств алюминиевых сплавов и создание принципиально новых материалов, которые не могут быть получены традиционными методами литья [4]. Это в полной мере относится к материалам, которые создаются на базе заэвтектических силуминов.

Структурные исследования показали, что литые заготовки – порошки (гранулы) имеют одинаковый фазовый состав: $\alpha_{\text{Al}} + \text{Si} + \text{NiAl}_3$ и три основные структурные составляющие – первичные кристаллы кремния и эвтектики ($\alpha_{\text{Al}} + \text{Si} + \text{NiAl}_3$) и ($\alpha_{\text{Al}} + \text{Si}$), различия только количественные. Они различаются размерами первичных кристаллов, морфологией и дисперсностью фаз в эвтектиках.

Несмотря на то, что эти материалы содержат в структуре более 60% по массе очень пластичного, хорошо деформирующегося твердого раствора на основе алюминия, в исходном состоянии по природе они абсолютно хрупкие. Дело в том, что алюминиевый твердый раствор находится только в эвтектиках ($\alpha_{Al} + Si$) и ($\alpha_{Al} + Si + NiAl_3$), в которых кремний представлен игольчатыми (пластинчатыми) кристаллами нанометрических размеров (около 100 нм). Они разделяют в эвтектиках кристаллы α_{Al} - фазы таких же размеров (рис. 3.6). Сплав с такой структурой хрупкий, подвергаться пластической деформации не может, несмотря на большую массовую долю пластичной α -фазы. Это связано с тем, что хрупкие пластины кремниевой фазы в эвтектиках блокируют дислокации, развивающие сдвиговую деформацию в α -фазе. В результате, длина свободного пробега дислокации до торможения незначительная (около 100 нм). Обход пластин кремния дислокациями также, по-видимому, затруднен. Отсюда низкая технологическая пластичность материала. Поэтому для получения прессованных полуфабрикатов из SAC1 необходимо повышение технологической пластичности уже на первых этапах переработки порошков.

Для этого необходимо использовать не только кинетические факторы (быстрая кристаллизация), но и термодинамические, которые определяют метастабильность процесса структурообразования [4]. Не все эффекты высокоскоростной кристаллизации можно объяснить кинетическими факторами. Например, почему в системе Al-Si в сплаве с высоким содержанием кремния (более 20%) можно вообще не получить кремниевой фазы. В этом случае метастабильность равновесия между жидкой фазой и α_{Al} -твердым раствором определяют не кинетические, а термодинамические факторы.

Наиболее полно о влиянии термодинамических факторов на структуру сплавов можно судить, используя диаграммы метастабильных равновесий [88]. Экспериментально построенных диаграмм пока совершенно недостаточно для широкого использования в практическом металловедении. Чаще всего используют схемы метастабильных диаграмм по структуре, полученной после кристаллизации

и фазовых превращений в твердом состоянии. Эти диаграммы в виде пунктирных линий наносят на основную (равновесную) диаграмму. Сейчас делаются попытки классификации этих диаграмм по характеру физико-химического взаимодействия в базовых двойных системах. Так, В. И. Добаткин предлагает три типа таких систем. К первому типу он относит эвтектические системы, в которых эффект повышения свойств сплавов достигается диспергированием малорастворимой фазы. На рис. 3.15 показана диаграмма эвтектического типа с незначительным пересыщением твердого раствора при метастабильной кристаллизации. Следует отметить две очень важные особенности метастабильных диаграмм этого типа:

- расширение области твердых растворов, и что очень важно – сохранение пересыщения до комнатной температуры;

- смещение эвтектической точки и, соответственно, увеличение концентрации легирующего компонента, которая еще не вызывает образование грубых и обычно хрупких первичных кристаллов второй фазы.

Несмотря на достаточно высокую предельную равновесную растворимость кремния в алюминии (1,65%) к этому классу можно отнести также широко применяемые сплавы алюминия с 25-45% Si.

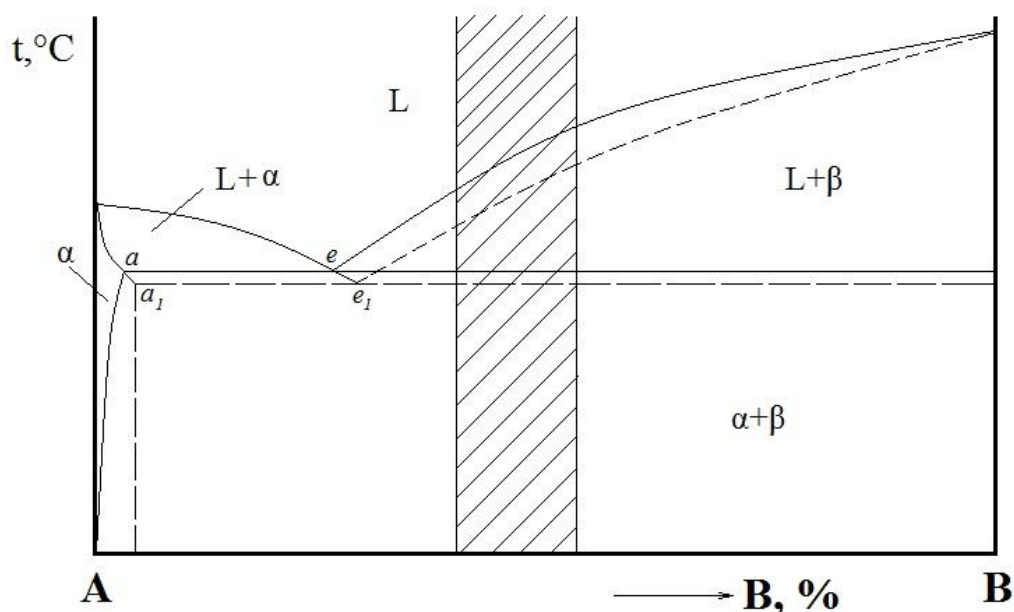


Рис. 3.15 Система с метастабильными эвтектическим равновесием (пунктирные линии) с областью составов, показанных штриховкой, упрочняемых диспергированием труднорастворимой фазы

Естественно, что при такой высокой концентрации кремния выделение первичных кристаллов в условиях быстрой кристаллизации полностью не подавляется. Однако их размеры будут меньше, чем при равновесной кристаллизации. Это должно положительно влиять на возможности пластической деформации исследуемых сплавов системы Al-Si-Ni.

Отмеченные признаки метастабильного равновесия в полной мере проявляются в системе Al-Si-Ni при получении гранул и порошков из сплавов SAC-1-400 и SAC-1-50 соответственно. Как отмечалось, с использованием метода дифференциальной сканирующей калориметрии показано, что при получении литой заготовки, температура солидуса составляла $540-549\text{ }^\circ\text{C}$, что примерно на $10-15\text{ }^\circ\text{C}$ ниже температуры плавления тройной эвтектики ($\alpha_{\text{Al}} + \text{Si} + \text{NiAl}_3$) в системе Al-Si-Ni [12]. Следовательно, кристаллизация порошков осуществляется по метастабильной схеме при значительных переохлаждениях.

Другая важная особенность метастабильного равновесия, которая может быть использована для повышения технологической пластичности этих труднодеформируемых сплавов – это пресыщение алюминиевого твердого раствора кремнием выше предельной концентрации. Неравновесное состояние α_{Al} – твердого раствора и метастабильное состояние системы в целом дает основание использовать длительные отжиги со ступенчатым нагревом для целенаправленного изменения структуры порошков (гранул). Первая ступень должна находиться в районе температур 100-300 °С. При этих температурах, согласно диаграмме метастабильного равновесия, α_{Al} – твердый раствор будет наиболее сильно пересыщен кремнием. Это приводит при технологических нагревах к выделению кремния из твердого раствора на границах крупных частиц первичного кремния. Пополнения недостающих атомов кремния в твердом растворе осуществляется за счет растворения пластинчатых частиц кремния в эвтектических колониях, т.к. градиент концентрации ΔC_{Si} у мелких частиц выше, чем у крупных первичных кристаллов. Затем осуществляется направленный массоперенос атомов кремния через алюминиевый твердый раствор от мелких частиц к крупным. Этот процесс может осуществляться до полного растворения частиц кремния в эвтектических колониях. Первичные кристаллы при этом теряют гранную форму и постепенно принимают глобулярную форму, т.е. осуществляется сфероидизация первичных кристаллов.

С этого момента формируется матричная структура, в которой эвтектических колоний нет, а матрицу образует алюминиевый твердый раствор с распределенными в нем кристаллами кремния (рис. 3.16). Эти кристаллы имеют разные размеры, форма многих из них приближается к глобулярной.

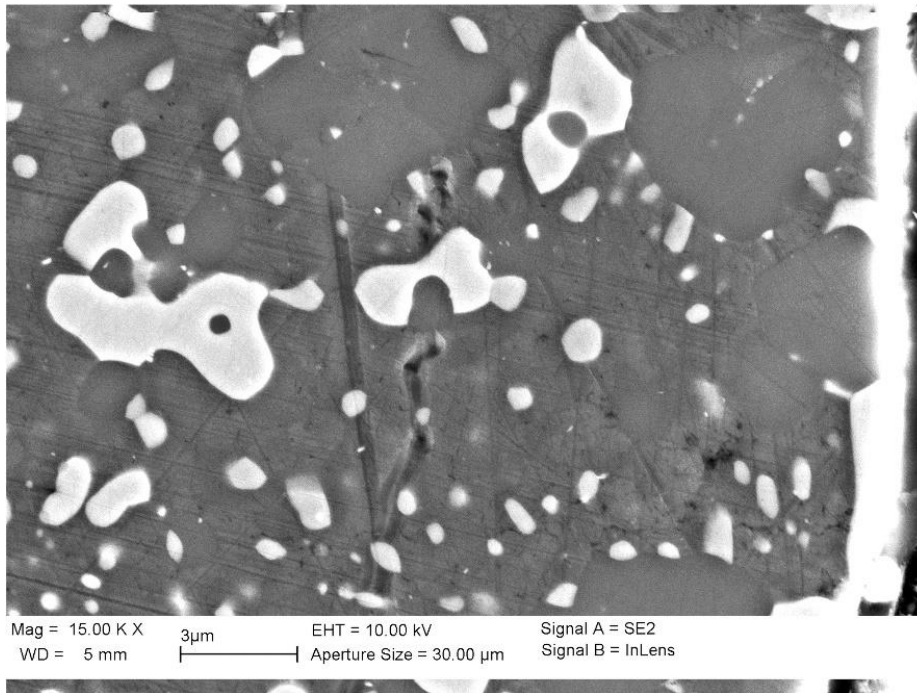


Рис. 3.16 Микроструктура порошка SAC1-50 полученная на РЭМ после отжига со ступенчатым нагревом в вакуумном прессе

Такая структура является оптимальной для пластической деформации, так как α_{Al} – фаза пластичная, и длина свободного пробега дислокаций при деформации до очередной частицы хрупкого кремния на несколько порядков больше, чем в структуре, где вся α_{Al} – фаза связана в эвтектических колониях в тонкие пластины (рис. 3.4).

Здесь не обсуждалась роль интерметаллида никеля $NiAl_3$ в этих процессах, который входит в состав тройной эвтектики ($\alpha_{Al} + Si + NiAl_3$). Это объясняется тем, что фаза $NiAl_3$ не растворяется в алюминиевом твердом растворе [22] и не растворяет атомов алюминия, имеет компактную форму, поэтому ее влияние на рассматриваемые процессы минимально.

Рассмотрение механизмов этих процессов позволяет сделать заключение о том, что структура матричного типа может быть получена после длительного вакуумного отжига (до 10-12 часов) со ступенчатым подъемом температуры. Максимальная температура нагрева ограничивается температурой неравновесного солидуса сплава (538 °C) (рис. 3.17). В промышленных условиях этот режим

реализован при получении из порошков САС1-50 прессованных полуфабрикатов. Он проводился непосредственно на вакуумном прессе и преследовал две цели:

- дегазация порошков от газовых примесей (поверхностного и растворенного водорода, кислорода и других);
- получение оптимальной структуры компактного брикета.

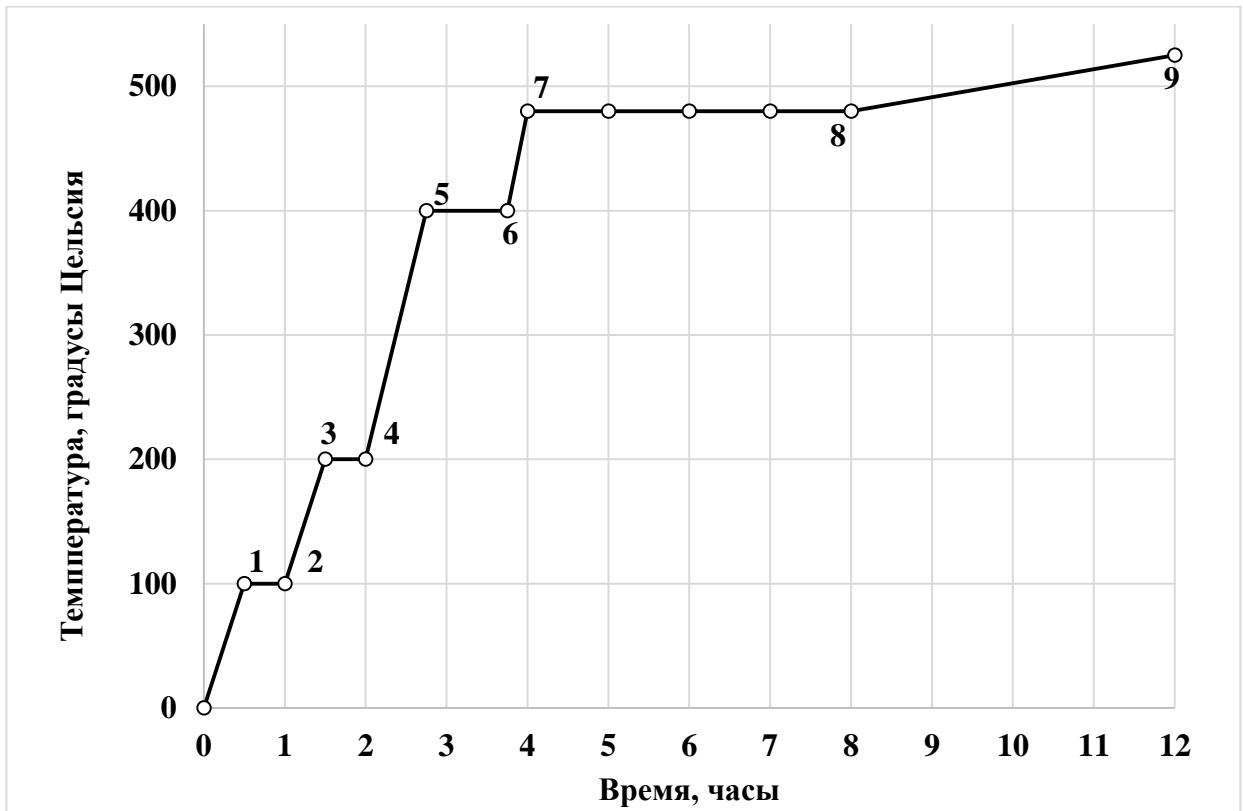


Рис. 3.17 Ступенчатый режим нагрева при вакуумном отжиге порошков САС1-50

В гранулах САС-1-400 после вакуумного отжига сохраняются колонии эвтектик, хотя частицы кремния скоагулированы (рис. 3.18). Это одна из главных причин отказа от использования порошков САС-1-400 для дальнейших исследований по получению деформированных полуфабрикатов.

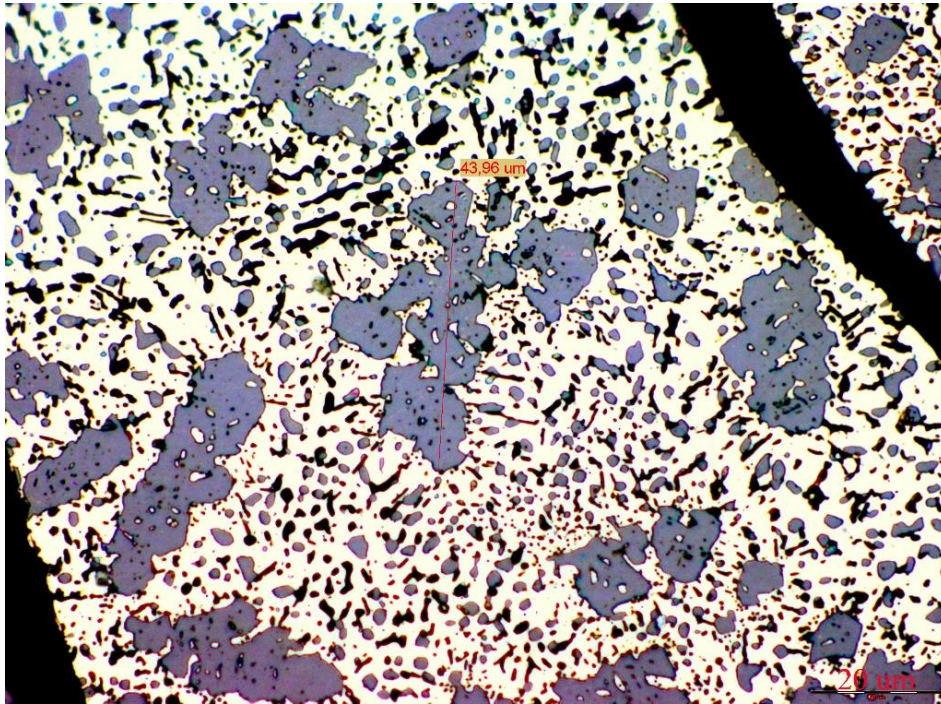


Рис. 3.18 Микроструктура гранул SAC1-400 после отжига со ступенчатым нагревом в вакуумном прессе

3.3 Разработка режимов дегазации порошковых композиций из сплавов системы Al-Si-Ni и получение из них брикетов и прессованных полуфабрикатов

3.3.1 Разработка режимов дегазации

Порошковые алюминиевые сплавы, содержащие 25...42.5% Si, 5...7% Ni, Al – основа, обладают рядом уникальных физических свойств, что определяет возможность их применения в космическом приборостроении [2,5]. По структуре они относятся к заэвтектическим силуминам.

Технология получения литой заготовки обуславливает высокое содержание водорода, кислорода и поверхностной влаги в порошках и гранулах этих сплавов. Газовые примеси резко ухудшают качество этих материалов: способствуют образованию газовой пористости и снижают вакуумную плотность, понижают механические свойства и т.д.

Таким образом, для того, чтобы сохранить те преимущества по физико-механическим свойствам сплавов системы Al-Si-Ni перед другими материалами,

которые дает быстрая кристаллизация, необходима вполне определенная чистота материала по газовым примесям. Поэтому необходима разработка режимов дегазации в вакуумном прессе, обеспечивающих наиболее полное удаление газовых примесей, которая обеспечивает получение качественных брикетов и прессованных полуфабрикатов из этих труднодеформируемых заэвтектических силуминов.

Наиболее вредной примесью в алюминиевых сплавах является водород [89-92]. Известно, что он присутствует в алюминиевых сплавах в двух формах: в виде «поверхностного» водорода и растворенного. Поверхностный водород образуется в результате десорбции воды из комплексного оксида алюминия $Al_2O_3 \cdot nH_2O$, который связывает n молекул воды. В дальнейшем структурно свободные молекулы воды реагируют с чистым алюминием, образуя молекулярный поверхностный водород [90-92]. Таким образом, эти реакции образуют две газовые примеси – пары воды и водород.

Другая форма присутствия водорода в алюминиевых сплавах – это растворенный водород. Он находится внутри металла и заполняет несплошности: поры, раковины, скопления вакансий и т.д.

Если комплексный оксид алюминия присоединяет несколько молекул воды одновременно, то при нагревании десорбция воды в молекулярной форме происходит последовательно и наиболее активно в нескольких температурных интервалах, образуя известную последовательность, которая называется рядом Габера [1, 89]. Эта температурная последовательность десорбции зависит от природы сплава. Знать ее необходимо при разработке режимов дегазации порошков и гранул.

Для установления температурных режимов дегазации, при которых происходит наиболее эффективное выделение водорода из порошков и гранул исследуемых сплавов, были проведены специальные эксперименты по кинетике выделения водорода и других газовых примесей термодесорбционным масс-

спектрометрическим методом (ТДМС) анализа продуктов откачки, доработанным специально для анализа этих порошковых материалов.

При аттестации масс-спектрометра для анализа содержания газовых примесей в порошках и гранулах сначала были проведены эксперименты со сплавом 1201 из Государственного стандарта (ГСО) с аттестованным содержанием водорода 0,18 ppm (0,20 см³/100г), других газовых примесей в сплаве не было.

Поскольку эксперименты, проведенные с эталонным сплавом 1201 (см. главу 2) показали, что кривые от выделения газовых примесей ($m/e=12$), тяжёлых углеводородов ($m/e=44$) и азота ($m/e=28$) связано с поверхностным загрязнением от стенок капсулы, то эксперимент был повторен с опытными сплавами. Масс-спектры опытных сплавов с порошком САС-1-50 и гранулами САС-1-400 проводили под контролем газовых примесей в вакуумированной железной капсуле без анализируемого металла.

Результаты этого эксперимента показаны на рисунке 3.18, где приведены масс-спектры продуктов откачки из порошков и гранул опытных сплавов и железной капсулы. Газовые примеси легких и тяжелых углеводородов с массовыми числами 12, 16, 28 и 44, которые характеризуют поверхностные загрязнения, представлены как в опытных сплавах, так и в пустой капсуле (рис. 3.18в). Наличие спектров от этих примесей можно отнести к артефактам. Далее кривые от указанных примесей на графиках не рассматриваются. Следует отметить, что кривая, характеризующая содержание водорода в спектре железной капсулы, находится на уровне фона.

Высокое содержание водорода, поверхностной влаги и других газовых примесей требуют выбора наиболее эффективных режимов дегазации. Для установления температурных режимов дегазации были проведены дополнительные эксперименты с масс-спектрометрическим анализом продуктов откачки газовых примесей из гранул и порошков опытных составов (рис. 3.19). Скорость нагрева образцов составляла 5 °С/мин. Были выбраны две изотермические выдержки: при температурах 480°С (45-50 мин) и 540 °С (10 мин).

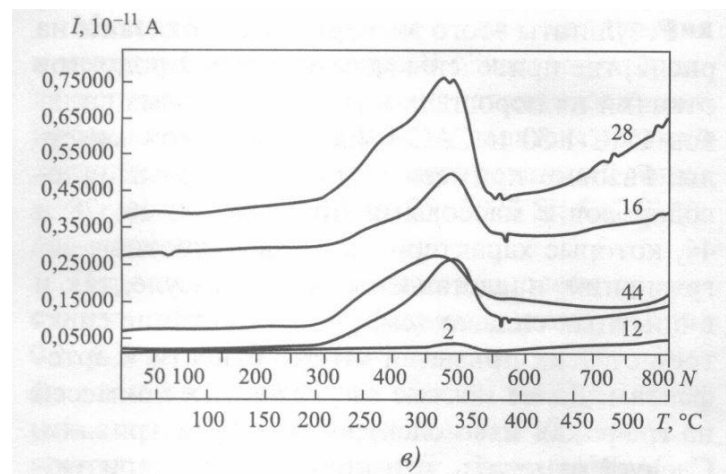
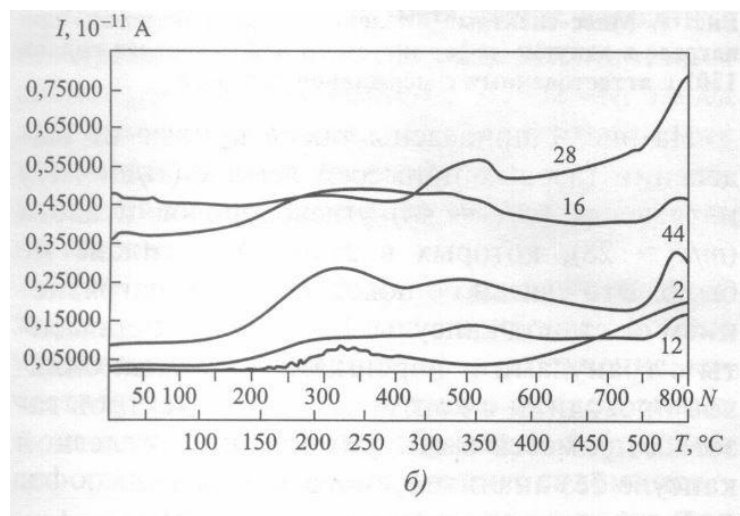
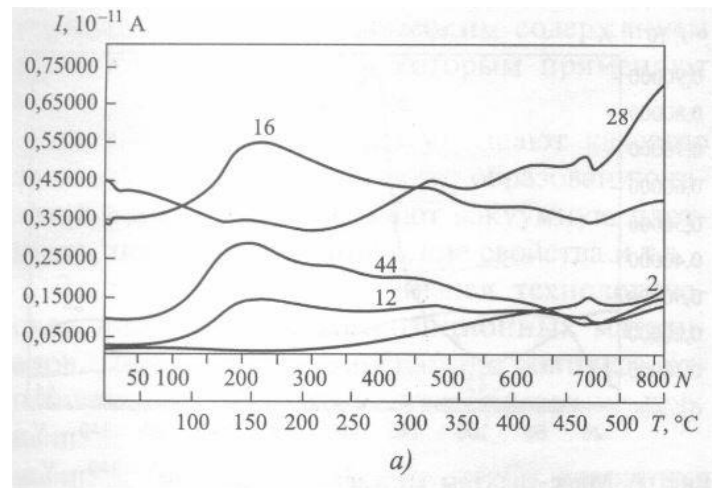


Рис. 3.18 Масс-спектры выделения газовых примесей при нагреве в вакууме из порошка SAC-1-50 (а), гранул SAC-1-400 (б) и железной капсулы (в)

Считалось, что при этих температурах, согласно ряду Габера, наиболее эффективно происходит процесс удаления гидратированной воды, связанной с оксидом алюминия ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$), а также выделяется растворенный в металле водород.

Это полностью подтверждается для гранул САС-1-400 (рис. 3.19а). Как показывает термодесорбционная кривая, при температурах 175 °С и 350 °С активизируется процесс выделения поверхностного водорода из молекул воды, образовавшихся благодаря разрушению комплексного оксида алюминия. При температуре 480 °С происходит выход растворенного в металле водорода, при температуре около 540 °С выход водорода возрастает, т.к. удаляется последняя молекула воды из комплексного оксида алюминия. Это соответствует последовательности распада комплексного оксида алюминия в ряду Габера. Пик интенсивности выделения поверхностного водорода имеется у обоих исследуемых сплавов (рис. 3.19б). Выделение кислорода ($m/e=16$) в гранулах снижается до фонового значения.

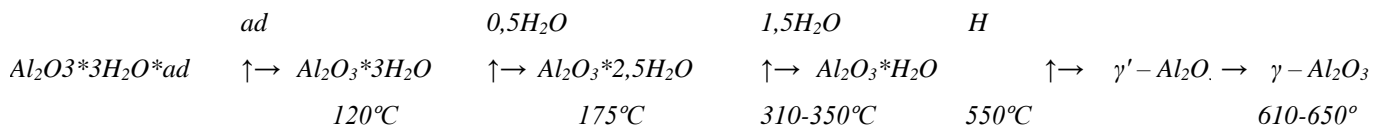
Особенность порошков САС-1-50 (рис. 3.19б) состоит в том, что из-за сильно развитой поверхности порошков, выделение «поверхностного» водорода при непрерывном нагреве со скоростью 5 °С/мин не заканчивался до начала активной десорбции водорода «растворенного», и эти процессы в порошках идут параллельно. Как и в гранулах САС-1-400 на кривой десорбции водорода при 540 °С имеется максимум интенсивности.

Таким образом, десорбция водорода из порошков САС-1-50 требует большего времени при возможно высокой температуре, близкой к температуре солидуса. Содержание водорода в продуктах откачки достаточно высокое для порошка САС-1-50 – оно в несколько раз выше, чем для гранул САС-1-400.

На кривой десорбции водорода в механически легированных композициях Al-42,5%Si-3%Ni также имеется два максимума интенсивности при температурах 250 и 540 °С (рис. 3в). Особенностью масс-спектров газовых примесей, выделившихся при нагреве в вакууме механически легированной композиции Al-

42,5%Si-3%Ni является значительно большее количество выделившегося водорода. Интенсивность его выделения в конце эксперимента в 2,5-3 раза выше, чем из порошков и гранул. Количество водорода, выделившееся при нагреве в вакууме повышается в ряду САС-1-400→САС-1-50→Al-42,5%Si-3%Ni.

Принимая во внимание результаты исследования термодесорбции порошков и гранул, а также классический ряд Габера процесса удаления молекул гидратированной воды из оксидной пленки:



выбран следующий режим вакуумной дегазации со ступенчатым подъемом температуры:

- первая ступень (100-120 °С, 20 минут) предназначена для удаления адсорбированной влаги;
- вторая и третья ступени (200 и 350 °С, 30 минут) предназначены для удаления 0,5 и 1,5 молекул воды;
- четвертая ступень, 480 °С, 3 часа – удаляется растворенный водород. Затем, для дальнейшего удаления растворенного водорода в течение четырех часов осуществляется медленный подъем температуры с 480 до 535 °С.

Эксперименты по дегазации гранул и порошков перед компактированием непосредственно в контейнере вакуумного пресса показали, что совмещенный цикл дегазации и компактирования может быть реализован только на гранулах САС-1-400. Гранулы этого сплава имеют удлиненную веретенообразную форму, укладка в контейнере пресса хаотична и не вызывает затруднений при откачке газа при вакуумировании.

При дегазации порошков САС-1-50 шаровидной формы меньшей фракции (около 20 мкм) из-за сильно развитой поверхности частиц выход газа, выделяющегося из порошка, из массива засыпки затруднен. В результате внутри массива успевают сформироваться газовые пузыри. По достижении критического

размера происходит резкий выброс пузырей (подобно кипению жидкости). При этом из контейнера происходит выброс порошка.

Потому для порошка САС-1-50 и механически легированных композиций принят отдельный цикл дегазации «в тонком слое». Толщина слоя составляет 6-8 мм. Потребовалось также существенно увеличить выдержку на высокотемпературной ступени от 2 до 8 часов.

Неизбежный вынос дегазированного порошка из вакуумной печи в атмосферу для пересыпания в контейнер прессы перед компактированием определил необходимость введения при нагреве дополнительной ступени для удаления ресорбированной поверхностной влаги.

Последующее компактирование производилось в том же вакуумном прессе, в котором осуществлялась дегазация порошков и гранул. Для повышения эффективности процесса температура компактирования выбиралась предельно высокой, близкой к температуре солидуса сплава. Качество брикетов оценивалось по микро- и макроструктуре, механическим свойствам и характеру изломов образцов после испытания на разрыв.

Определение концентрации газовых примесей (водорода, кислорода) производилось в исходном состоянии (в гранулах и порошках) исследуемых сплавов и в брикетах после дегазации. Результаты анализа приведены в таблице 3.1.

Содержание газовых примесей в исследуемых материалах до и после дегазации

Марка	Состояние материала	Содержание газовых примесей	
		Водород, ppm	Кислород, %
САС-1-400	Порошок	12,4	0,031
	Брикет	1,53	0,026
САС-1-50	Порошок	62,3	0,38
	Брикет	1,92	0,23

Они показывают, что при дегазации в вакуумном прессе происходит эффективное понижение концентрации водорода, так в брикетах САС-1-50 она понижается в 32 раза, а в брикетах САС-1-400 в 8 раз, по сравнению с исходным состоянием в гранулах и порошках соответственно. Поэтому следует отметить, что разработанный режим дегазации порошковых сплавов системы Al-Si-Ni является эффективным методом очистки полуфабрикатов от примеси водорода.

Удаление из металла кислорода происходит не так эффективно, как водорода (табл.1). Этот результат нельзя признать неожиданным, так как известно [20], что кислород не растворяется в алюминии в твердом состоянии. Поэтому его удаление при дегазации происходит только с поверхности (влаги) и из пор и других дефектов в металле, связанных с атмосферой.

Микроструктурный и рентгеноструктурный анализы (рис. 3.21) показали, что длительные нагревы при дегазации и последующее компактирование не изменяют фазовый состав сплавов: присутствуют те же фазы α_{Al} – твердый раствор, Si и интерметаллиды $NiAl_3$. Однако структура существенно изменяется: кристаллы первичного кремния несколько увеличиваются в размере за счет растворения

эвтектического кремния и диффузии атомов кремния через твердый раствор к крупным первичным кристаллам.

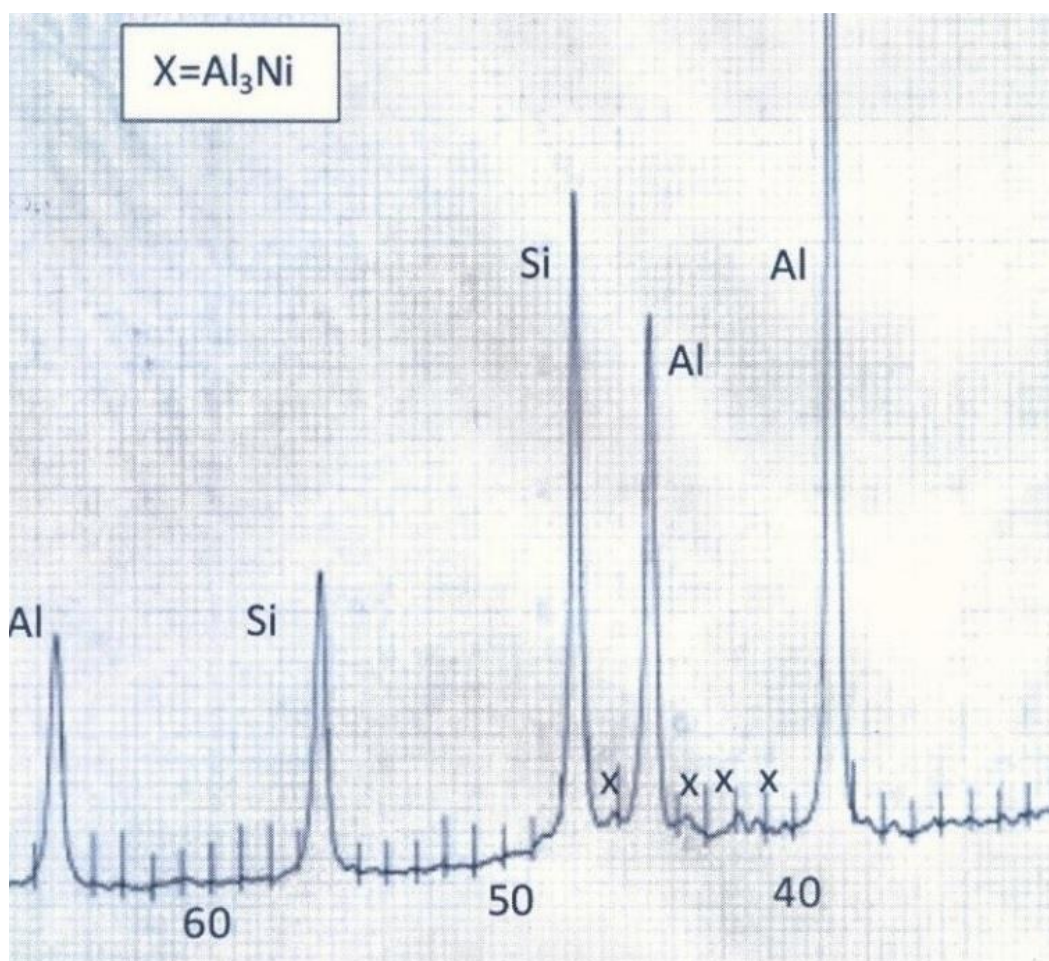


Рис. 3.21 Рентгенограммы порошка САС-1-50 (x - фазы, богатые никелем)

Кристаллы кремния (первичные и эвтектические) приобретают округлую форму (рис. 3.16). Формируется матричная структура, где в матрице алюминиевого твердого раствора равномерно распределены кристаллы кремния различных размеров округлой формы и дисперсные частицы интерметаллида NiAl_3 . Такая структура наиболее желательна для последующей пластической деформации.

Для изучения физических и механических свойств из брикетов САС-1-50, полученных по разработанной технологии [93], получены прессованные прутки.

3.3.2 Разработка режимов получения прессованных полуфабрикатов из САС-1-50

Главной проблемой при производстве заготовок из порошков является качественное схватывание частиц с образованием металлической связи в объеме материала [87]. Этот процесс включает стадии развития физического контакта и химического взаимодействия соединяемых материалов. Образование прочных связей в контакте требует активации поверхностных слоев соединяемых материалов, времени для образования активных центров, их роста и реализуется при высоких степенях деформации и определенных термодинамических условиях.

Одним из основных препятствий образования прочных связей между границами частиц порошка при компактировании является наличие грубой оксидной пленки на поверхности. Эффективным способом диспергирования оксидной пленки является сдвиговая деформация [4], которая может быть реализована при прессовании.

При сдвиговой деформации эффективно протекают процессы обновления поверхности, т.е. происходит образование ювенильных поверхностей. Сложность реализации этого процесса состоит в низкой технологической пластичности заэвтектических силуминов.

Для того, чтобы оценить допустимую деформацию за один переход при получении прессованных и штампованных полуфабрикатов из сплава САС1-50, были проведены предварительные исследования относительного удлинения заготовок в широком диапазоне температур от 200 до 535 °С, т.е. вплоть до температуры солидуса сплава, которая соответствует температуре плавления тройной эвтектики (Al-Si-Al₃Ni) 557 °С [3,5].

Результаты испытания (рис. 3.22) показывают, что пластичность брикетов находится на низком уровне. Наибольшая величина относительного удлинения (δ) составляет всего 3,5% и наблюдается в достаточно узком температурном диапазоне вблизи 500 °С. Отклонение температуры в пределах $\pm 20-25$ °С приводит к падению относительного удлинения до 1,5-2 %.

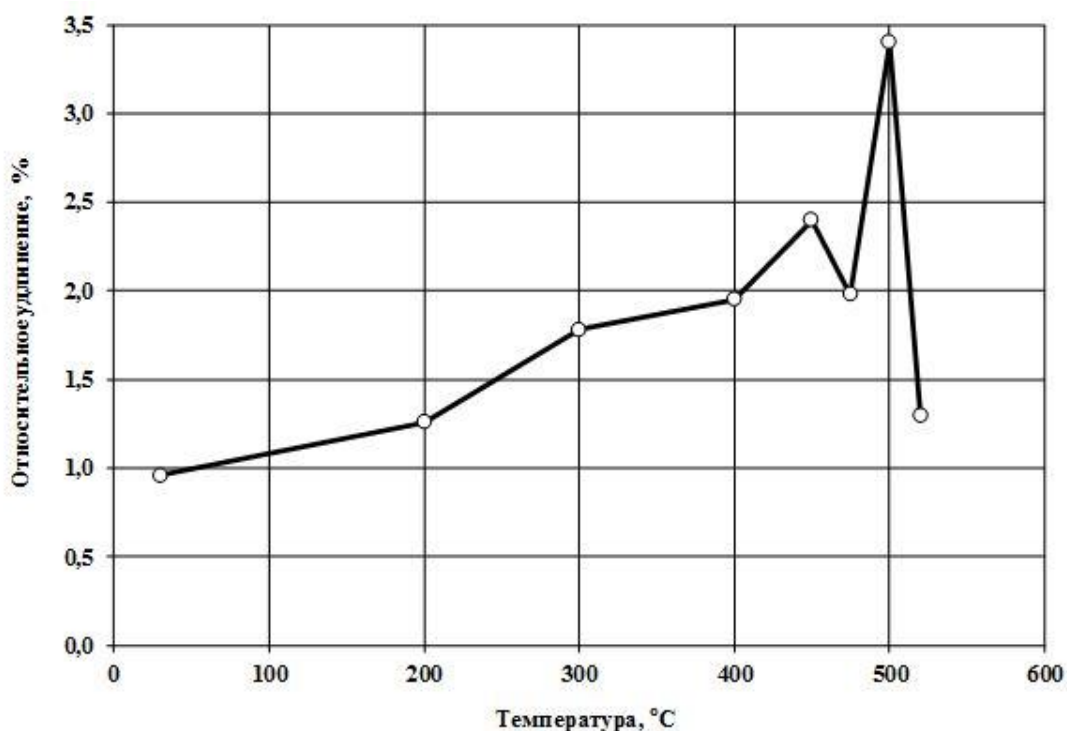


Рис. 3.22 Температурная зависимость относительного удлинения сплава САС-1-50

Температура прессования определялась экспериментально. Она выбиралась с учетом предварительных исследований и должна быть достаточной для деформирования материала без разрушения и по возможности низкой во избежание отрицательного влияния на структуру и свойства. Исследован диапазон температуры нагрева заготовок под прессование 450-500 °С, контейнера – 380-460 °С. Установлено, что оптимальными являются нагрев заготовки до 480-500 °С, контейнера – 400-420 °С.

При получении заготовок (брикетов) качество схватывания оценивали по плотности материала в сравнении с рассчитанной по правилу аддитивности, макро-, микроструктуре, механическим свойствам и характеру изломов образцов после испытаний на разрыв (рис. 3.23).

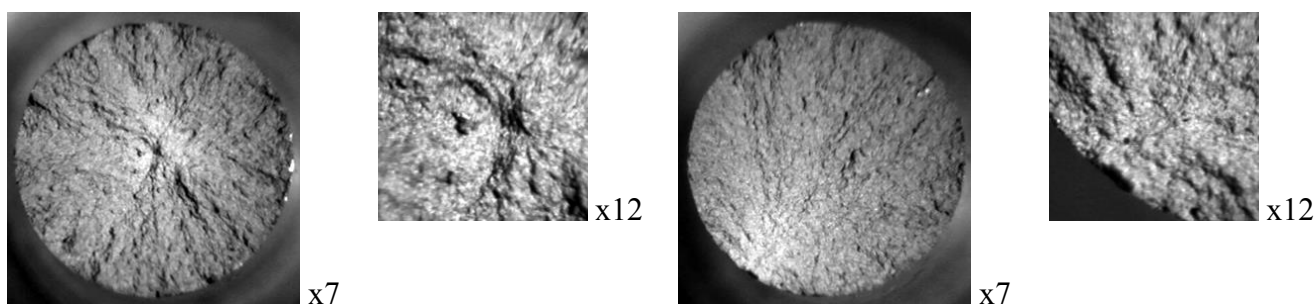


Рис. 3.23 Характерные изломы и очаг разрушения разрывных образцов из брикетов (слева) и прутков (справа).

Прессование осуществлялось из контейнера диаметром 100 мм. Мощность прессы позволяла реализовывать давление до 1000 МПа, что обеспечивало возможность прессования прутков $\varnothing 50$, 32 и 24 мм. Пуансон штатной конструкции был изготовлен из инструментальной мартенситной стали Thyrotherm 2343 EFS (более жаропрочный аналог стали 4X5MФС).

Макроструктура прутков плотная, без дефектов (рис. 3.24). Плотность прутков по сравнению с брикетами при вытяжке 4 несколько выше.

Микроструктура полуфабрикатов имеет следующие особенности. При увеличениях оптического микроскопа видны светлые полосы алюминиевой α_{Al} -фазы, они ориентированы вдоль направления прессования (рис. 3.25 а,б и 3.26 а,б). Полосы более явно выражены в центральной зоне полуфабрикатов, где степень деформации несколько меньше.

На периферии, где интенсивность и степень деформации больше, полосы α_{Al} -фазы становятся более тонкими и вытянутыми в направлении течения металла (рис. 3.25 а и 3.26 а). Подтверждением тому, что вытянутые полосы являются твердым раствором на основе алюминия, является полученный анализ этой фазы: кремний и никель в ней отсутствуют (рис. 3.27). Темная часть представляет собой типичную структуру эвтектического силумина. Однако от структуры порошков сплава САС-1-50 она принципиально отличается тем, что отсутствуют пластинчатые кристаллы эвтектического кремния и грубые первичные кристаллы гранной и дендритной формы. Такая структура называется матричной. Она обеспечивает высокие деформационные возможности алюминиевого твердого раствора.

Прутки прессованные \varnothing 22-50 мм

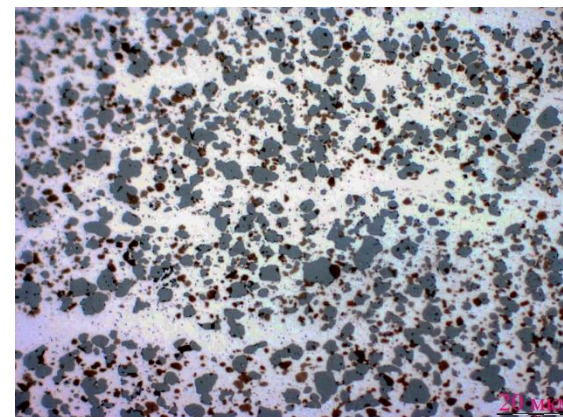


Полосы α_{Al} фазы свидетельствуют о том, что при вакуумном отжиге в процессе дегазации формируется матричная структура, способствующая улучшению деформации.

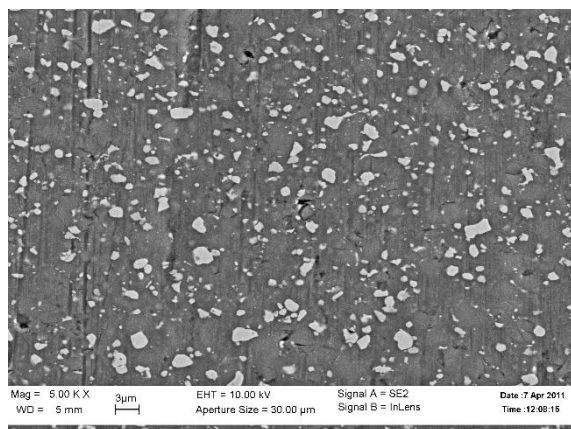
Рис. 3.24 Прессованные прутки САС-1-50 диаметром 22, 32 и 50 мм, их макро и микроструктура



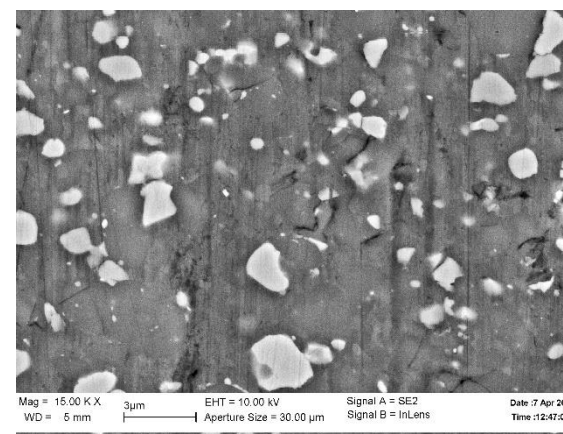
а



б



в



г

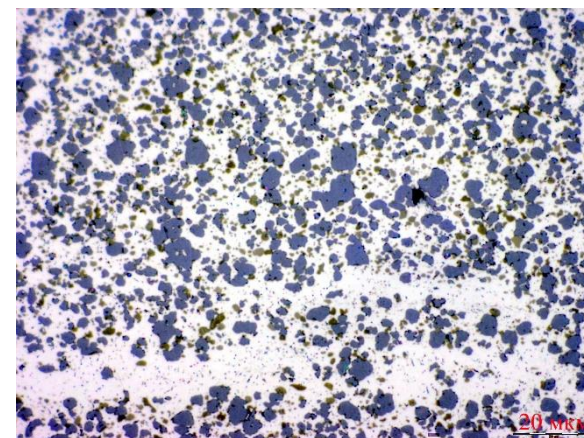
Рис. 3.25 Микроструктура прессованного прутка из сплава SAC-1-50 диаметром 50 мм ($\kappa_{\text{в}}=4$):

а, б – оптический микроскоп

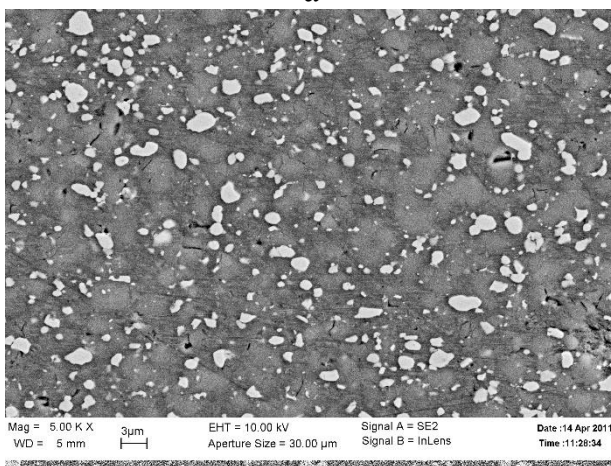
б, в – растровый электронный микроскоп



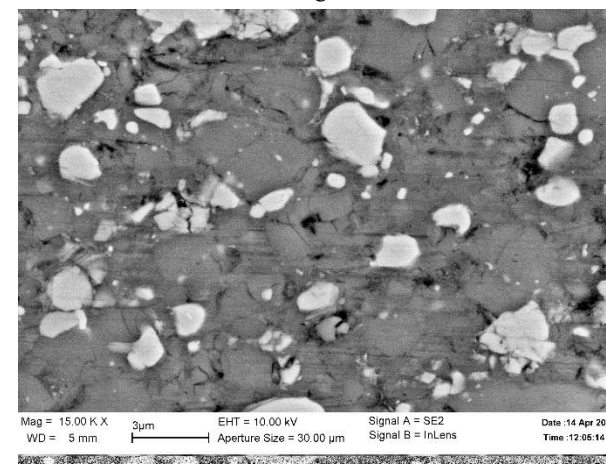
а



б



в



г

Рис. 3.26 Микроструктура прессованного прутка из сплава САС-1-50 диаметром 32 мм ($k_B=9,8$):
 а, б – оптический микроскоп
 б, в – растровый электронный микроскоп

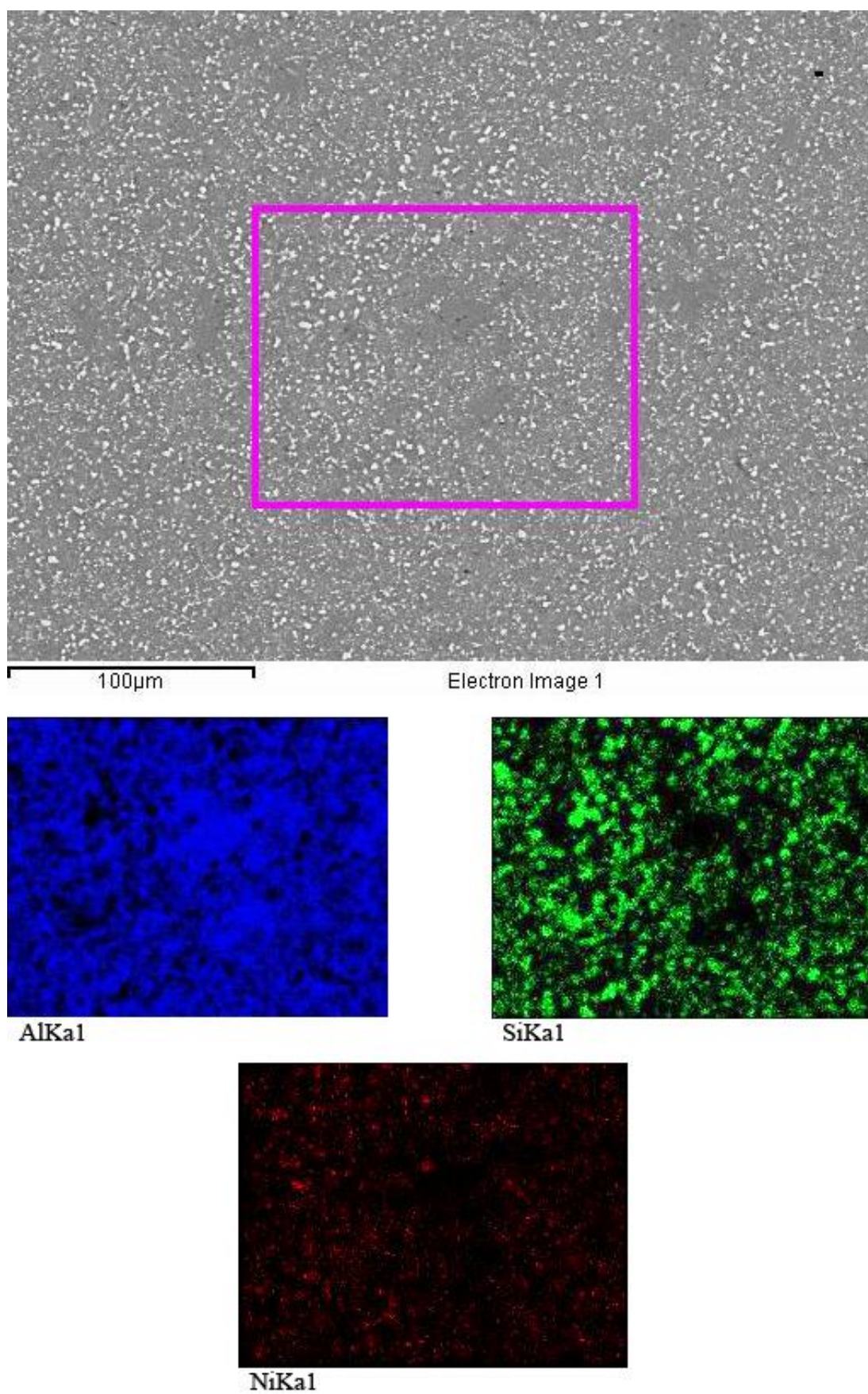


Рис. 3.27 – Микроструктура прутка SAC-1-50, полученная в поглощенных электронах и в характеристических излучениях: Al, Si, Ni

Фрактографические исследования свидетельствуют, что изломы образцов имеют ярко выраженную ячеистую структуру, что указывает на вязкий характер разрушения. Участков незавершенного схватывания, характерных для брикетов, не наблюдается, признаки шиферности отсутствуют.

Полученные данные свидетельствуют о сложных диффузионных процессах в данном материале под действием технологических нагревов и деформации. Поскольку кремний имеет ограниченную уменьшающуюся с понижением температуры растворимость в алюминии, то под действием деформации и изменении температуры происходит коагуляция пластинчатых частиц кремния в составе эвтектики. В результате эвтектика, вместо пластинчатого, принимает тонкое зернистое строение, принимают более округлую форму и кристаллы первичного кремния, в структуре появляются зоны алюминиевого твердого раствора, свободные от выделения кремния. Эти зоны α -раствора ориентированы вдоль направления деформации. Структурный анализ подтверждает, что ползучесть при формоизменении материала развивается преимущественно в этих полосах. Они обеспечивают целостность материала при деформации.

Исследование физико-механических свойств опытных прутков дало следующие результаты. Прочностные свойства и пластичность прессованных прутков значительно выше, чем у брикетов. Плотность прутков по сравнению с брикетами несколько выше, что также указывает на высокое качество прессованных полуфабрикатов.

Механические свойства компактных заготовок (брикетов) и прутков (таблица 3.2) превышают аналогичные характеристики полуфабрикатов, изготовленных по серийной технологии на Каменск-Уральском металлургическом заводе.

Механические свойства опытных брикетов и прутков из САС-1-50

Полуфабрикат, ТУ	Диаметр, мм	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %
Заготовка (брикет) ТУ1791-497-56897835-2011	70	235,6	131,7	0,96
	100	246,3	142,9	1,17
Пруток ТУ1791-500-56897835-2011	24	292,0	170,3	3,13
	32	285,9	163,6	2,73
	50	295,0	168,6	2,40
Заготовка (брикет) ТУ1-4-055-79 КУМЗ	320	$\geq 196,2$	-	$\geq 0,5$
Пруток ТУ1-4-038-78 КУМЗ	60-180	$\geq 254,8$	-	$\geq 1,0$

Таким образом, разработан технологический процесс получения прессованных полуфабрикатов из труднодеформируемого заэвтектического силумина САС-1-50, в котором дегазация порошков осуществлялась в камере вакуумного пресса, так, что операции дегазации и компактирования совмещали в одном технологическом цикле. Этот процесс позволил уменьшить в металле содержание газовых примесей, и, прежде всего, водорода до необходимого уровня. Кроме того, разработан длительный высокотемпературный отжиг со ступенчатым нагревом, который был совмещен с режимом дегазации. Все это дало возможность получить качественные прессованные прутки различных диаметров из сплава САС-1-50 благодаря созданию матричной структуры с высокими деформационными возможностями. Как следует из таблицы 5.3, прессованные прутки из сплава САС-1-50, изготовленные по разработанной технологии имеют

пластичность в 2.5-3 раза выше и прочность на 13% больше, чем прутки, изготавливаемые по технологии КУМЗ.

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3

1. С помощью оптической, электронной просвечивающей, растровой микроскопии и рентгеноструктурного анализа изучен фазовый состав и структура порошковых сплавов системы Al-Si-Ni САС-1-50 и САС-1-400. Установлено, что порошки и гранулы этих сплавов имеют одинаковый фазовый состав (α_{Al} , Al_3Ni , Si) и структуру, свойственную эвтектическим силуминам: первичные кристаллы кремния, двойную ($\alpha_{Al} + Si$) и тройную ($\alpha_{Al} + Al_3Ni + Si$) эвтектики; отличающиеся только дисперсностью структурных составляющих.

2. Высокая хрупкость сплавов САС-1-50 и САС-1-400 в исходном литом состоянии связана с особым структурным состоянием твёрдого алюминиевого раствора и невозможностью развития вследствие этого пластической деформации в данной фазе.

3. С учетом термодинамических особенностей фазовых превращений в сплавах этой системы разработан режим термической обработки на вакуумном прессе, который позволил получить матричную структуру с высоким запасом пластичности в САС-1-50.

4. Изучена кинетика выделения газовых примесей (водорода, кислорода, влаги) и определены температурные интервалы наиболее активного выделения при вакуумной дегазации.

5. На основании термодесорбции газовых примесей в порошках разработан режим вакуумной дегазации сплава САС-1-50 в тонком слое со ступенчатым нагревом до температуры, близкой к неравновесному солидусу.

6. После дегазации содержание водорода в брикетах из САС-1-50 уменьшилось в 32 раза, в брикетах САС-1-400 в 8 раз, что обеспечивало получение

деформированных полуфабрикатов из САС-1-50 с высоким уровнем физических и механических свойств.

7. Разработана технология получения прессованных прутков из сплава САС-1-50 диаметром до 500 мм. Их физические и механические свойства имеют следующий уровень: $\sigma_B \geq 284$ МПа, $\sigma_{0,2} \geq 161$ МПа, $E \geq 95$ ГПа, $\delta \geq 2,3\%$, $\rho \approx 100\%$ расчетной, $TKLP_{20-120} \leq 15 \cdot 10^{-6} 1/^\circ C$

ГЛАВА 4. РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ШТАМПОВАННЫХ ДЕТАЛЕЙ ИЗ СПЛАВА САС-1-50 И ПРОВЕДЕНИЕ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ МОДЕЛЕЙ ПЛАТФОРМЫ ИЗ СПЛАВОВ САС-1-50 И АМГ6

4.1 Разработка технологии получения штампованных деталей из сплава САС-1-50

Современные представления в области штамповки ограничено пластичных и хрупких материалов, к которым относится сплав САС-150, основаны на необходимости создания условий всестороннего сжатия при процессах формообразования. Перспективными способами формообразования называют гидростатическую формовку, выдавливание в пластичной оболочке, выдавливание лакированного металла, изотермическую штамповку с ограниченной скоростью деформации, штамповку на двухходовых прессах и прессах, обеспечивающих подпор при пластической деформации, или на прессах, реализующих схему трехстороннего сжатия материала.

Настоящее исследование проводили применительно к изотермической штамповке модели платформы размером 270×120×65, изготовленной из брикета Ø120 мм (рисунок 4.1). Штамповку выполняли на одноходовом прессе, используя общие принципы, заключающиеся в снижении положительных напряжений на фронте деформации, снижении контактного трения на поверхности раздела «материал – оснастка» и ограничении деформации за один переход, так чтобы ресурс деформационной способности материала в условиях конкретного процесса был больше, чем фактическая деформация.

При изготовлении платформ высокой точности и малого веса для прецизионной аппаратуры используют конструкционные материалы с определенным комплексом физико-механических свойств. Прочностные свойства (пределы прочности и текучести) уже не являются определяющими критериями при назначении этих материалов.



Рис. 4.1 Штампованная заготовка под модель платформы

При установке высокоточных приборов с повышенными требованиями к постоянству размеров во времени используют показатели сопротивления микропластическим деформациям:

- условный предел упругости – напряжение, которое (при кратковременном нагружении) вызывает остаточную деформация 0,005% или 0,001% при изгибе. Условный предел упругости определяют по наличию заданной остаточной деформации после разгрузки;

- условный предел релаксации (ползучести) – напряжение, вызывающее остаточную деформацию 0,001% в условиях длительных испытаний в интервале 500-3000 часов (или в условиях установившейся ползучести в том же интервале).

Высокая размерная стабильность материалов должна так же сочетаться с минимальным удельным весом, высоким модулем упругости, относительно низким

и стабильным термическим коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) и высокой теплопроводностью.

Для высокоточных приборов, где первостепенное значение имеют задачи повышенной точности и надежности изделий при минимальном весе и размерах, целесообразно использовать материалы с малым отношением ТКЛР (α) к теплопроводности (λ). Чем меньше величина α/λ , тем меньше температурные деформации и напряжения в изделиях при колебаниях температуры в условиях эксплуатации и хранения.

Технологический процесс получения штамповок из сплава САС-1-50 включал следующие технологические операции:

- скоростная кристаллизация дисперсного порошка;
- дегазация и отжиг порошка в вакуумном прессе;
- компактирование порошка в том же вакуумном прессе с получением брикетов диаметром 120 и высотой 100 мм.
- штамповка компактных брикетов за несколько переходов с получением детали со ступенькой размерами 120x250x41/22 мм.

Разработку технологического процесса прессования штамповок, выбор температурно-деформационных режимов, число переходов при осадке заготовки для получения деталей типа «платформа» проводили с учетом испытаний пробы на осадку «до первой трещины».

Исследование технологической пластичности сплава в условиях конкретного процесса получения штамповки модели платформы МП 0201-211 показало, что допустимый уровень пластической деформации при штамповке соответствует осадке на переходе 25-40% и суммарной осадке 44-56%. На рис. 4.2 показано изменение формы и размеров заготовки на различных этапах изготовления детали типа «платформа».

Для получения качественной штампованной детали предложено: для уменьшения контактного трения использовать алюминиевый сплав АД31 в качестве твердой смазки на контактной поверхности пуансон-заготовка; внести

конструктивные изменения в рабочую часть штампованного инструмента для уменьшения трения; для уменьшения растягивающих напряжений на фронте деформации использовать вкладыши-амортизаторы из сплава АД31. Эти изменения нашли отражение в патенте РФ на изобретение №2542046 [2].

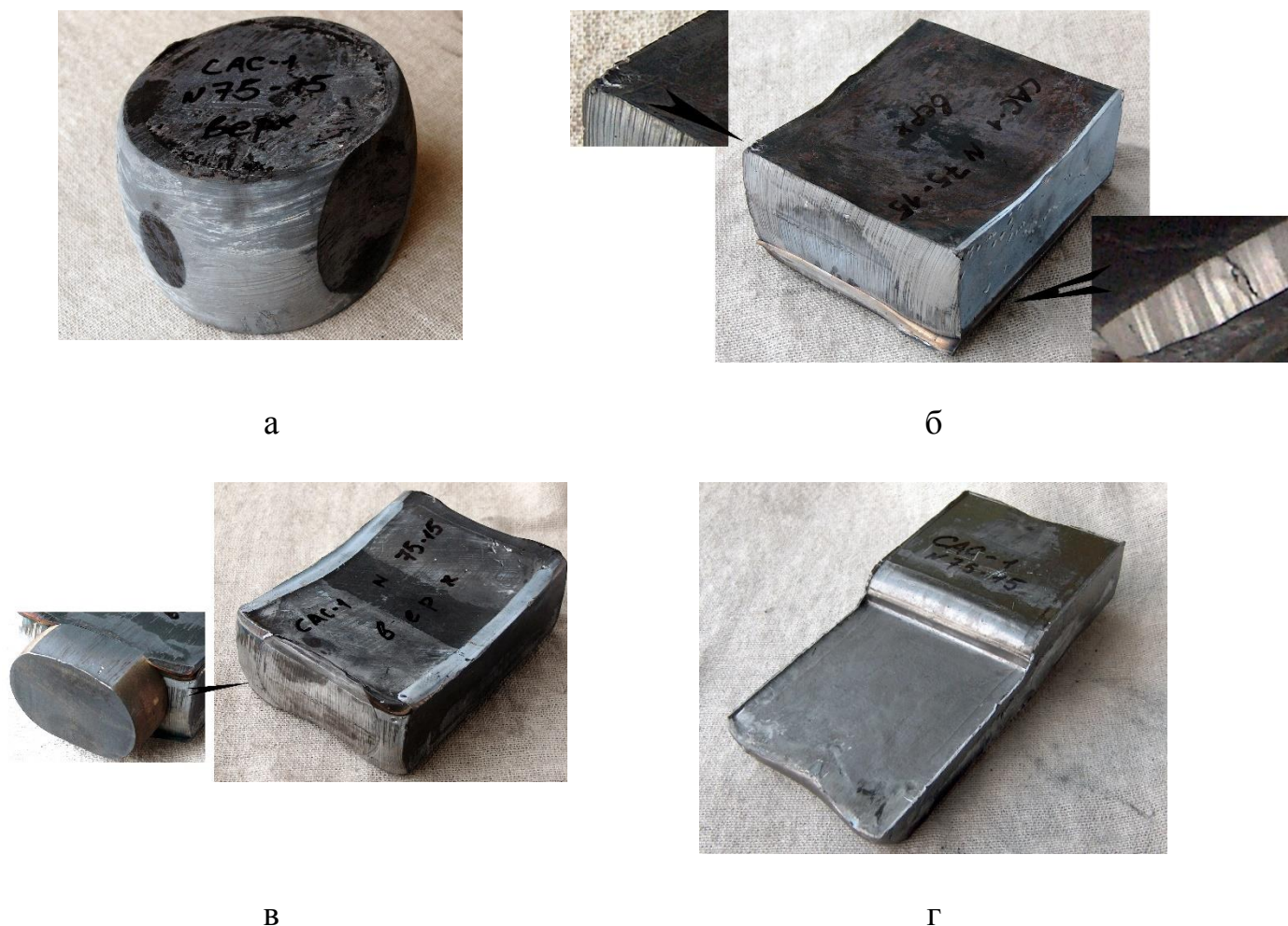
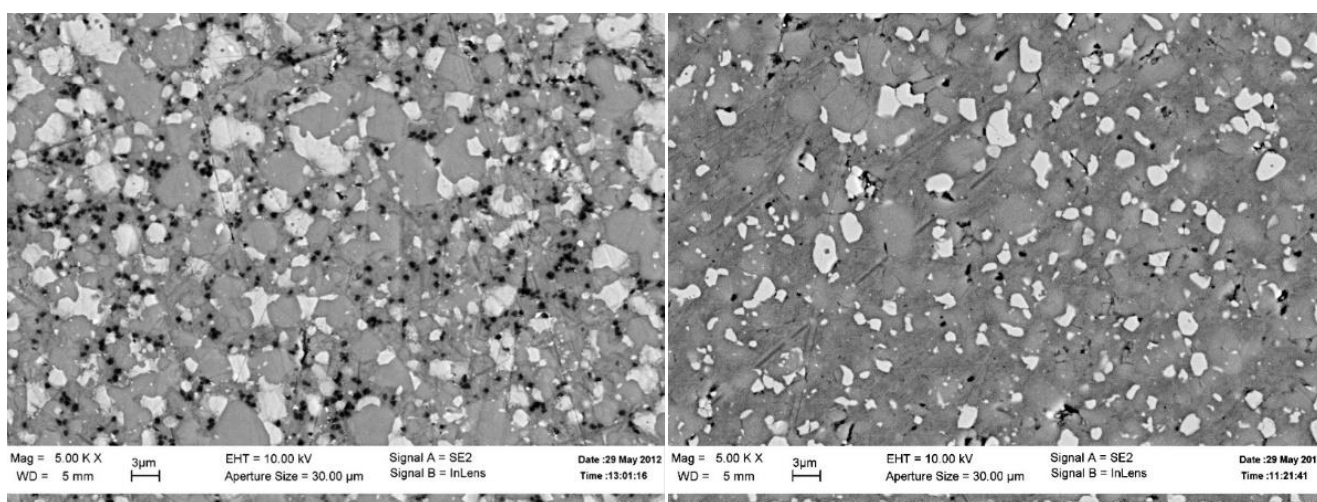


Рис. 4.2 Этапы получения штампованной заготовки типа «платформа» из сплава САС-1-50:

- а. 1-й переход - осадка «на плашку» заготовки $\varnothing 120$ мм в размер $120 \times 150 \times 95,5$ мм;
- б. 2-й переход – дальнейшая осадка заготовки в размер $120 \times 150 \times 57,5$ мм с клинообразным вкладышем (трещины удалены механообработкой);
- в. 3-й переход – дальнейшая осадка заготовки в размер $120 \times 230 \times 51,5$ мм с клинообразным вкладышем и амортизатором.
- г. 4,5-й переходы – окончательно сформированная штамповка размером $120 \times 250 \times 41/22$ мм.

Пластическая деформация при получении штамповок существенным образом изменяет структуру материала по сравнению с брикетами. В штамповках формируется волокнистая матричная структура с равномерно распределенными в алюминиевой матрице дисперсными кристаллами кремния сферической формы и интерметаллида Al_3Ni . В этой же матрице располагаются более крупные неравновесные кристаллы кремния, преимущественно сферической формы. Количество пор по сравнению с брикетами резко уменьшается (рис 4.3), что подтверждается повышением плотности материала.



а

б

Рис. 4.3 Микроструктура брикета (а) и штамповки (б) сплава САС-1-50

Изготовленные штамповки модели платформы МП 0201-211 имеют следующий уровень физико-механических свойств: плотность (ρ)=2,707-2,709 г/см³, ТКЛР $\alpha \leq 15 \cdot 10^{-6}$ 1/град, предел прочности (σ_B) не менее 285 МПа, относительное удлинение (δ_5) не менее 2,4%.

4.2 Проведение сравнительных испытаний моделей платформы из сплавов САС-1-50 и АМг6

По значениям удельного модуля упругости данные сплавы существенно отличаются друг от друга. Это связано с тем, что при близких значениях плотности, модуль упругости у сплава САС-1-50 существенно выше, чем у АМг6 (см. табл. 1). Модуль упругости у АМг6 даже ниже, чем у технического алюминия [19], а модуль упругости у порошкового сплава САС-1-50 один из самых высоких среди алюминиевых сплавов, он даже выше, чем у высокомодульных Al-Li сплавов. Низкий модуль упругости сплава АМг6 несомненно связан с высоким содержанием магния (6%), который уменьшает модуль упругости алюминия, а легирующие элементы в сплаве САС-1-50 (кремний и никель) повышают его [1,5,19]. Кроме того, САС-1-50 имеет более низкий ТКЛР и более высокую теплопроводность, чем АМг6 (табл. 4.1), а с учетом фазовых превращений в сплаве АМг6 с изменением удельного объема из-за переменной растворимости магния в алюминии в области рабочих температур (± 100 °С) можно предположить, что АМг6 должен обладать более низкой релаксационной стойкостью.

Однако сплав АМг6 обладает рядом несомненных достоинств. Он является высокотехнологичным алюминиевым сплавом, имеет хорошие прочностные свойства и высокую пластичность, хорошо обрабатывается давлением, из него получают любые виды деформированных полуфабрикатов, в том числе полосы, панели, штамповки различных видов, отличается высокой коррозионной стойкостью [19].

САС-1-50, из которого изготовлены платформы для сравнительных испытаний, относится к группе специальных порошковых материалов и получается по сложной технологии, которая подробно рассмотрена в первой части данной работы. По структуре он относится к заэвтектическим силуминам. Путем применения специальных технологических процессов нерастворимые избыточные фазы (Si и Al_3Ni) получают достаточно дисперсными, и они равномерно

распределены в алюминиевой матрице. Недостатком этого сплава является низкая пластичность.

Таблица 4.1.

**Типичные физические и механические свойства
сплавов АМг6 и САС-1-50**

Свойство	АМг6	САС-1-50
Плотность, при 20 °С, кг/м ³	2640	2700-2750
Модуль упругости, при 20 °С, ГПа	69	95-100
Предел прочности, при 20 °С, МПа	340	240
Предел текучести, при 20 °С, Мпа	170	150
Относительное удлинение, %	19	1,3
Теплопроводность, при 25 °С, Вт/(м·К)	118	124
ТКЛР, при 20-100 °С, $\times 10^{-6} \cdot \text{K}^{-1}$	24,7	14-16
Теплоемкость, при 100 °С, кДж/(кг·К)	0,922	0,879
Предел упругости, при 20 °С, МПа	80	35
Условный предел релаксации, при 100 °С, МПа	5-8	10-12

Для определения характеристик размерной стабильности в условиях микропластической деформации из штампованных заготовок, полученных по технологии, разработанной на предприятии ОАО «Композит», на предприятии НПО им. С. А. Лавочкина были изготовлены модельные платформы из этих сплавов.

Изготовление платформы из заготовок сплава САС-1-50 проводилось по технологии изготовления платформы из сплава АМг6 и никаких затруднений не вызвало.

Общий вид изготовленных модельных платформ для испытаний показан на рисунке 4.4.

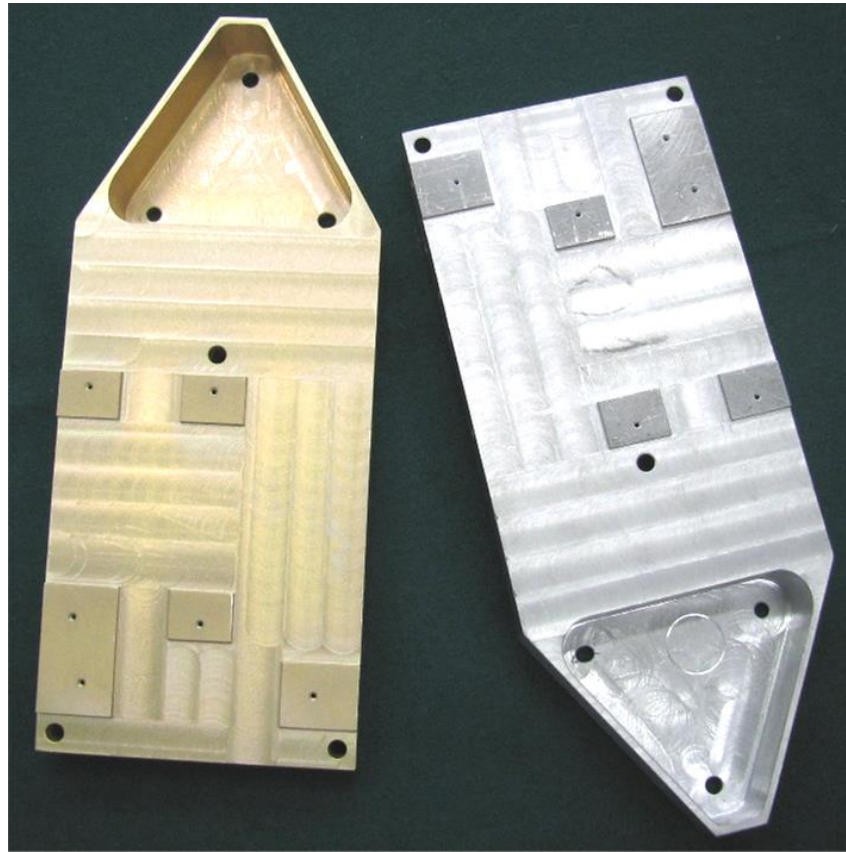


Рис. 4.4 – Общий вид модели платформы из сплава АМгб (слева) и САС-1-50 (справа)

Изготовленные модели платформ были собраны в испытательную схему и жестко закреплены на месте базирования. На рис. 4.5 показаны места установки зеркальной марки цели (призмы) для системы лазерного слежения Tracker3 (точки с 1 по 15 обозначают места подставок под призмы), а на рис. 4.6 отмечены основные точки измерений (1,2,5,8,9,12,13), по которым проводилась обработка результатов экспериментов.

На рис. 4.7 показана полностью собранная установка для проведения сравнительных испытаний модели платформ с жестким базированием на треноге, с установленными зеркальными марками цели (призмами), и с навешанными грузами.



Рис. 4.5 Установка для проведения сравнительных испытаний моделей платформ из сплавов АМГ6 и САС-1-50

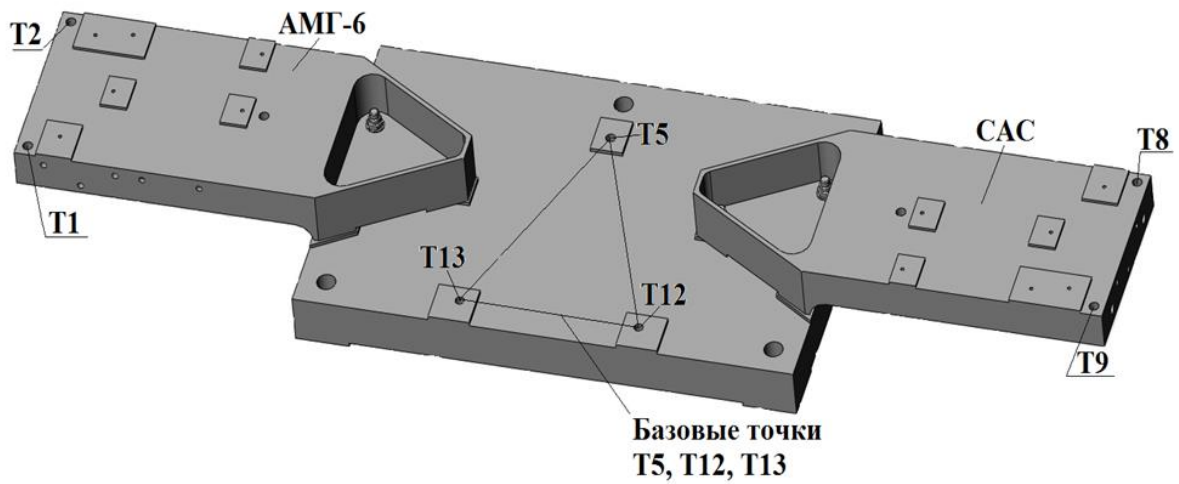


Рис. 4.6 Общий вид установки моделей платформы для испытаний и основные точки измерений, по которым проводилась обработка результатов экспериментов

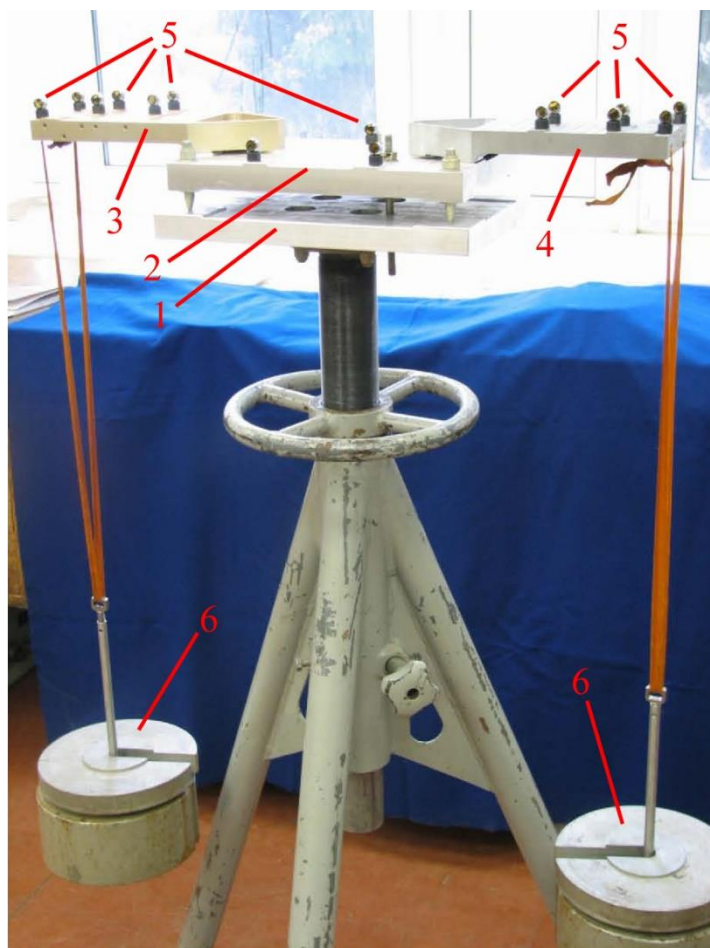


Рис. 4.7 Установка для проведения сравнительных испытаний моделей платформ сплавов АМг6 и САС-1-50

Она содержит следующие основные элементы: 1. переходная плита; 2 плита базирования моделей платформ; 3 модель платформы из сплава АМг6; 4 модель платформы из сплава САС-1-50; 5. зеркальные марки цели (призмы), установленные на подставках, ввинченных в модели платформ и плиту базирования (базу); 6. грузы с измеряемой нагрузкой.

В комплект системы измерений АРІ Тгаскер 3 входят также высокоточные лазерные измерители расстояния на базе абсолютного дальномера (ADM) и интерферометра (IFM).

В работе проводились следующие виды испытаний сравнительных сравниваемых сплавов на размерную стабильность в условиях микродеформации при внешних воздействиях.

1. Испытания на статические нагрузки.

Модели платформ нагружались статической нагрузкой от уровня напряжений, которые могут возникать в данной детали в процессе производства и хранения изделий на земле, до напряжений, соответствующих полетным уровням на участке выведения РН. Выполнялся цикл кратковременных статических нагружений с шагом 5 кг до максимальной силы 25 кг. Нагружение проводили по схеме, показанной на рис. 4.8. Испытания проводились по заданной программе и продолжались несколько суток с измерением координат основных точек моделей платформ сплавов АМгб и САС-1-50 под нагрузкой и после снятия нагрузки. Обработанные результаты измерений представлены на рис. 9. При анализе результатов экспериментов удобно сравнивать реперные точки 1 и 2 (модель платформы АМгб) с точками 8 и 9 (модель платформы САС-1-50), так как металл моделей в этих точках находится при равных и максимальных нагрузках (см. рис. 4.6). Результаты исследования показывают, что порошковый сплав САС-1-50 менее склонен к микродеформации, чем сплав АМгб, при испытании на длительные статические нагрузки.

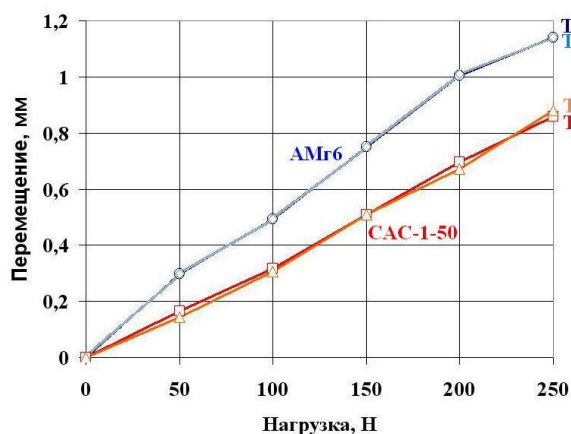
Статическая схема.



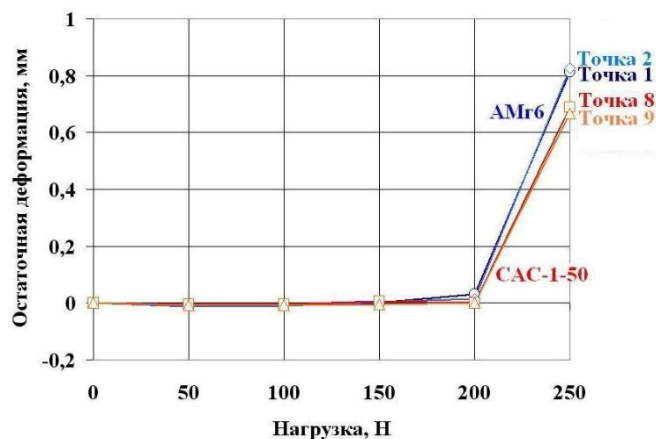
Рис. 4.8 Схема приложения нагрузки при стендовых испытаниях платформ сплавов АМгб и САС-1-50

2. Испытания на сохраняемость показателей стабильности

При данном испытании, модели платформ нагружаются до уровня напряжений, которые могут возникать в них от гравитации в процессе хранения изделий. Данная система, установленная в помещении с нормальными климатическими условиями в течение всего периода испытаний. Замер координат реперных точек моделей платформы из АМг6 и САС-1-50 проводился в начале испытаний и через 23 суток после выдержки. Усредненные (обработанные) результаты по данному виду испытаний наносят на график или гистограмму (рис. 10). Результаты испытаний показали, что стабильность размеров до и после испытаний в течение 23 суток у сплава САС-1-50 выше, чем у АМг6.



(а)



(б)

Рис. 4.9 Абсолютные (а) и остаточные (б) перемещения реперных точек модельных платформ в процессе повторных кратковременных статических испытаний

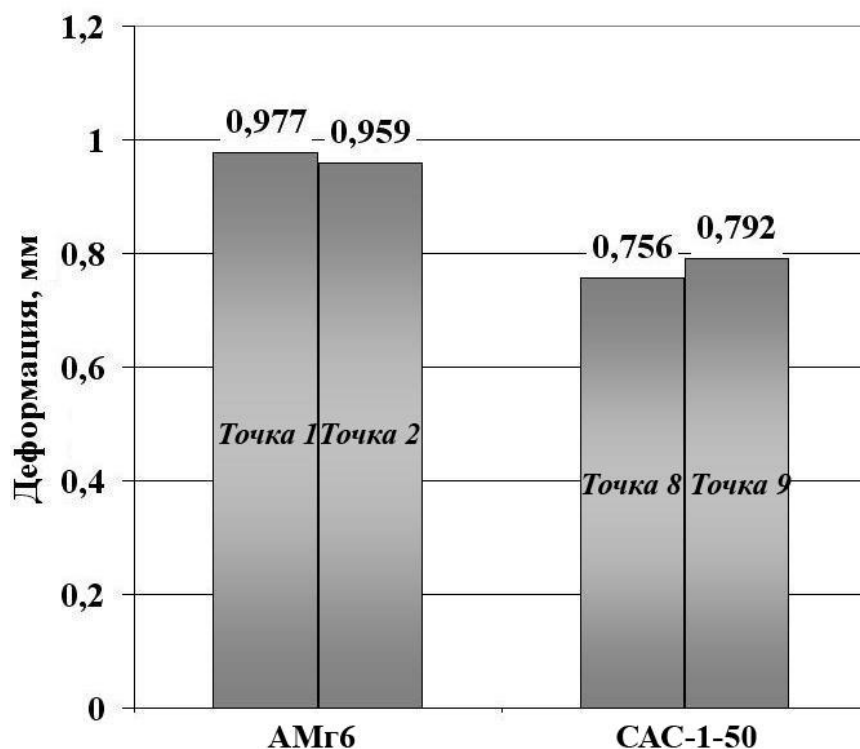


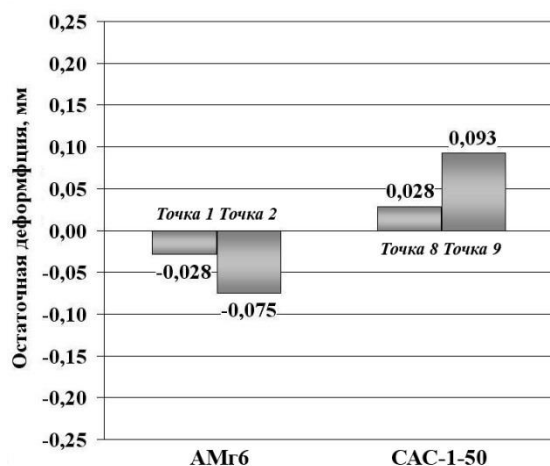
Рис. 4.10 – Относительная деформация модельных платформ после испытаний на стабильность размеров в течение 23 суток

3. Испытания на воздействие повышенных и пониженных температур

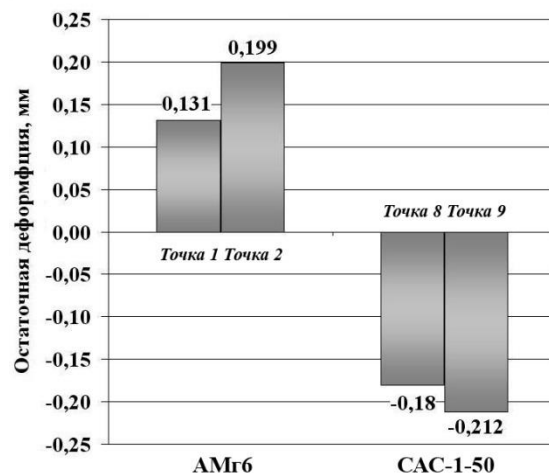
При сравнительных испытаниях сплавов при повышенных температурах устройство с двумя моделями платформ сняли с переходной плиты треноги (см. рис. 4.7) и поместили в термостат. Устройство с моделями нагревали до температуры плюс (70^{+5}) °С и выдерживали при этой температуре ($2 \pm 0,1$) часа. Затем понизили температуру в термостате до нормальных климатических условий и достали устройство из термостата. Провели измерение координат базовых точек моделей платформы в начале и в конце эксперимента.

Сравнительные испытания на воздействие пониженных температур на величину остаточных деформаций в сплавах АМг6 и САС-1-50 осуществляли следующим образом. После замера координат базовых точек устройство с двумя моделями платформ сняли с переходной плиты треноги и поместили в термостат с наддувом азотом. Охладили устройство с моделями до температуры минус (70^{-5}) °С (контроль в термостате прибором «Термодат») и выдерживали при этой

температуре ($2 \pm 0,1$) часа, затем повышали температуру до нормальных климатических условий и провели измерение координат базовых точек моделей платформ. Усредненные результаты испытаний приведены в виде гистограмм на рис. 4.11.



70+5 °C, 2 часа



Минус 70-5 °C, 2 часа

Рис. 4.11 - Остаточная деформация реперных точек модельных платформ в процессе температурных испытаний

Поскольку критерием стабильности в условиях микропластической деформации являются сравнительно меньшие остаточные деформации после механических или температурных воздействий, то анализ сводных расчетных таблиц и графиков (рис. 9-11) позволил сделать вывод, что порошковый высокомодульный сплав SAC-1-50 превосходит по сопротивлению микропластическим деформациям AMg6 в среднем в 1,4 - 1,5 раз.

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4

1. С использованием дегазации и компактирования на вакуумном прессе с последующей изотермической деформацией на предприятии ОАО «Композит» разработана технология получения штампованных деталей модели «платформа» из порошкового заэвтектического силумина САС-1-50. При изготовлении этих деталей использованы технологические приемы, которые защищены патентом РФ на изобретение №2542046.

2. Сплав САС-1-50 превосходит АМг6 по физико-механическим свойствам, характеризующим сопротивление материала микропластическим деформациям: он имеет значительно более высокий модуль упругости, меньший ТКЛР, имеет более высокую теплопроводность, чем сплав АМг6, но существенно уступает ему в пластичности.

3. Стендовые сравнительные испытания на статические нагрузки, сохраняемость показателей стабильности в процессе хранения и от воздействия повышенных и отрицательных температур моделей платформ из сплавов САС-1-50 и АМг6, проведенные в НПО им. С. А. Лавочкина, показали, что сплав САС-1-50 по размерной стабильности в условиях микропластической деформации превосходит АМг6 в среднем в 1,4 раза.

ГЛАВА 5. РАЗРАБОТКА УСКОРЕННОГО МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМЕРНОЙ СТАБИЛЬНОСТИ И РЕЛАКСАЦИОННОЙ СТОЙКОСТИ И ИССЛЕДОВАНИЕ СОПРОТИВЛЕНИЯ МИКРОПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ КМ СИСТЕМЫ AL-SI

5.1 Разработка ускоренного метода определения размерной стабильности композиционных материалов

Условие обеспечения размерной стабильности деталей и узлов - одно из главных требований, которое предъявляется к материалам оптикоэлектронных приборов космической ориентации и навигации. Эти материалы должны иметь низкий ТКЛР и отвечать требованию обеспечения стабильности размеров деталей в течение длительного срока эксплуатации приборов (до 15 лет активной работы). Важность проблемы подчеркивает тот факт, что при определении координат космической ориентации доля нестабильности размеров этих деталей составляет 20-50% общей погрешности прибора.

Поэтому при разработке новых материалов важно иметь методику надежной и оперативной оценки их размерной стабильности.

В отечественной практике размерная стабильность материалов оценивается по длительным испытаниям на релаксационную стойкость [95]. В соответствии с ГОСТ 26007 испытания проводятся при температуре 20 °С на разных уровнях начального напряжения в течение 1000...5000 часов (20...200 суток). В процессе испытаний происходит понижение начального напряжения за счет перехода в образцах части упругой деформации в пластическую (релаксация напряжений). Критерием релаксационной стойкости и размерной стабильности является то максимальное напряжение, которое не вызывает релаксацию в момент завершения испытаний. Согласно ГОСТ 26007, экстраполяцию результатов разрешено пролонгировать не более чем на один порядок от исследованного диапазона времени. Это означает, что для необходимого нам прогноза поведения материалов на 5-20 лет, испытания на релаксацию в соответствии с гостированной методикой требуют времени более $4 \times 10^3 - 10^4$ часов (0,5-2 года). Кроме длительности

испытаний, методика их проведения выдвигает особые требования к мерительному инструменту, температурным и другим условиям измерений.

Недостатки стандартной методики очевидны. В связи с длительностью испытаний на релаксационную стойкость возможность использовать их для исследовательских целей при разработке новых перспективных материалов на основе системы Al-Si с малым ТКЛР исключается. Поэтому в России и за рубежом разрабатываются методики кратковременных испытаний для оценки размерной стабильности материалов.

За рубежом для оценки размерной стабильности используется прецизионный предел упругости *PEL* (*precession elastic limit*) или сопротивление микротекучести *MYS* (*micro yield strength*) с допуском на остаточную деформацию $10^{-4}\%$ [63]. Прецизионный предел упругости определяется по величине напряжения, при котором остаточная деформация материала не превышает некоторой предельной величины ($\sigma_{0,002}$ и $\sigma_{0,005}$). Сопротивление микротекучести соответствует напряжению, при котором отклонение от линейной зависимости « σ - ϵ » (напряжение – относительная деформация) соответствует тому же допуску на остаточную деформацию. По существу, эти две методики различаются только методом расчета прецизионного предела упругости и точностью измерения расчетных величин. При этом считается, что чем выше показатель прецизионного предела упругости (*PEL*) или сопротивления микротекучести (*MYS*), тем выше размерная стабильность.

В России также применяются различные методы испытаний на релаксацию напряжений. Самым распространённым среди них является метод кольцевых образцов (И. А. Одинг], метод тонких плоских пластин (А. Г. Рахштадт и М. А. Штремель) и др. Но эти методы для оценки размерной стабильности прецизионных сплавов системы Al-Si с низким ТКЛР по ряду причин не применяются. Используемые в отечественной практике испытания на релаксационную стойкость требуют очень большого времени (0,5-2 года), поэтому возникает необходимость в разработке методик, аналогичных *PEL* и *MYS*, характеризующих размерную стабильность при кратковременных испытаниях.

При очевидной привлекательности кратковременных испытаний по сравнению длительными, необходимо доказательство корреляции между ними на конкретных примерах составов сплавов, испытанных по этим методикам.

Кроме того, кратковременные испытания осложняются необходимостью использования высокоточного измерительного оборудования для регистрации деформации на нанометрическом уровне (уровни долей микрона) и точного контроля температуры испытаний.

Ниже представлена разработанная методика определения *PEL* и *MYS*, применительно к оборудованию фирмы «*Schenck*» (в настоящее время дочерняя фирма «*Instron*»), а также проведена сравнительная оценка этих показателей и релаксационной стойкости сплава САС-1-50 и композиционных материалов Al-Si.

Объектами исследования являлись полуфабрикаты сплавов, полученных по следующим технологиям:

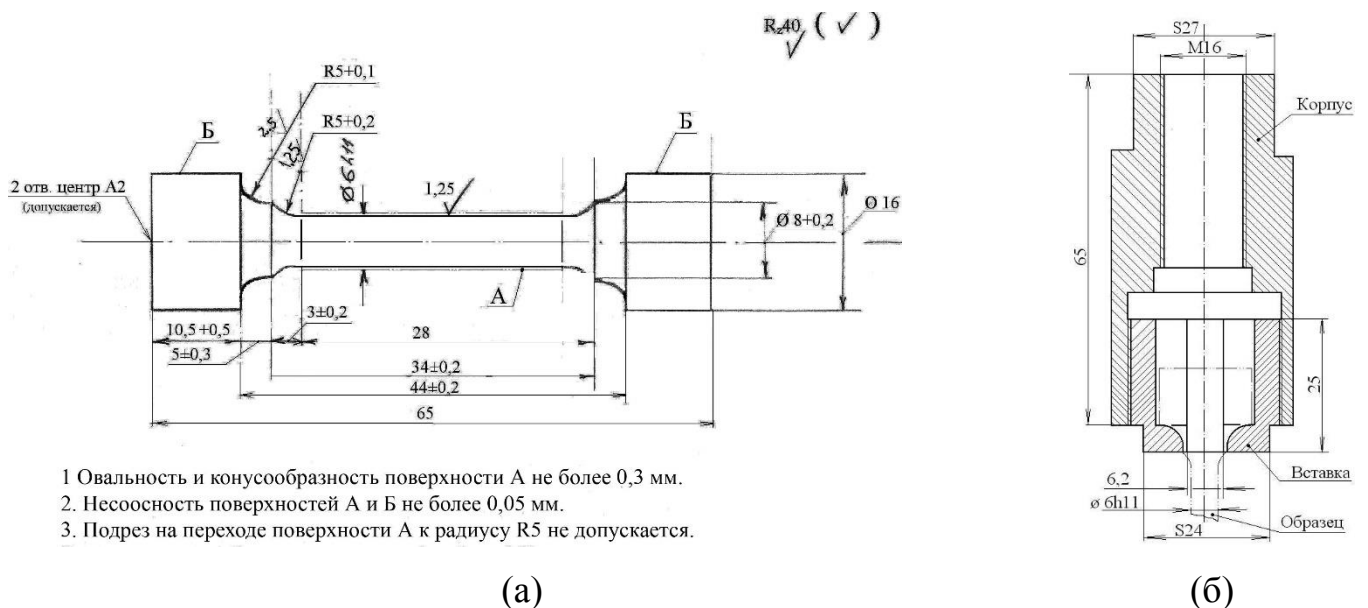
- пресованные прутки сплава САС-1-50 диаметром 50 мм (коэффициент вытяжки при пресовании $k_e \approx 4$), которые были изготовлены из компактных заготовок (брикетов) диаметром 70 мм, полученных на вакуумном прессе [96] из порошка, распыленного из расплава со скоростью охлаждения при кристаллизации 10^4 - 10^5 град/с;
- компактные заготовки (брикеты), полученные на вакуумном прессе из механически легированных в необходимой пропорции композиций быстрозакристаллизованного порошка Al - 15-30% Si - 0-5%Ni и дисперсного (<2 мкм) кремния;
- газостатированные компактные заготовки диаметром 70 мм из сплава АКП-1М, полученного смешиванием порошков САС-1-50 и кремния размером ≤ 50 мкм.

Компактирование во всех случаях выполняли после предварительной дегазации порошков и порошковых композиций по режимам, установленным по результатам исследований [97].

Показатели прецизионного предела упругости при кратковременных испытаниях в соответствии с методиками *PEL* и *MYS* определяли при растяжении

специальных образцов, соответствующих ГОСТ 1497, с диаметром и длиной рабочей части 6 и 28 мм соответственно, устанавливаемых в специальных захватах (рисунок 5.1). Образцы и захваты выполнялись с минимальными допусками на овальность, конусообразность и несоосность поверхностей, что обеспечивало наиболее точную центровку в испытательной машине и минимальную погрешность при испытаниях.

Испытания проводили на машине «*Schenck-Trebel*» *RMC-100* с механическим приводом подвижной траверсы. Деформацию измеряли наиболее точным имеющимся в нашем распоряжении тензометрическим датчиком *Schenck DSA25/10* с базой 25 мм. Перед испытаниями образцовым динамометром проверяли усилитель канала нагрузки и на высокоточном калибраторе фирмы «*Instron*» калибровали датчик, обращая внимание на диапазон малых нагрузок (до 5 кН) и деформаций (до 1-10 мкм).



- 1 Овальность и конусообразность поверхности А не более 0,3 мм.
2. Несоосность поверхностей А и Б не более 0,05 мм.
3. Подрез на переходе поверхности А к радиусу R5 не допускается.

Рис. 5.1 Образец (а) и захваты (б) для крепления образца
в испытательной машине

Скорость нагружения выбрали равной 0,1 мм/мин, что соответствует скорости относительной деформации рабочей части $6,66 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$.

Чтобы исключить влияние температуры в помещении лаборатории, образцы при испытаниях помещали в термостат со стабилизированной температурой ($30 \pm 0,1$) °С, расположенный в рабочем пространстве испытательной машины (рисунок 5.2). Время стабилизации температуры 30 °С на первом испытываемом образце составляло не менее 1 часа, последующих (после стабилизации температуры оснастки) – 15-20 мин. Контроль необходимого времени нагрева производится по стабилизации исходных показаний тензометрического датчика.



Рис. 5.2 Испытательная машина «Schenck-Trebel» RMC-100 с термостатом «VEB TIR Fritz Heckert».

Точный контроль температуры во время испытаний необходим, т.к. отклонение температуры (Δt) при испытаниях на 1°С приводит к изменению длины рабочей части образца на величину, соизмеримую с измеряемой деформацией. Так, для сплава САС-1-50:

$$\Delta \delta = \alpha \times \Delta t \times l_0 = 15 \times 10^{-6} \times 1 \times 28000 = 0,42 \text{ мкм}, \quad (2)$$

где α – температурный коэффициент линейного расширения.

Регистрацию результатов испытаний вели в компьютерном файле. Измерения, достаточные для статистической надежности оценки прецизионного предела упругости, выполнялись не менее, чем на трех-пяти образцах на точку.

Для определения прецизионного предела упругости (методика, аналогичная *PEL*) использовали метод последовательного нагружения с замером остаточной деформации после разгрузки образца. По диаграммам растяжения, записанным для каждого цикла нагружения и разгрузки в компьютерный файл, определяли остаточную деформацию после каждого цикла. Методика определения остаточной деформации для одного цикла «нагружение – разгрузка» показана на рис. 5.3

$$\delta_n = \delta_B - \delta_A,$$

где δ_B и δ_A – деформация по диаграмме растяжения в конце и в начале цикла.

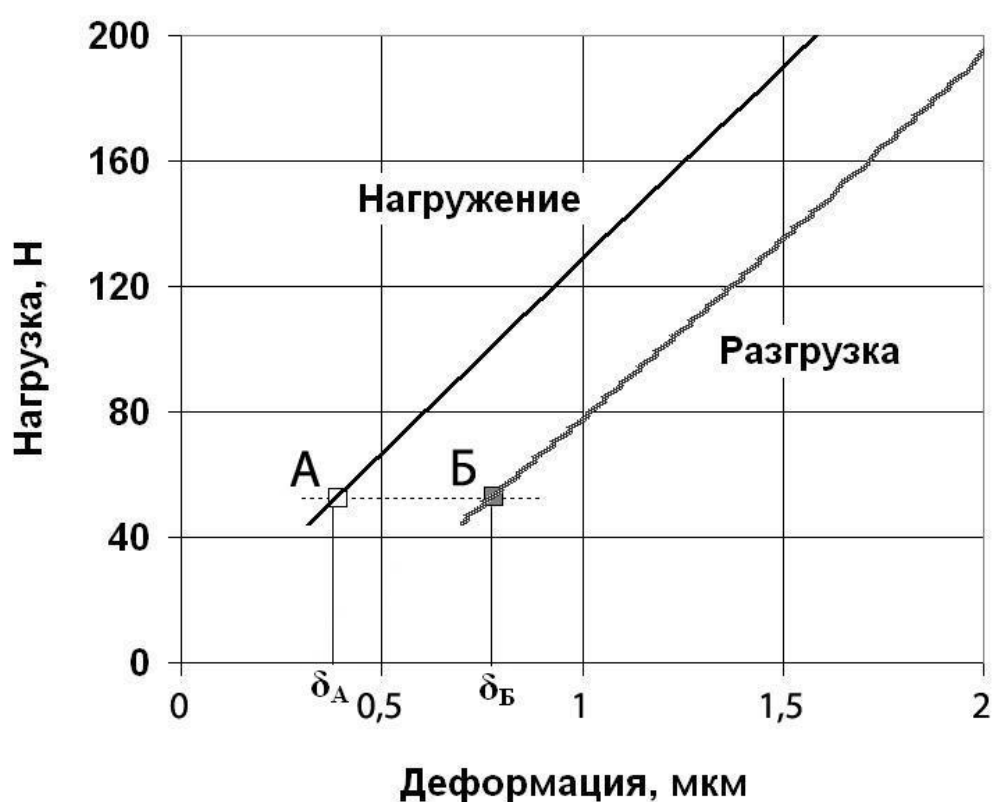


Рис. 5.3 Фрагмент диаграммы растяжения для одного цикла «нагружение – разгрузка»

По результатам измерений определяли суммарную остаточную деформацию по мере возрастания нагрузки в соответствии с алгоритмом нагружения:

$$\delta_{\Sigma} = \delta_1 + \delta_2 + \dots + \delta_i.$$

При использовании метода последовательного нагружения с замером остаточной деформации нагрузку последовательно повышали от 750 Н, с шагом 125-500 Н (15-20% величины предыдущего уровня нагрузки), до достижения

остаточной деформации образца $\approx 0,01\%$, после чего образец доводили до разрушения. Величина растягивающего усилия при разгрузке составляла 50Н.

Прецизионный предел упругости определяли по итоговой диаграмме «относительная деформация - напряжение». На нее наносятся экспериментальные точки, записанные в каждом файле «нагружение-разгрузка» и проводится кривая растяжения (рисунок 5.4). На этой диаграмме определяют значения предела упругости $\sigma_{0,002}$ и $\sigma_{0,005}$.

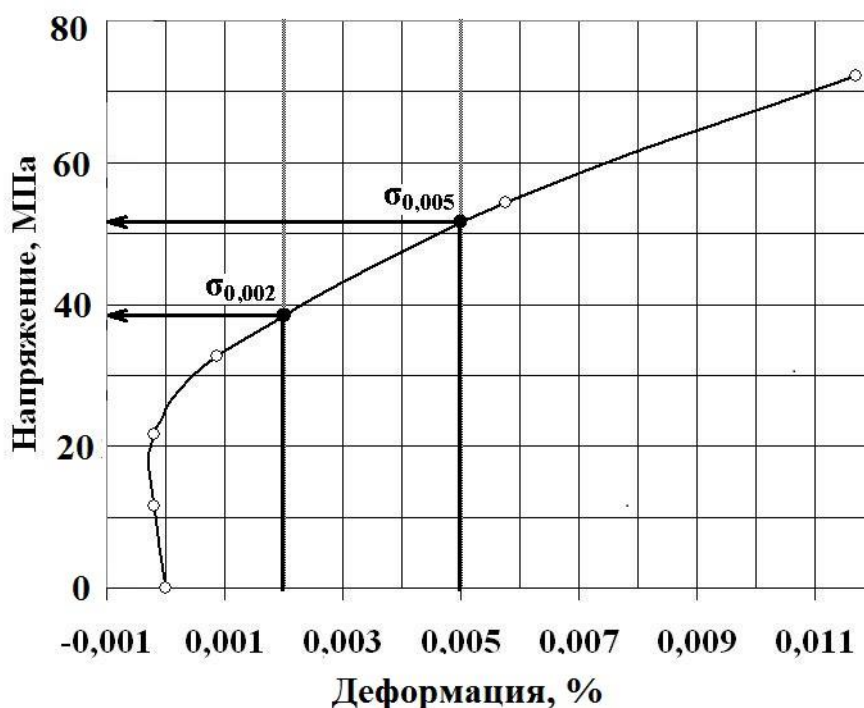


Рис. 5.4 Фрагмент диаграммы растяжения в области нахождения прецизионного предела упругости

Стабильная, относительно линейная зависимость накопленной микропластической деформации от нагрузки композиционных материалов Al-Si-Ni соответствует остаточной деформации $>0,001\%$, что позволяют с помощью предложенной методики и оборудования уверенно определить прецизионный предел упругости при допуске на остаточную деформацию $1-5 \cdot 10^{-3}\%$ ($\sigma_{0,001-0,005}$, где нижний индекс соответствует допуску на остаточную деформацию при испытаниях). В области меньшей микропластической деформации имеет место нестабильность, связанная с тем, что погрешность измерения соизмерима с

измеряемым показателем, а также с возможным нестабильным положением датчика на образце при малой нагрузке.

Показателем размерной стабильности по параметру микротекучести является величина напряжения, которое вызывает отклонение от линейной зависимости микродеформации от нагрузки, соответствующее допуску на остаточную деформацию. Определение сопротивления микротекучести производилась по диаграмме растяжения, записанной в компьютерный файл (рисунок 5.5). Для примера, показанного на рисунке 5.5, $\sigma_{0,002}$ определяет точка пересечения пунктирной прямой с диаграммой растяжения, а $\sigma_{00,005}$ – точка пересечения штрихпунктирной линии с экспериментальной кривой растяжения. Приведенные на рисунке уравнения контролируют и угол наклона экспериментальной кривой, и величину остаточной деформации.

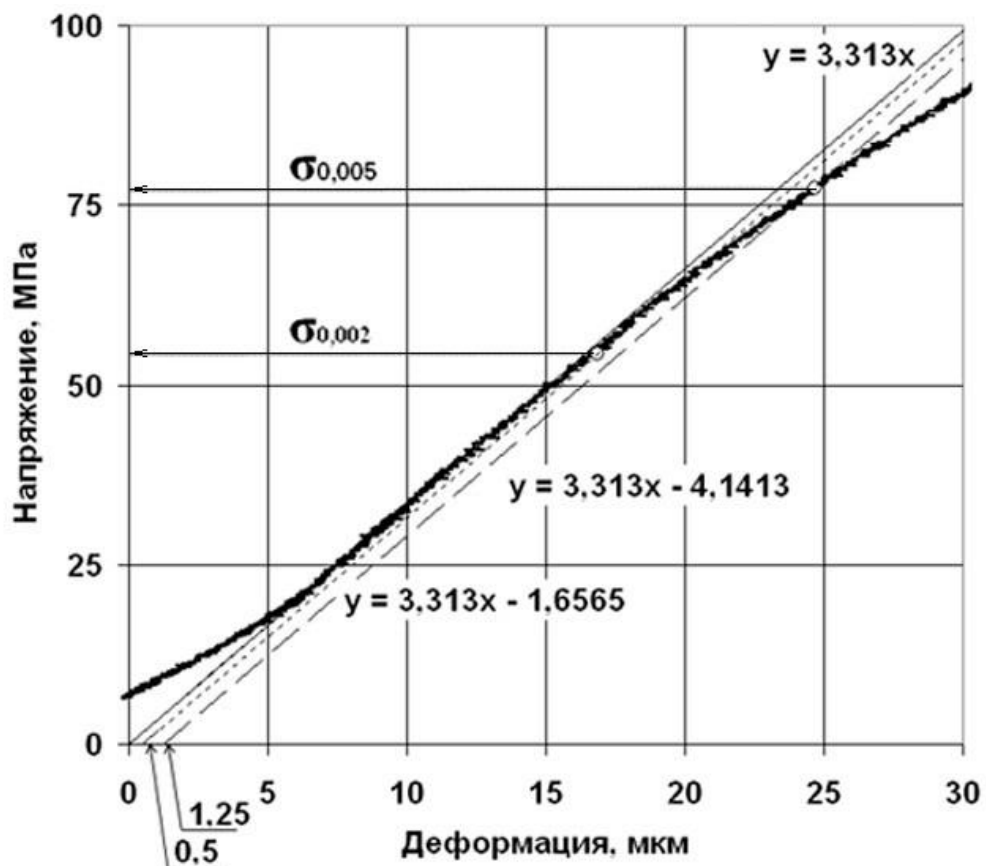


Рис. 5.5 Определение сопротивления микротекучести по диаграмме растяжения.

Если на диаграмме растяжения нет четко выраженной прямолинейности начального участка диаграммы, то осуществляется промежуточная разгрузка (рис. 5.6 а,б). В этом случае по восходящей ветви петли гистерезиса после разгрузки определяется прямолинейный участок AB и на линии растяжения фиксируется точка перегиба K .

Через точку перегиба кривой растяжения (K) на восходящем ее участке диаграммы нагружения проводится прямая, параллельная AB (см. рисунок 5.6б). При достаточно большом масштабе диаграммы растяжения величину предела упругости можно определить графически прямо на этой диаграмме (рис. 5.6б). В первую очередь продолжают прямолинейный участок до пересечения с осью деформаций в точке O , которую принимают за новое начало координат, исключая таким образом искажения из-за недостаточной жесткости машины и настройки тензометра. По оси растяжения в соответствии с масштабом откладывают отрезки OD и OE , соответствующие величине остаточного удлинения. Из точек D и E проводятся прямые, параллельные OC . Уравнения, которые рассчитывает компьютер показывают, что построение проведено правильно. Точки пересечения этих прямых с диаграммой соответствуют сопротивлению микротекучести при установленном допуске на величину остаточной деформации.

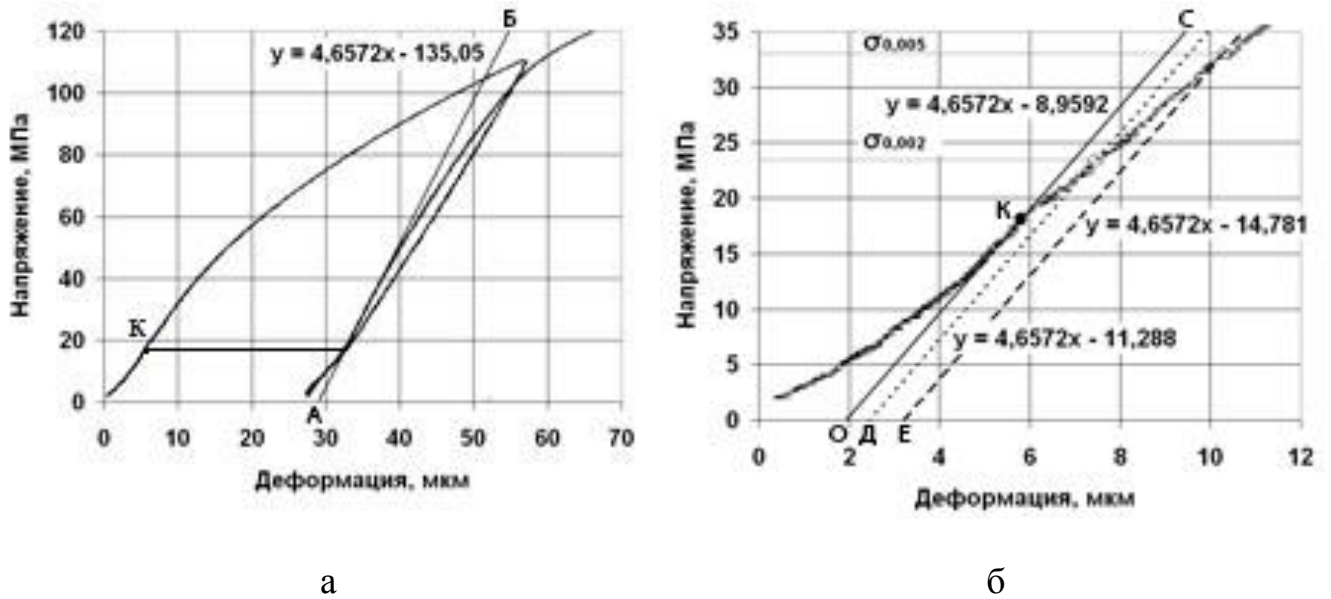


Рис.5.6 Определение сопротивления микротекучести при нечетко выраженном прямолинейном участке диаграммы:
 а - фрагмент диаграммы, иллюстрирующий методику выбора прямолинейного участка **АВ** на восходящей линии петли гистерезиса
 б – методика выбора нового начала координат и определение сопротивления микротекучести

5.2 Сравнительные испытания разработанной методики со стандартной и оценка их корреляции

При использовании кратковременных испытаний с определением прецизионного предела упругости и сопротивления микротекучести с допуском на остаточную деформацию $1-5 \times 10^{-3}\%$ возникает вопрос о корректности этих двух методик при оценке релаксационной стойкости порошковых материалов системы Al-Si. В определенной степени ответ на него дают испытания на релаксацию напряжений.

На рис. 5.7 представлены результаты испытаний КМ с высоким содержанием кремния на релаксационную стойкость при температуре 20 °С.

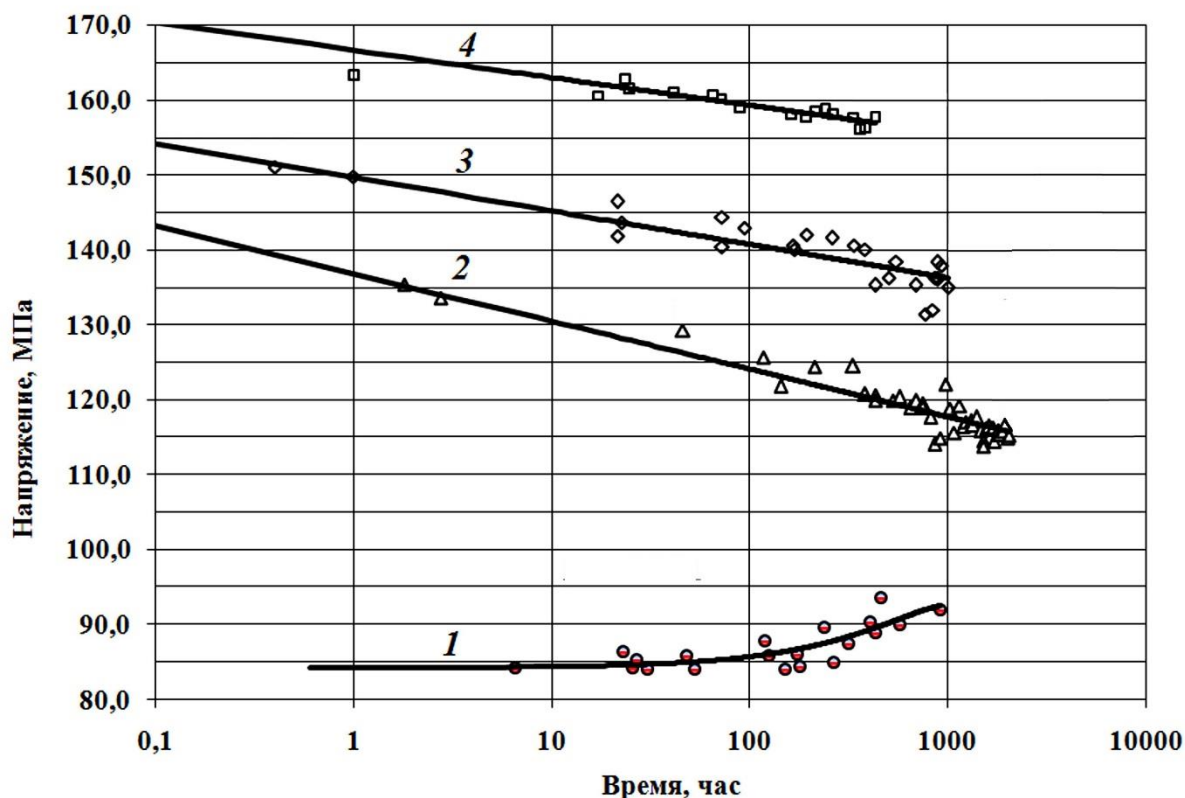


Рис. 5.7 - Зависимость напряжения от продолжительности испытаний на релаксационную стойкость КМ при разных значениях начальной нагрузки

Испытания проводили в пределах 1000-5000 ч (40-200 суток) на четырех уровнях начального напряжения. В случае начального напряжения 140–170 МПа нагрузка непрерывно снижается. При начальном напряжении 90 МПа за 1000 ч испытаний нагрузка не снизилась. Экстраполяция результатов испытаний при начальном напряжении 137–167 МПа на один порядок по времени, допустимая по ГОСТ 26007, показывает, что в пределах времени эксперимента ни на одном из уровней напряжение не снижается до величины 90 МПа. Значения прецизионного предела упругости этого сплава при допуске на остаточную деформацию $5 \cdot 10^{-3} \%$, а тем более $2 \cdot 10^{-3} \%$, ниже этого напряжения (табл. 5.1).

Механические и физические свойства порошковых композиционных материалов системы Al-Si.

Марка (изготовитель)	ТКЛР, $1/^\circ\text{C}\cdot 10^6$	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\sigma_{0,002}$, МПа	$\sigma_{0,005}$, МПа	δ_5 , %
САС-1-50 (КУМЗ)	14-16	216-275	-	9,5- 24,5*	1-1,5
АКП-1М (ВИЛС, НПЦ АП им. Пилюгина)	12-13	230-240	27-48* 48-56**	45-57* 58-65**	0,15-0,4
Компал-301 (ОАО «Композит»)	9,5-11	220-240	48-56* 62-63**	60-75* 91-92**	0,1-0,2

* прецизионный предел упругости определялся при кратковременных испытаниях разрывных образцов, аналогично PEL

** сопротивление микротекучести определялось при кратковременных испытаниях разрывных образцов, аналогично MYS

Таким образом, величина прецизионного предела упругости, аналогичные методикам *PEL* и *MYS* при допуске на остаточную деформацию $(1-5)\cdot 10^{-3}$ % как характеристика размерной стабильности исследованных материалов в пределах $(1-5)\cdot 10^4$ ч работы, вполне корректна.

Предложенная методика позволила с высокой степенью достоверности классифицировать материалы по их предрасположенности к микродеформации. На рисунке 5.8 представлены результаты сравнительных испытаний брикетов из порошка САС-1-50 и Компал-301.

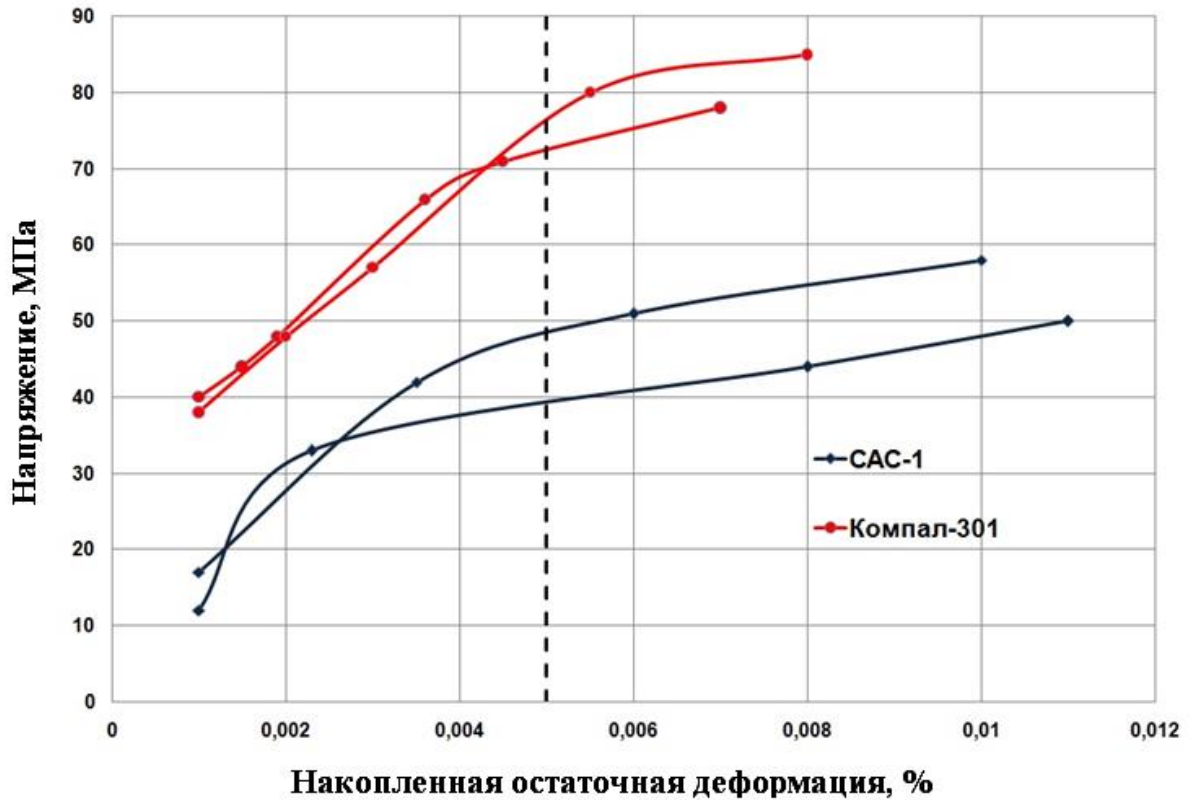


Рис. 5.8 Сравнительные результаты испытаний на определение прецизионного предела упругости сплавов Компал-301 и САС-1-50

Хотя для исследуемых материалов диапазон разброса значений $\sigma_{0,002}$ и $\sigma_{0,005}$ достаточно широкий, сравнение показывает преимущество по размерной стабильности КМ Компал-301, полученного механическим легированием.

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5

1. Разработана методика ускоренных испытаний на релаксационную стойкость порошковых композиционных материалов системы Al-Si с высоким содержанием кремния по значениям прецизионного предела упругости.

2. Сравнительные испытания композиционных материалов с различным содержанием кремния и изготовленных с помощью разных технологий по разработанной методике и стандартной методике по ГОСТ26007 показали, что разработанная методика вполне корректна стандартной.

3. Разработанная методика может быть использована для классификации материалов по их релаксационной стойкости при допуске на остаточную деформацию $(1-5) \cdot 10^{-3}$ % как характеристики размерной стабильности в пределах $(1-5) \cdot 10^4$ ч работы.

ГЛАВА 6. РАЗРАБОТКА НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ AL-SI-NI АЛЮМИНИЕВОГО ПОРОШКОВОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА И ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ ИЗ НЕГО ЗАГОТОВОК

6.1 Выбор состава композиционного материала

Развитие техники требует разработки материалов со специальными свойствами, которые получают с использованием новых технологических процессов их производства [1,3,5]. Потребность в новых материалах обусловлена задачами по улучшению характеристик изделий, расширению температурного диапазона работы материалов, защите объектов техники от воздействия дестабилизирующих факторов при эксплуатации и другими.

Одним из перспективных направлений создания легких коррозионностойких материалов с низким ТКЛР является использование заэвтектических сплавов системы Al-Si – силуминов [98-103]. Это связано с тем, что ТКЛР снижается практически пропорционально концентрации в сплаве кремния, а ТКЛР кремния в шесть раз меньше, чем у алюминия [18]. Уровень свойств заэвтектических силуминов зависит от структурного состояния кремниевой фазы, и чем дисперснее эта фаза, тем выше свойства. Поэтому для диспергирования структуры в работе использовали метод быстрой кристаллизации [1]. Этот метод позволял получить сплавы на основе системы Al-Si с другими добавками с широким диапазоном физико-механических свойств: пониженным ТКЛР, достаточно высокими прочностными характеристиками, высоким модулем упругости, высокой размерной стабильностью и т.д.

Порошковый алюминиевый сплав САС-1 (Al-25..30%Si-5...7%Ni) благодаря малой плотности и низкому ТКЛР ($14-16 \times 10^{-6}$ 1/град) получил широкое применение в прецизионном приборостроении [1,5].

Задачи новой техники требуют дальнейшего снижения величины ТКЛР, повышения стабильности размеров при сохранении низкой плотности материала, присущей алюминиевым сплавам.

При создании новых материалов с более низким ТКЛР был выбран путь введения в матричные порошковые сплавы компонентов с возможно меньшим ТКЛР, чем у САС-1-50. Принято считать, что ТКЛР гетерогенных систем аддитивно складывается из ТКЛР фаз, входящих в состав материалов. Это позволило провести расчет физических свойств смесей с дисперсными добавками, который показал, что для получения ТКЛР уровня $(9-11) \times 10^{-6}$ 1/град в матричный сплав необходимо ввести 15...30 масс.% дисперсных частиц Si, Si₃N₄, SiC, Al₂O₃.

Однако, для методов порошковой и гранульной металлургии, концентрация кремния 30% в заэвтектических силуминах является предельной, т.к. скорости кристаллизации, присущие этим методам недостаточны для диспергирования структуры: первичные кристаллы кремния остаются крупными и резко снижают технологическую пластичность.

Поэтому для получения порошковых композиционных материалов использовалась технология, в которой совмещали метод быстрой кристаллизации матричных порошков и активационное механическое легирование элементами с меньшим значением ТКЛР в атриторе с энергонасыщенностью 3-10 кВт/кг.

Для исследования выбраны композиции с содержанием кремния от 35 до 50%. Опробовано также влияние на плотность и ТКЛР дисперсных карбидов, нитридов и окислов.

При разработке новых материалов с более низкими, чем у САС-1-50, значениями ТКЛР был выбран путь дополнительного легирования матричного сплава методом механического легирования компонентов с высокой температурой плавления и, следовательно, с высокой прочностью связей между атомами. Анализ научной и справочной литературы [22,105] показал, что такими компонентами, помимо кремния, могут являться частицы соединений Si₃N₄, SiC₄, Al₂O₃.

В таблице 6.1 приведены физические свойства этих соединений, а также данные теоритического расчета возможного понижения плотности и ТКЛР при дополнительном легировании базовой композиции при различной концентрации в сплаве. При расчетах было принято, что изменение ТКЛР и плотности подчиняется

правилу аддитивности при изменении содержания компонента, а отсчет начинается со значений плотности САС-1-50 (2700 кг/м³) и ТКЛР (15 x 10⁻⁶ 1/град).

Таблица 6.1

**Физические свойства композиции «САС-1-50 - упрочняющая фаза»,
полученные расчетным путем**

Упрочняющая фаза	Физические свойства			Содержание упрочняющей фазы	Расчетные свойства	
	T _{пл} , °С	γ, кг/м ³	ТКЛР, 10 ⁶ °С ⁻¹		ТКЛР, 10 ⁶ °С ⁻¹	γ, кг/м ³
Si	1414	2390	2,54	15	12,88	2640
				20	11,53	2600
				40	9,57	2540
Si ₅ N ₄	1900	3200	3,4	20	12,98	2790
				30	11,92	2830
				40	10,82	2890
SiC	2560	3220	3,8	20	12,98	2790
				30	11,92	2830
				40	10,82	2880
Al ₂ O ₃	2040	3500	7	30	13,01	2900
				40	12,20	2970

Данные таблицы 6.1 показывают, что Si во всех отношениях превосходит керамические компоненты (Si₃N₄, SiC₄, Al₂O₃): он имеет самую низкую плотность и наименьшие значения ТКЛР. Расчеты показывают, что для получения значений ТКЛР 9-11 x 10⁻⁶ 1/град необходимо дополнительно ввести порядка 15-30% добавок дисперсных частиц.

6.2 Отработка выбранных составов и изготовление опытных партий компактных заготовок

Для проверки теоретических расчетов были изготовлены четыре состава сплавов, в которых в качестве матрицы был выбран непосредственно порошок САС-1-50, а в качестве легирующей добавки вводили только порошок кремния в количестве 30% в одном составе, а в остальных составах совместно с кремнием вводили дисперсные порошки керамических частиц, так, что суммарное количество легирующих добавок составляло 5-29%, из них 5% Si_3N_4 , 5% SiC_4 и 10% Al_2O_3 , остальное кремний. При механическом легировании смесь порошков матричного сплава и дисперсных добавок подвергалась обработке в высокоэнергетических аппаратах.

Все композиции, полученные механическим легированием, компактировались на вакуумном прессе в виде экспериментальных брикетов с целью определения оптимального состава. Исследования плотности брикетов композиционных материалов показали, что наилучший результат (99% от теоритической плотности) получен при использовании в качестве легирующей добавки кремния. Все остальные сплавы, содержащие в своем составе керамические частицы, отличались пониженной плотностью по сравнению с теоритическим расчетом, имеют повышенную хрупкость, из них не удалось изготовить образцы для механических испытаний.

Поэтому в дальнейших исследованиях в качестве легирующей добавки при механическом легировании использовали только дисперсных порошок кремния. Для сравнения был приготовлен порошковый сплав САС-1-50. Составы исследованных сплавов и их свойства приведены в таблице 6.2.

Из таблицы следует, что ТКЛР снижается по мере повышения кремния в механически легированных композиционных материалах и имеет минимальные значения на уровне $9,5-11,5 \times 10^{-6}$ 1/град у сплава Al-45%Si-3%Ni. Следствием высокой дисперсности кремния в механически легированных композициях является существенное повышение прецизионного предела упругости. Так,

величина $\sigma_{0,005}$ КМ по сравнению с САС-1-50 увеличивается почти на порядок ($\sigma_{0,002}$ последнего ввиду незначительной величины вообще определить не удалось). Прочность исследуемых КМ независимо от содержания кремния близка к прочности САС-1-50. Однако недостатком всех исследуемых КМ является низкое относительное удлинение.

Таблица 6.2

**Состав и физико-механические свойства МЛ материалов
(в сравнении с САС-1-50)**

Состав, %	Плотность, кг/м ³	ТКЛР (20-150 °С), 1/ °С	σ_B , МПа	$\sigma_{0,002}$, МПа	$\sigma_{0,005}$, МПа	δ , %
Al-35Si	2550	14,0-14,5	198-245	38,5-57,0	42,75-62,4	0,13-0,25
Al-40,7Si	2530	13,5-14,0	194-287	47,0-57,5	-	0,19-0,35
Al-44Si	2520	11,0-11,5	214-284	52,0-64,0	-	0,11-0,25
Al-45Si-3Ni	2570	9,5-11,5	200-240	48,7-56,1	60,5-118,7	0,20-0,24
Al-30Si-7Ni (САС-1-50)	2700	14,0-16,0	216-275	-	14,0	0,5-1,0

Таким образом, проведенные исследования показали, что наилучшее сочетание физических и механических свойств имеет порошковый сплав состава Al-45%Si-3%Ni.

Поскольку задачей данного исследования является создание материала, у которого ТКЛР снижен до уровня значений с работающего с ним в контакте сталями, необходимо было определить предельные концентрации компонентов, чтобы в целом КМ отвечал этому требованию. Кроме того, необходимо было выполнить требование повышения релаксационной стойкости материала, которая в данных исследованиях оценивалась по значениям характеристики прецизионного предела упругости ($\sigma_{0,002}$).

Для уточнения содержания основных компонентов (кремния, никеля, углерода) и других было приготовлено пять составов опытных механически легированных порошковых сплавов. Для сравнения использовался сплав АКП-1М. Сплавы получали путем приготовления расплава, содержащего алюминий, кремний и никель и его распыления с получением порошка. Затем осуществляли механическое легирование в атриторе, добавляя в полученный быстрозакристаллизованный порошок кремний марки Кр00, предварительно размолотый до фракции менее 2 мкм. Содержание кремния в материале доводили до 35-46% в азотно-кислородной смеси, которая позволила повысить содержание оксида алюминия в материале до 3,5% (таблица 6.3).

Таблица 6.3

Химический состав и свойства опытных сплавов

Условный номер сплава	Содержание компонентов, %						Свойства		
	Si	Ni	Be	Al ₂ O ₃	C	Al	ТКЛР (20-150 ⁰ С), 1/град	Плотность, г/см ³	σ _{0,002} , МПа
1	45,8	5	0,045	2,9	2	осн.	9,94-10,75	2,57	39-57
2	42,8	3	0,001	1	1	осн.	10,44-10,46	2,6	51-57
3	35,7	2	0,0001	0,11	0,5	осн.	11,24-11,52	2,57	45-59
4	46,5	5,5	0,06	3,5	2,5	осн.	13,60-13,62	2,56	38-55
5	34,5	1	0,0001	0,05	2,8	осн.	14,16-14,44	2,66	38-56
АКП-1М	44,5	4	0,03	2	-	осн.	12,3-12,4	2,64	7,6-58

В качестве поверхностно-активной добавки в начале исследования были опробованы трансформаторное масло и стеарин. Однако эти вещества показали неудовлетворительные результаты по причине их разложения в процессе МЛ с образованием водорода. Поэтому технология МЛ была отработана с использованием в качестве поверхностно-активной добавки углерода. Нижний предел содержания углерода определялся необходимым смазывающим эффектом

при МЛ, предотвращающим комкование и налипание порошка, и составлял 1%, верхний предел определялся требованиями обеспечения физико-механических свойств, в частности ТКЛР, и составлял 2,5%. Углерод, играя роль смазки при МЛ, при больших концентрациях вступает во взаимодействие с алюминием и кремнием с образованием тонких дисперсных карбидов, способствуя снижению ТКЛР материала. Появление структурно свободного углерода нежелательно, т.к. в этом случае он приводит к повышению ТКЛР.

На основании проведенных исследований был определен состав порошкового композиционного материала на основе алюминия. Он имеет следующее соотношение компонентов, масс %:

35,0-46,0% Si; 2,0-5,0% Ni; 0,001-0,049% Be; 0,1-0,3% оксида алюминия; 0,5-2,0% С, Al – основа.

На этот сплав был получен патент РФ №2353689. В дальнейшем этому сплаву было присвоено название Компал-301.

6.3 Структура и свойства композиции Компал-301, полученной механическим легированием

Метод механического легирования используется для получения КМ из крупных шихтовых составляющих потому, что он обладает непревзойденными возможностями влиять на структуру и способствует получению КМ с уникальными физическими свойствами.

На основании микроструктурных исследований поверхности и внутреннего строения гранул на разных этапах МЛ можно отметить следующую последовательность формирования структуры КМ. В начале процесса, который длится первые 10-15 минут, происходит постепенное измельчение частиц кремния до размера менее 4-5 мкм, а матричных частиц до 30-50 мкм (рис. 6.1).

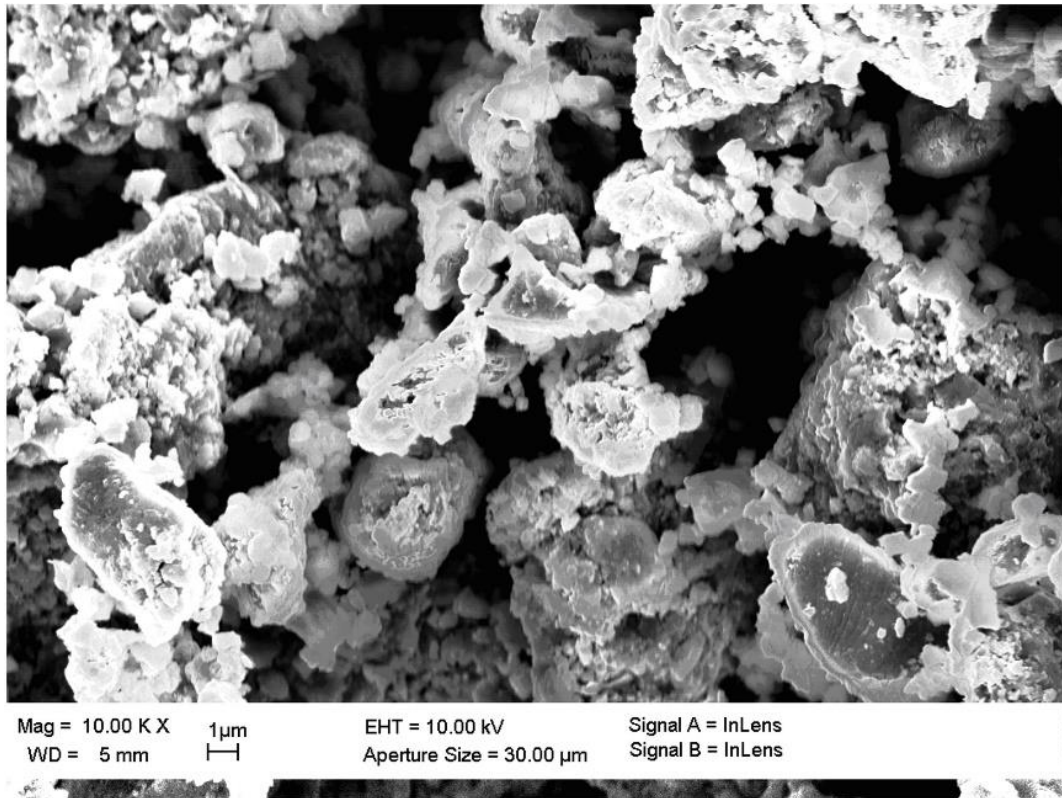


Рис. 6.1. Микроструктура поверхности порошковой композиции
Компал-301 после механического легирования

Данные по элементному составу и распределению элементов на поверхности частиц композиции (рис. 6.2) свидетельствует о присутствии Al, Ni, Si и O. Состав сильно зависит от анализируемой области. В ряде случаев в характеристическом спектре анализируемого участка отмечено присутствие углерода (рис. 6.3). Это связано с тем, что углерод входит в состав шихты материала введен в качестве основного компонента, как смазывающая добавка.

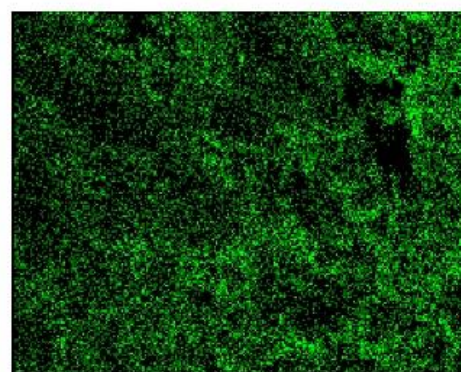
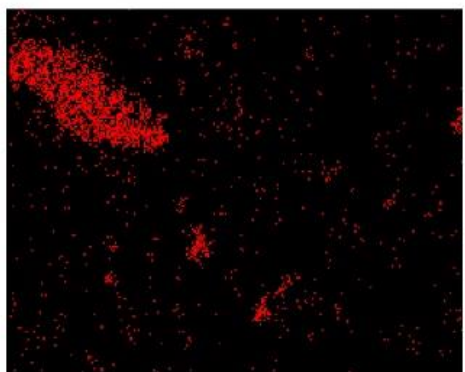
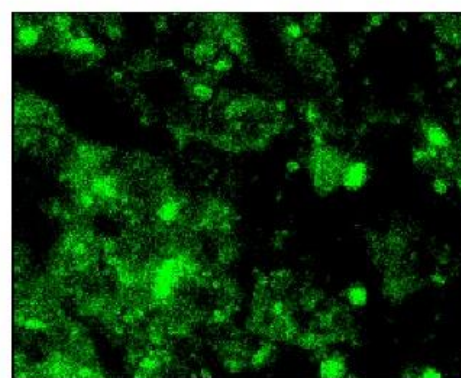
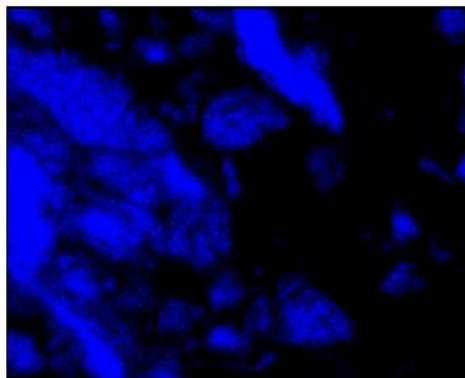
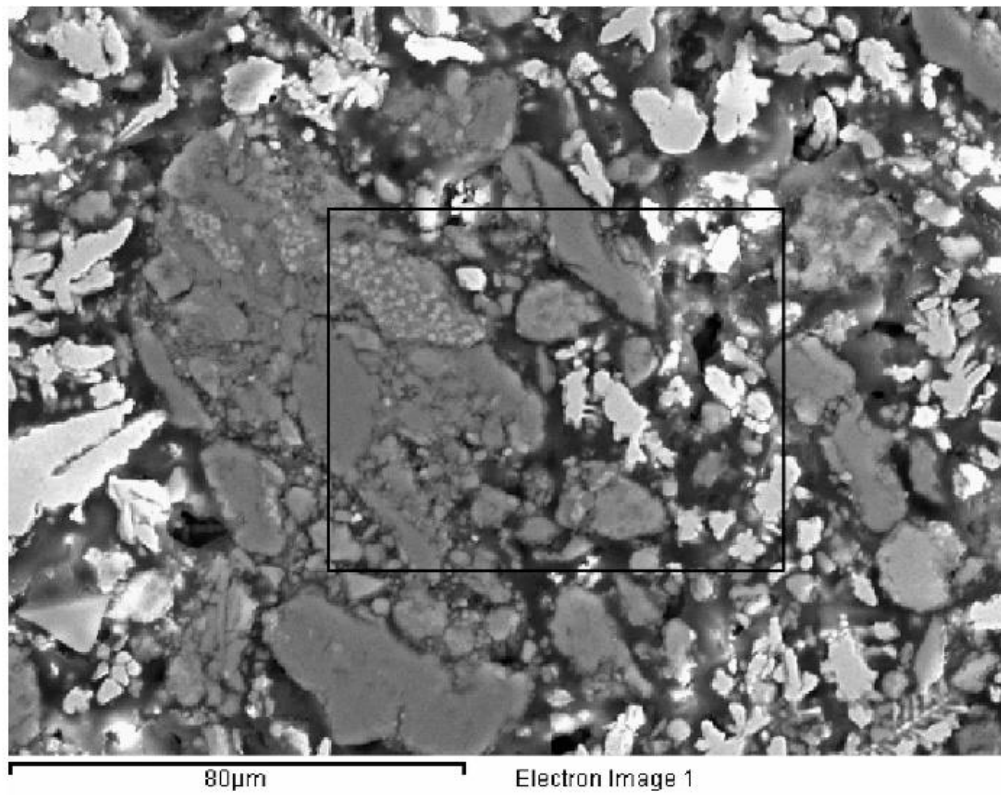
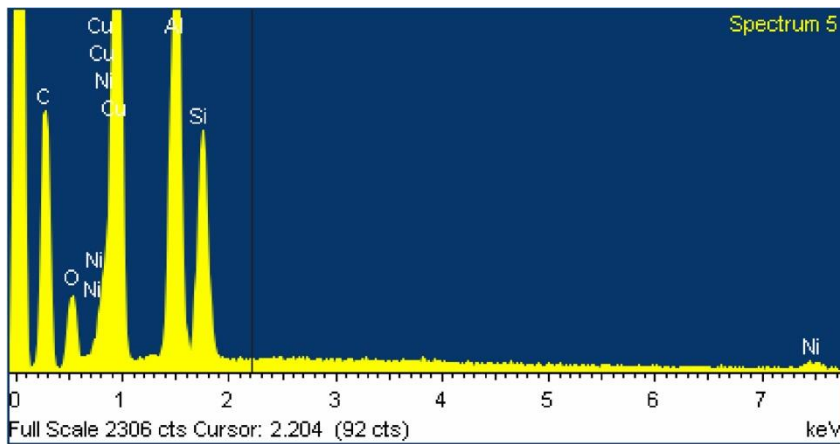


Рис. 6.2 Микроструктура сечения порошковой композиции
Компал-301 во вторичных электронах и в характеристических излучениях



Элемент	Атомные %
C	34.54
Si	16.84
Ni	0.80
O	19.62
Al	28.2

Рис.6.3 Рентгеновские спектры и элементный состав в сечении порошковой композиции

Изображение поверхности Компал-301 в характеристических излучениях подтверждает наличие в качестве основных фаз α_{Al} и Si, а также небольшого количества дисперсных частиц фазы Al_3Ni (рис. 6.4).

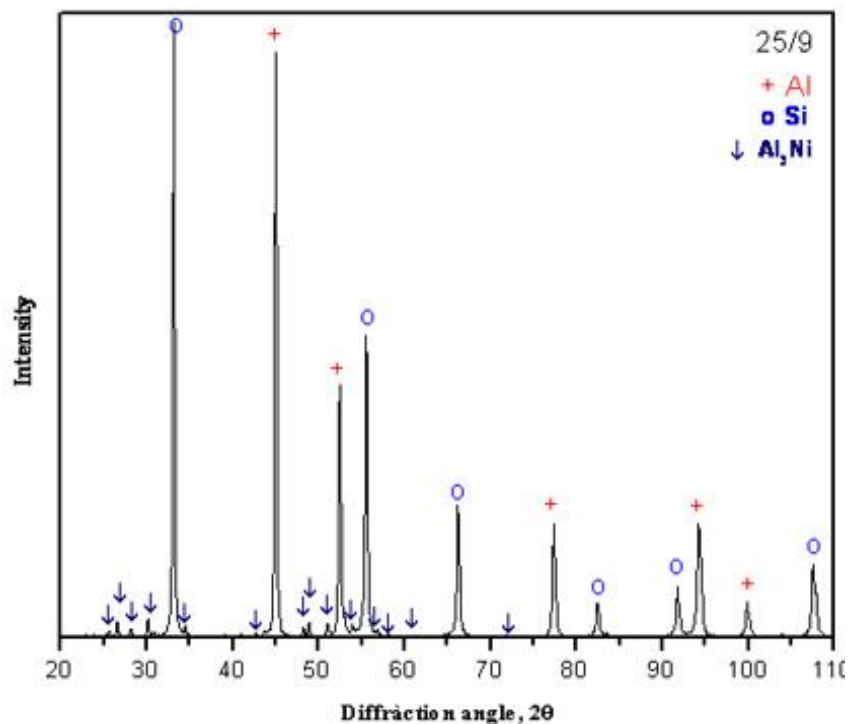


Рис. 6.4. Рентгеновские спектры и элементный состав на поверхности в композиции Компал-301

Вследствие наличия на поверхности алюминия оксида – фиксируется присутствие кислорода. На этом этапе происходит в основном автономное поведение компонентов шихты. Постепенно происходит внедрение упрочняющих частиц в поверхность гранул. Под действием мелющих тел, частицы кремния проникают в гранулу, а освободившееся место занимает другая частица упрочняющего элемента. Внедрившись в гранулу, частицы кремния подвергаются дополнительному измельчению. В объеме матрицы, упрочняющие частицы кремния попадают в результате сварки гранул между собой. В работах [106,107] обсуждается два механизма захвата упрочняющих частиц гранулами: путем множественного наслаивания сплюснутыми мелющими элементами гранул и их сварки между собой с захваченными частицами упрочняющих компонентов и механизм, по которому крупные частицы сминаются, изгибаются и захватывают в образовавшуюся полость частицы кремния и гранулы затем складываются и свариваются.

С увеличением времени обработки порошкового КМ в атриторе более 30 минут, слоистый характер структуры постепенно пропадает, а гранулы становятся монолитными образованиями с равномерно распределенными в них дисперсными частицами кремния. Дальнейшее измельчение частиц кремния возможно только в результате пластической деформации гранул при компактировании КМ в брикет.

На рисунках 6.5 и 6.6 показана микроструктура порошка на различных этапах изготовления КМ. На рисунке 6.5 показана микроструктура после 15 минут механического легирования, когда многие частицы кремния находятся уже на поверхности частиц матрицы, частицы сминаются, изгибаются и захватывают в образующиеся полости свободный кремний, однако имеется еще много автономно расположенных частиц кремния гранной формы. Увеличение времени МЛ приводит к свариванию изогнутых матричных частиц, свариваются также сплюснутые соседние матричные частицы, и все частицы кремния, находящиеся между соседними частицами матрицы, оказываются внутри этой матрицы. Так формируется структура механически легированного КМ, в которой в матричной

составляющей равномерно распределяются дисперсные частицы кремния (рис. 6). Затем следует дегазация МЛ композиции в вакуумном прессе с длительным ступенчатым нагревом и компактирование в том же вакуумном прессе.

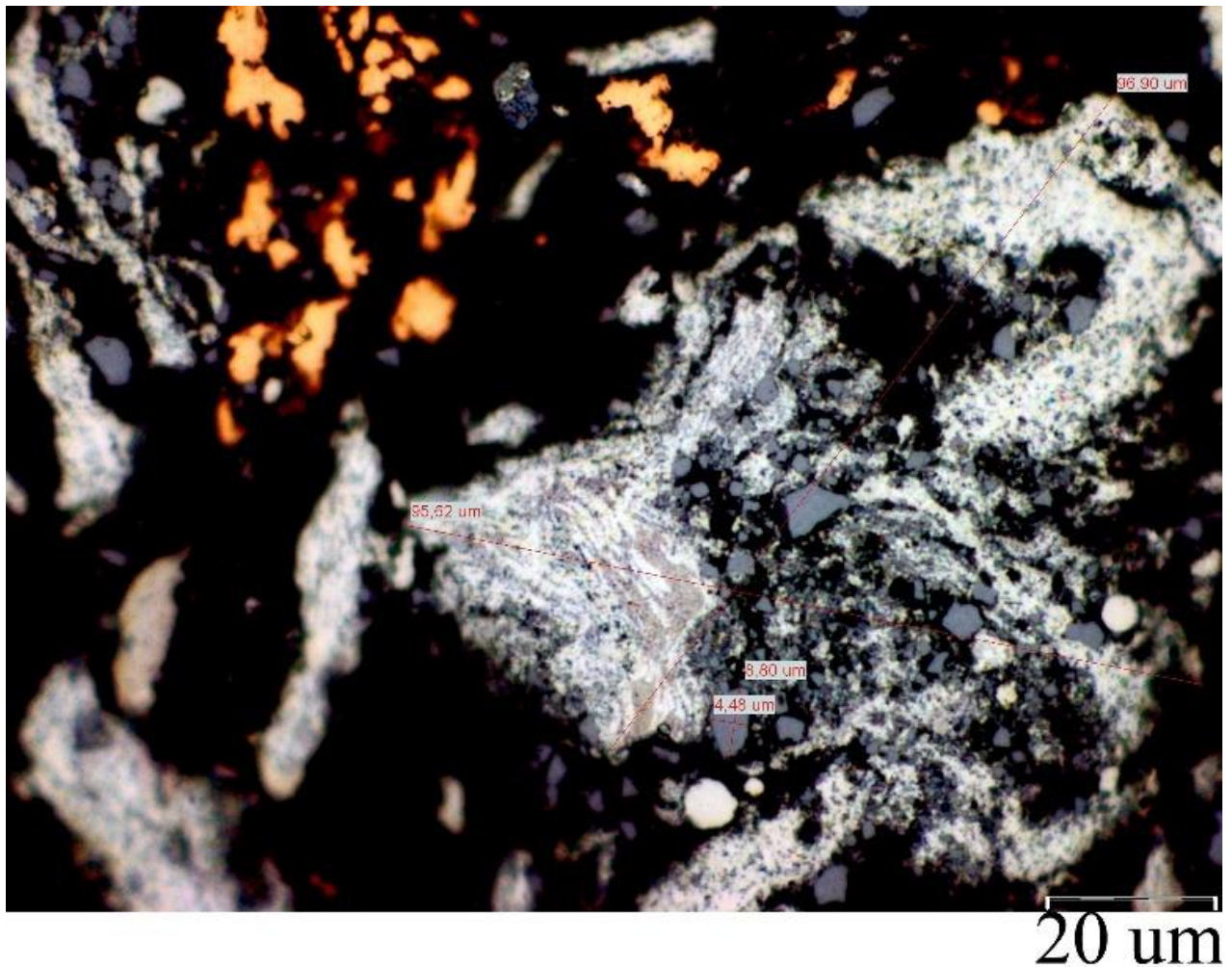


Рис. 6.5 Микроструктура порошковой композиции после 15 минут механического легирования в атриторе

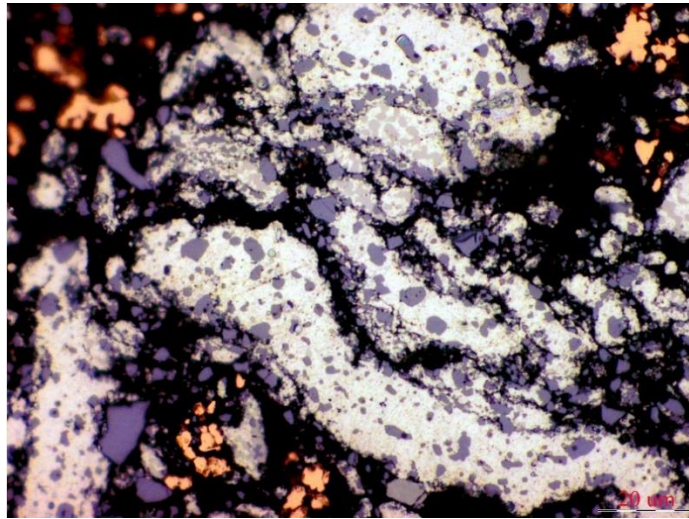


Рис. 6.6 Микроструктура порошковой композиции после 60 минут механического легирования в атриторе

Проведенный микрорентгеноспектральный анализ содержания кремния на поверхности частиц и в центральной их части свидетельствует о непрерывном уменьшении концентрации кремния на поверхности по мере увеличения времени механической обработки шихты в атриторе (рис. 6.7).

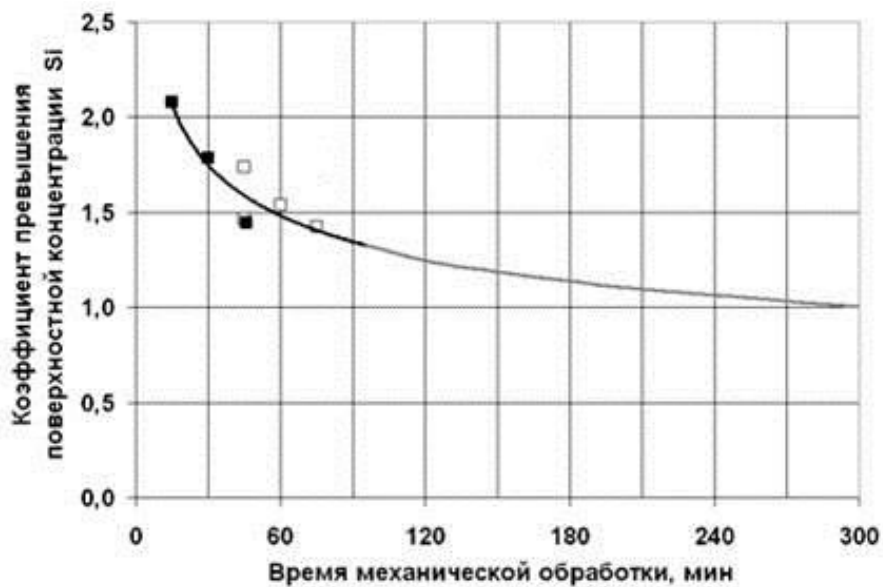


Рис. 6.7. Характер распределения кремния на поверхности гранулы относительно центральной части в зависимости от времени механической обработки в атриторе

Так, например, после 10 минут обработки шихты в атриторе, концентрация кремния на поверхности частиц более, чем в 2 раза превышает его содержание в центре гранул. Увеличение длительности процесса переводит кремний по рассмотренному механизму с поверхности внутрь частиц, и уже после 75 минут механического легирования его концентрация на поверхности превышает внутреннюю всего в 1,4 раза. Согласно расчету состав КМ по содержанию Si полностью усредняется после 300 минут процесса. Время механического легирования при получении КМ было выбрано 120 минут. Увеличение времени МЛ приводит к резкому увеличению энерго- и трудозатрат и становится экономически невыгодным.

Таким образом, получение брикетов из КМ Компал-301 включает следующие технологические операции. Порошки матричного алюминиевого сплава получали газовым распылением расплава, что обеспечивало скорость кристаллизации $2 \cdot 10^4 - 10^5$ °C/с. Затем проводилось смешивание всех компонентов шихты и осуществлялось механическое легирование в атриторе в течение 120 минут. Дегазация МЛ композиции осуществлялась в тонком слое (5-10 мм) в камере пресса, после чего пересыпалась в контейнер для получения брикетов, так что операции дегазации и компактирования совмещались в одном технологическом цикле. Компактирование производилось при температуре близкой к температуре солидуса сплава – 535 °C. По такой технологии получали цилиндрические брикеты диаметром до 100 мм, высотой до 120 мм.

Дегазация по режиму, отработанному для матричного сплава, на порядок снижает содержание водорода в брикетах КМ Компал-301 (таблица 6.4).

**Содержание газовых примесей в исследуемых материалах
до и после дегазации**

Марка	Состояние материала	Содержание газовых примесей	
		Водород, ppm	Кислород, %
САС-1-50 (Матричный сплав)	Порошок	62,3	0,38
	Брикет	1,92	0,23
Компал-301	Порошок	129,3	1,99
	Брикет	34,4	1,7

Конечная структура компактного брикета представлена на рисунке 6.8.

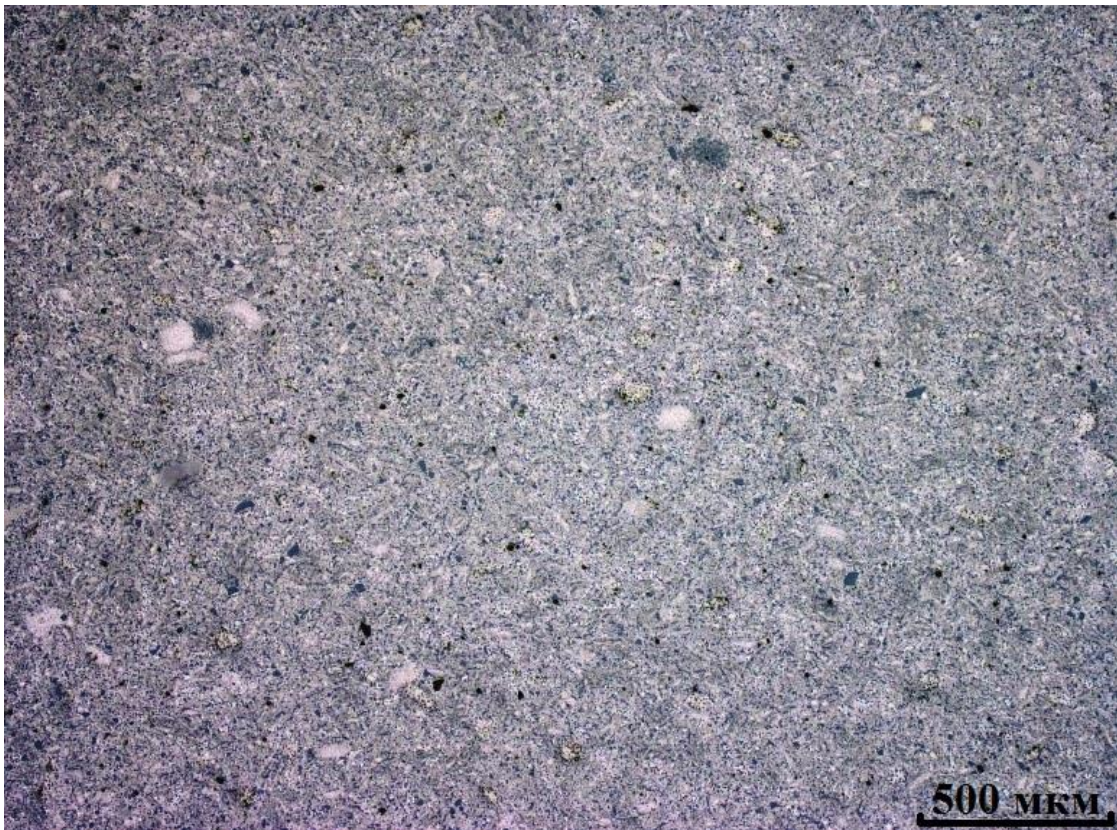


Рис. 6.8 Микроструктура брикета Компал-301, полученная с помощью оптического микроскопа.

Она является матричной, в которой на фоне алюминиевого твердого раствора достаточно равномерно распределены дисперсные (менее 1 мкм) частицы избыточного кремния. Лишь в отдельных участках структуры встречаются более крупные изолированные частицы кремния гранной формы. К сожалению, они являются причиной низкой пластичности брикетов и невозможности получать полуфабрикаты путем пластической деформации. Поэтому все изделия из этого материала в настоящее время получают из брикетов.

Физико-механические свойства свидетельствуют о существенном преимуществе порошкового КМ Компал-301 по сравнению с САС-1-50: ТКЛР у Компал-301 в 1,5 раза ниже, а прецизионный предел упругости $\sigma_{0,002}$ в 2-3 раза выше, при близких значениях плотности (таблица 6.5)

Таблица 6.5.

Физические и механические свойства порошковых сплавов системы Al-Si-Ni

Материал	σ_B , МПа	$\sigma_{0,002}$, МПа	δ , %	ТКЛР, $\times 10^6$ 1/°C при T=20-120 °C,
САС-1-50 (брикет, \varnothing 70 мм)	214- 249	23-45	0,7-1,2	14,7...15,9
Компал-301 (брикет, \varnothing 70 мм)	217- 224	70-86	$\approx 0,1$	10,7...10,9

Недостатком Компал-301 можно считать пониженное относительное удлинения, однако при изготовлении заготовок в виде брикетов, компактированных на вакуумном прессе, такое низкое удлинение отрицательно не сказывается.

ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 6

1. Изучены отдельные этапы формирования структуры при механическом легировании кремнием алюминиевого порошкового сплава системы Al-Si-Ni
2. Разработан состав механически легированного порошкового сплава системы Al-Si-Ni Компал-301 (Патент №2353689).
3. Разработана технология получения заготовок (брикетов) из Компал-301, которая включала производство порошка матричного сплава, механическое легирование шихтовой смеси в атриторе с последующей дегазацией и компактированием в вакуумном прессе (причем дегазация и компактирование объединялись в одном технологическом цикле).
4. Изготовлены опытные партии заготовок: при равной с САС-1-50 плотности и близких значениях прочности, заготовки из Компал-301 имеют ТКЛР в 1,5 раз меньше, чем в матричном сплаве, и в 2-3 раза выше значения прецизионного предела упругости.

ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. С использованием различных методов структурного анализа изучен фазовый состав и структура быстрозакристаллизованных порошковых сплавов системы Al-Si-Ni САС-1-50 и САС-1-400 и установлено, что порошки этих сплавов имеют одинаковый фазовый состав: α_{Al} , Si, $NiAl_3$ и отличаются только дисперсностью структурных составляющих.

2. Высокая хрупкость сплавов САС-1-50 и САС-1-400 в исходном литом состоянии связана с особой структурой алюминиевого твердого раствора и невозможностью вследствие этого пластической деформации в данной фазе.

3. Основываясь на термодинамике фазовых превращений в метастабильной системе эвтектического типа, разработан длительный режим отжига со ступенчатым нагревом в вакуумном прессе, который позволил получить матричную структуру в быстрозакристаллизованном заэвтектическом силумине САС-1-50 с высоким запасом пластичности

4. Изучена кинетика выделения газовых примесей (водорода, кислорода, влаги) при нагреве порошков САС-1-50, гранул САС-1-400 и механически легированного (МЛ) композиционного материала Компал-301 и определены температурные интервалы их выделения при вакуумной дегазации в контейнере прессы.

5. Разработан режим вакуумной дегазации порошка САС-1-50 и Компал-301 со ступенчатым подъемом температуры по методу «в тонком слое». Во всех случаях нагрев ограничивался температурой 535 С.

6. Длительные нагревы при дегазации и отжигах способствуют формированию матричной структуры, что повышает деформационные возможности сплавов.

7. После дегазации содержание водорода в брикетах из САС-1-50 уменьшилось в 32 раза, САС-1-400 в 10 раз, Компал-301 – в 3,7 раза, что

обеспечивало получение вакуум-плотных заготовок и деформированных полуфабрикатов с высоким уровнем физических и механических свойств.

8. Разработана технология получения прессованных прутков диаметром до 50 мм и штамповок типа «платформа» из САС-1-50. Механические свойства компактных заготовок и прутков превышает аналогичные характеристики полуфабрикатов, изготовленных по серийной технологии на КУМЗе; штамповки из этого сплава получены впервые, разработаны ТУ на поставку этих материалов.

9. Стендовые сравнительные испытания модели платформы МП-0201-211 из штамповок САС-1-50 и АМг-6 показали преимущество порошкового сплава в 1.5 раза.

10. Изучены отдельные этапы формирования структуры при МЛ кремнием алюминиевого порошкового сплава системы Al-Si-Ni и разработан состав МЛ порошкового сплава на основе системы Al-Si-Ni – Компал-301. (Патент №2353689).

11. Разработана технология получения заготовок (брикетов) из сплава Компал-301, которая включала производство гранул матричного сплава, МЛ шихтовой смеси в атриторе с последующей дегазацией и компактированием в вакуумном прессе (причем дегазация и компактирование объединялись в одном технологическом цикле).

12. Изготовлены опытные партии брикетов из Компал-301 диаметром до 100 мм и определены свойства опытных партий заготовок: при близких к САС-1-50 значениях прочности они имеют в 1.5 раза меньше значение ТКЛР и в 4-5 раз выше прецизионный предел упругости.

13. Разработана методика ускоренного определения релаксационной стойкости порошковых материалов системы Al-Si-Ni.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Добаткин В.И., Елагин В.И., Федоров В.М. Быстрозакристаллизованные алюминиевые сплавы. – М.: ВИЛС, 1995. 341 с.
2. Елагин В.И., Шмаков Ю.В. Гранулируемые алюминиевые сплавы и перспективы их развития. – М.: Физмат, 2006. с. 140-154.
3. Бондарев Б.Н., Шмаков Ю.В., Зенина М.В. Износостойкие сплавы системы Al-Si с пониженным ТКЛР /Технология обработки легких сплавов/ – М.: ВИЛС, 1994. с. 202-204.
4. Алиев С.Г., М.Б. Альтман, Абрацумян С.М. Промышленные алюминиевые сплавы / под ред. Квасова Ф.И., Фридляндера И.Н., справочное издание / – М.: Металлургия, 1984, 528 с.
5. Фридляндер И.Н. Создание, исследование и применение алюминиевых сплавов: избранные труды к 100-летию со дня рождения / под общей ред. акад. РАН Каблова Е.Н. - М.: Наука, 2013. 234 с.
6. Бондарев Б.Н., Шмаков Ю.В. Технология производства быстрозакристаллизованных алюминиевых сплавов. – М.: ВИЛС, 1997. 231 с.
7. Строганов Г.Б., Ротенберг В.А., Гершман Г.Б. Сплавы алюминия с кремнием. – М.: Металлургия, 1977, 271 с.
8. Фридляндер И.Н. Состояние и перспективы развития порошковых алюминиевых сплавов / Сборник «Металлургия гранул», выпуск второй / – М.: ВИЛС, 1984. с. 14-17.
9. Афанасьев В.К., Гладышев С.А., Ефименко Б.С. и др. Поршневые силумины. – Кемерово. Полиграф. 2005. 159 с.
10. Альтман М.Б., Андреев А.Д., Белоусов Н.Н. и др. Алюминиевые сплавы: плавка и литье алюминиевых сплавов / Отв. редактор Добаткин В.И. – М.: Металлургия, 1970. 416 с.
11. Aluminium. Properties and Physical Metallurgy / Edited by J.E. Hatch. ASM. Ohio 1984. P. 458

12. Золоторевский В.С., Белов Н.А. Металловедение литейных алюминиевых сплавов. – М.: МИСиС, 2005. 376 с.
13. Промышленные деформируемые, спеченные и литейные сплавы. Справ. руководство. – М.: Metallurgia, 1972. 552 с.
14. Фридляндер И.Н., Клягина Н.С., Гордеева Г.Д. Создание, исследование и применение алюминиевых сплавов / Избранные труды к 100-летию со дня рождения И.Н. Фридляндера. Сплавы с низким коэффициентом линейного расширения системы Al-Si-Ni. – М.: Наука, 2013. с. 160-165.
15. Металловедение алюминия и его сплавов / Справочное руководство. – М.: Metallurgia, 1971. 280 с.
16. Металловедение: Учебник. В 2-х томах. Том 2 / Под общ. ред. В.С. Золоторевского. – М.: МИСиС, 2009. 528 с.
17. Осинцев О.Е., Никитин С.Л. Высокопрочные коррозионностойкие литейные алюминиевые сплавы системы Al-Mg с повышенным содержанием кремния. – М.: МАТИ, 2008. 264 с.
18. Свойства элементов: Справочное издание / Под ред. М.Е. Дрица, 2-е издание. – М.: Metallurgia, 1997. 437 с.
19. Машиностроение. Энциклопедия. Цветные металлы и сплавы. Композиционные металлические материалы. Том II-3 / Под общ. ред. И.Н. Фридляндера. – М.: Машиностроение, 2001. 880 с.
20. Мондольфо Л.Ф. Структура и свойства сплавов / Пер. с англ. – М.: Metallurgia, 1979. 640 с.
21. Пригунова А.Г., Белов Н.А., Золоторевский В.С. и др. Силумины. Атлас микроструктур и фрактограмм: Справ. издание / Под ред. Ю.Н. Тарана и В.С. Золоторевского. – М.: МИСиС, 1996. 175 с.
22. Диаграммы состояния двойных металлических систем: Справочник в 3-х томах. Том 1 / Под общ. ред. Н.П. Лекишева. – М.: Машиностроение, 1996. 992 с.
23. Альтман М.Б., Лебедев А.А., Чухрев М.В. Плавка и литье легких сплавов. – М.: Metallurgia, 1969. 680 с.

24. Альтман М.Б. *Металлургия литейных алюминиевых сплавов.* – М.: *Металлургия*, 1972. 152 с.
25. Колобнев И.Ф., Крылов В.В., Мельников А.В. *Справочник литейщика. Цветное литье из легких сплавов.* – М.: *Машиностроение*, 1974. 416 с.
26. Уткин Н. И. *Производство цветных металлов и сплавов.* – М.: *Металлургия*, 1985. 255 с.
27. Полмеар Ян. *Легкие сплавы: от традиционных до нанокристаллов.* – М.: *Техносфера*, 2008. 464 с.
28. Альтман М.Б., Сторомская Н.П. *Повышение свойств стандартных литейных алюминиевых сплавов.* – М.: *Металлургия*, 1984. 127 с.
29. Белов Н.А., Савченко С.В., Хван А.В. *Фазовый состав и структура силуминов: Справочное издание.* – М.: *МИСиС*, 2008. 283 с.
30. *Международный транслятор современных сталей и сплавов. Том III.* / Под ред. проф. В. Кершенбаума. – *Международная инженерная академия*, 640 с.
31. *ГОСТ 1583-93 Сплавы алюминиевые литейные.* – М.: *Издательство стандартов*, 1993.
32. *ГОСТ 30620-98 Сплавы алюминиевые для производства поршней.* – М.: *Издательство стандартов*, 1998.
33. Belov N.A., Eskin D.G., Aksenov A.A. *Multicomponent phase diagrams: Application for Commercial Aluminum Alloys.* Elsevier, 2005. 414 p.
34. Belov N.A., Eskin D.G., Avxentieva N.N. *Acta Materialia.* 2005. №53, p. 4709-4712.
35. Чернышов Е.А. *Литейные сплавы и их зарубежные аналоги. Справочник.* – М.: *Машиностроение*, 2006. 336 с.
36. Строганов Г.Б. *Высокопрочные литейные алюминиевые сплавы.* – М.: *Металлургия*, 1985. 216 с.
37. Хохлев В.М. *Производство литейных алюминиево-кремниевых сплавов.* – М.: *Металлургия*, 1980. 185 с.

38. Колобнев И.Ф. Термическая обработка алюминиевых сплавов. – М.: Металлургия, 1961. 311 с.
39. Колобнев И.Ф. Жаропрочность литейных алюминиевых сплавов. – М.: Металлургия, 1973. 320 с.
40. Алюминиевые сплавы: Справочник. / Пер. с нем. / Под ред. Х. Нильсона, В. Хуфнагеля, Г. Ганулиса. – М.: Металлургия, 1979. 680 с.
41. Белов Н.А. Фазовый состав алюминиевых сплавов: Научное издание. – М.: МИСиС, 2009. 392 с.
42. Пригунова А.Г., Белов Н.А., Золоторевский В.С. и др. Силумины. Атлас микроструктур и фрактограмм: Справ. издание / Под ред. Ю.Н. Тарана и В.С. Золоторевского. – М.: МИСиС, 1996. 175 с.
43. Захаров А.М. Промышленные сплавы цветных металлов. Фазовый состав и структурные составляющие. – М.: Металлургия, 1980. 255 с.
44. Дриц М.Е., Бочвар Н.Р. и др. Диаграммы состояния систем на основе алюминия и магния: Справочное издание. – М.: Наука, 1977. 228 с.
45. Альтман М.Б., Арбузов Ю.П. и др. Применение алюминиевых сплавов: Справочное издание. – М.: Металлургия, 1985. 344 с.
46. Беляев А.И., Бочвар О.С., Буйнов Н.Н. и др. Металловедение алюминиевых сплавов: Справочное издание. / Отв. ред. И.Н. Фридляндер. – М.: Металлургия, 1983. 280 с.
47. Бондарев Б.И., Напалков В.И., Тарарышкин В.И. Модифицирование алюминиевых деформируемых сплавов. – М.: Металлургия, 1979. 214 с.
48. Напалков В.И., Махов С.В. Легирование с модифицированием алюминия и магния. – М.: МИСиС, 2002. 376 с.
49. Belov N.A., Aksenov A.A., Eskin D.G. Iron in Aluminum Alloys: Impurity and Alloying Element. CSR Press, 2002. 360 p.
50. Плотников Н.С. Упрочнение алюминиевых сплавов и отливок. – М.: Металлургия, 1973. 320 с.

51. Белов Н.А., Курдюмова Т.А. Диаграмма состояния Al-Si-Fe-Be и возможности нейтрализации Fe-фаз в силуминах. // Изв. АН СССР. Металлы, 1989, №2, с. 210-215.
52. Золоторевский В.С., Белов Н.А., Курдюмова Т.А. Оптимизация структуры вторичных силуминов с целью повышения их пластичности и вязкости разрушения. // Изв. ВУЗов. Цветная металлургия. 1989, №1, с. 76-78.
53. Murali S., Raman S.S., Murthy K.S.S. // Proc, 9CSA5, Grenoble, July, 1996 / Material Science Forum V. 217-222.
54. Петрикова Е.А., Иванов Ю.Ф., Будовских Е.А. Модифицирование структуры и свойств силумина путем формирования поверхностного сплава комбинированным методом, сочетающим электровзрывное легирование с последующей электронно-пучковой обработкой. // ipms bscnet.ru / conference/proceedings of semisection 3/ Petrikova_138_144.pdf.
55. Напалков В.И., Махов С.В. Легирование и модифицирование алюминия и магния. – М.: МИСиС, 2002. 376 с.
56. Специальные способы литья. Справочник / Под. ред. В.А. Ефимова. – М.: Металлургия, 1991. 736 с.
57. Патент 2102514 РФ «Способ модифицирования заэвтектических силуминов». / Авторы: Афанасьев В.К., Прудников А.Н., Ушакова В.В., Шараев В.И., Боборов А.Л. Бюлетень №2 от 20.01.1998. Изд. ФГУ ФИПС.
58. Патент 2102514 РФ «Способ получения заэвтектических силуминов» / Авторы: Эскин Г.И., Бочвар С.Г., Яфимов В.И., Шадаев Д.А. Опубл. Бюлетень №30 от 27.10.2008. Изд. ФГУ ФИПС.
59. Скоробогатько Ю.П., Слажнев Н.А., Березина А.Л., Монастырская Т.А., Давиденко А.А., Спусканюк В.З. Комплексная обработка сплавов системы Al-Si в магнитодинамической установке с последующей интенсивной пластической деформацией: влияние на структуру и свойства / Процессы литья. 2010, №5, с. 83-88.

60. Мальцев М.В. Модифицирование структуры металлов и сплавов. – М.: Металлургия, 1964. 214 с.
61. Кузнецов А.О., Шадаев Д.А., Конкевич В.Ю., Бочвар С.Г., Кунявская Г.М. Модифицирование силуминов – разные подходы для одной системы легирования // Технология легких сплавов. №4, 2014, с. 75-81.
62. Федоров В.М. Металловедческие основы легирования алюминиевых сплавов. / Сб. Металлургия гранул, вып. 6, 1998, с. 69-78.
63. Хенкин М.Л., Локшин И.Х. Размерная стабильность металлов и сплавов в точном машиностроении. – М.: Машиностроение, 1974. 256 с.
64. Митин Б.С., Васильев В.А. Порошковая металлургия аморфных и макрокристаллических материалов. – М.: Металлургия, 1992. 127 с.
65. Бондарев Б.И., Шмаков Ю.В. Научные и инженерные аспекты развития металлургии быстрозакристаллизованных алюминиевых сплавов. – М.: ВИЛС, 1993. с. 3-15.
66. Колпашников А.И., Ефремов В.А. Гранулированные материалы. – М.: Металлургия, 1977. 240 с.
67. Добаткин В.И., Елагин В.И. Гранулируемые сплавы. – М.: Металлургия, 1981. 175 с.
68. Елагин В.И. Перспективные гранулируемые алюминиевые сплавы. / Сборник металлургия гранул, выпуск 2 – М.: ВИЛС, 1983. с. 3-84.
69. Добаткин В.И., Елагин В.И. О сплавах алюминия с тугоплавкими металлами, полученных гранулированием. Цветные металлы. 1966, №8, с. 81-86.
70. Добаткин В.И., Елагин В.И. Закономерности кристаллизации гранул и основы выбора композиций гранулируемых алюминиевых сплавов // Технология легких сплавов. 1973, №3, с 10-16.
71. Добаткин В.И. Закономерности кристаллизации слитков и гранул // Технология легких сплавов. 1973, №4, с 18-22.
72. Добаткин В.И. Метастабильные равновесия при кристаллизации сплавов // Известия АН СССР. Металлы, 1982, №6, с 27-32.

73. Добаткин В.И. Роль кинетических и термодинамических факторов при кристаллизации гранул / Сб. избранные труды В.И. Добаткина. – М.: ВИЛС, 2001. с. 491-502.
74. Конкевич В.Ф., Лебедева Т.И., Бочвар С.Г. Высокоскоростная кристаллизация при литье – эффективный путь производства заэвтектических силуминов // Цветные металлы. 2008. №1, с. 91-95.
75. Авторское свидетельство «Шихта для получения спеченного алюминий-кремниевого сплава». / Авторы: Фридляндер И.Н., Клягина Н.С., Гордеева Г.Д., Кривенко Р.А. №143234, 1961.
76. Патент № 62 – 56550. Япония, 1987.
77. Патент № 54 – 59855. Япония, 1984.
78. Патент № 59 – 59856. Япония, 1984.
79. Патент № 62 – 10237. Япония, 1985.
80. Odano Y., Hayashi T., Takeda Y. «Нихон киндзоку гаккай кайхо. Bull Jap. Istit. Metals», 1988, №6, p. 489-491.
81. Патент Японии № 2703840 «Высокопрочный заэвтектический порошковый сплав Al-Si» от 20.01.1988.
82. Патент Японии №3184367«Способ получения высоковязкого сплава системы Al-Si» от 17.03.1991.
83. Патент №2149201 РФ «Порошковый композиционный материал» / Авторы: Коваленко А.Я., Колпачев А.А., Головчанский Б.В., Андрианов К.А., Ведерникова М.И. от 27.10.2008. Изд. ФГУ ФИПС.
84. Патент Японии №3283550 «Порошок заэвтектического сплава Al-Si, содержащего (в %) 12-50Si и 0,0055-0,1P со сверхмелким зерном первичного Si» от 20.05.2002.
85. Патент WO №2007024158 «Порошковая композиционная смесь на основе алюминия и способ ее получения» от 01.03.2007.

86. Патент №2533512 РФ «Порошковый композиционный материал АКП-1ПК и способ его получения» / Авторы: Ведерникова М.И., Межрицкий Е.Л., Мышляев И.В., Светикова А.Ю., Юферев В.Д., от 20.11.2014. Изд. ФГУ ФИПС.
87. Алюминиевые сплавы. Промышленные деформируемые, спеченные и литейные сплавы. Справочное руководство. – М.: Metallurgy, 1972. 552 с.
88. Мирошниченко И.С. Закалка из жидкого состояния. – М.: Metallurgy, 1982. 168 с.
89. Колачев Б.А. Водородная хрупкость металлов. – М.: Metallurgy, 1985. 276 с.
90. В.И. Добаткин, Р.М. Габидулин, Б.А. Колачев и др. Газы и окислы в алюминиевых деформированных сплавах. – М.: Metallurgy. 1976. 264 с.
91. Фромм Е., Гебхард Е. Газы и углерод в металлах. – М.: Metallurgy. 1980.
92. Водород в металлах. Том 1. / Под редакцией Г. Алефельда и Ф. Фелькля. – М.: Мир. 1981. 475 с.
93. Васенев В.В., Мироненко В.Н., и др. Разработка технологии получения прессованных полуфабрикатов и штамповок из алюминиевого сплава САС-1-50 и изучение их структуры и физико-механических свойств. Заготовительные производства в машиностроении, 2015, №9, с 41-47.
94. Патент № 2542046 РФ «Способ штамповки труднодеформируемых материалов». / Авторы: Мироненко В.Н., Васенев В.В., Голубятникова Т.И. от 20.01.1998. Изд. ФГУ ФИПС.
95. Золоторевский В. С. Механические свойства металлов. – М.: Metallurgy, 1983. 352 с.
96. Мироненко В.Н., Бутрим В.Н. Исследование дегазации и компактирования гранул алюминиевых сплавов на вакуумном прессе. Metallurgy гранул. Сб. статей, вып. 6, М.: ВИЛС, 1993, с. 81-87.
97. Мироненко В.Н., Бутрим В.Н., Пономарев Ю.И., Шульга А.И. Совершенствование металлургии гранул алюминия // «Цветные металлы», 1991, №10, с. 49-51.

98. Min Zuo, Degang Zhao, Xinying Teng, Haoran Geng, Zhongshi Zhang Effect of P and Sr complex modification on Si phase in hypereutectic Al–30Si alloys // *Materials and Design* 2013. Vol. 47. P. 857-864.
99. Bo Gao, Liang Hu, Shi-wei Li, Yi Hao, Yu-dong Zhang, Gan-feng Tu, Thierry Grosdidier Study on the nanostructure formation mechanism of hypereutectic Al–17.5Si alloy induced by high current pulsed electron beam // *Applied Surface Science* 2015. Vol. 15. P. 147–157.
100. A.G. Rao, V.P. Deshmukh, N. Prabhu, B.P. Kashyap Ductilizing of a brittle as-cast hypereutectic Al–Si alloy by friction stir processing // *Materials Letters* 2015. Vol. 159. P. 417–419.
101. H.R. Kotadia, A. Das Modification of solidification microstructure in hypo- and hyper-eutectic Al–Si alloys under high-intensity ultrasonic irradiation // *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 620. P. 1-4.
102. Qinglin Li, Tiandong Xia, Yefeng Lan, Pengfei Li, Lu Fan. Effects of rare earth Er addition on microstructure and mechanical properties of hypereutectic Al–20% Si alloy // *Materials Science and Engineering*. 2013. Vol. 588. P. 97-102.
103. Qinglin Li, Tiandong Xia, Yefeng Lan, Pengfei Li, Lu Fan. Spray forming of hypereutectic Al–Si alloys // *Journal of Materials Processing Technology* 2009. Vol. 209. P. 5220-5228.
104. Васенев В.В., Квитка Е.В., Мироненко В.Н., Попов А.В., Шмаков Ю.В., Сопротивление микропластической деформации порошковых композиционных материалов системы Al-Si // *Деформация и разрушение материалов*. 2008, No. 8. с 41-44.
105. Термодинамика карбидов и нитридов. Справочное издание / И.С. Куликов // - Челябинск: Металлургия, 1988. 320 с.
106. Оптимизация состава и структуры композиционных материалов на алюминиевой и медной основе, получаемых жидкофазными методами и механическим легированием. / А.А. Аксенов // Автореферат докторской диссертации. –М: МИСиС, 2007. 50 с.

107. Аксенов А.А., Солонин А.Н., Истомин-Кастровский В.В. Структура и свойства композиционных материалов на основе алюминия, полученные методом механического легирования в воздушной атмосфере. // Известия ВУЗов. Цветная металлургия. 2004. С 58-66.

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2353689

**ПОРОШКОВЫЙ КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ И
СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ**Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество
"Композит" (RU)*Автор(ы): *см. на обороте*

Заявка № 2006140244

Приоритет изобретения **15 ноября 2006 г.**Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Российской Федерации **27 апреля 2009 г.**Срок действия патента истекает **15 ноября 2026 г.**Руководитель Федеральной службы по интеллектуальной
собственности, патентам и товарным знакам

Б.П. Симонов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(19) **RU** (11) **2 353 689** (13) **C2**

(51) МПК
C22C 1/05 (2006.01)
C22C 21/02 (2006.01)

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006140244/02, 15.11.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.11.2006

(43) Дата публикации заявки: 20.05.2008

(45) Опубликовано: 27.04.2009 Бюл. № 12

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2175682 C1, 10.11.2001. RU 2149201 C1,
20.05.2000. JP 62-071967 A, 27.09.1994. JP 2005-
307279 A, 04.11.2005. KR 20030005439 A,
23.01.2003. EP 0183016 B1, 04.06.1986.

Адрес для переписки:
141070, Московская обл., г. Королев, ул.
Пионерская, 4, ОАО "Композит"

(72) Автор(ы):

Мироненко Виктор Николаевич (RU),
Петрович Сергей Юрьевич (RU),
Черепанов Владимир Петрович (RU),
Окунев Сергей Артурович (RU),
Васенев Валерий Валериевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Открытое акционерное общество
"Композит" (RU)

(54) ПОРОШКОВЫЙ КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к порошковой металлургии, в частности к композиционным материалам на основе алюминия. Может использоваться в качестве конструкционного материала для точных приборов систем управления и навигации космических аппаратов. Композиционный материал содержит, мас. %: кремний 35,0-46,0; никель 2,0-5,0; бериллий 0,0001-0,049; оксид алюминия 0,1-3,0; углерод 0,5-2,0; алюминий - остальное. Материал получен путем приготовления расплава, содержащего алюминий, кремний, никель, бериллий, и его распыления с

получением порошка сплава. Затем осуществляют механическое легирование порошка дисперсными углеродом и кремнием с доведением содержания кремния в материале до 35-46 мас. % в азотно-кислородной смеси с содержанием кислорода 2-8 об. %. Полученный материал имеет однородную дисперсную структуру, что обеспечивает высокую стабильность прецизионных характеристик упругости и эксплуатационную надежность высокоточных приборов систем управления и навигации при работе предлагаемого материала в контакте со сталью в течение длительного срока эксплуатации. 2 н.п. ф-лы, 2 табл.

RU 2 3 5 3 6 8 9 C 2

RU 2 3 5 3 6 8 9 C 2

+ формула

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

**ПАТЕНТ**

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2542046

**СПОСОБ ШТАМПОВКИ ТРУДНОДЕФОРМИРУЕМЫХ
МАТЕРИАЛОВ (ВАРИАНТЫ)**

Патентообладатель(ли): *Открытое акционерное общество
"Композит" (ОАО "Композит") (RU)*

Автор(ы): *Мироненко Виктор Николаевич (RU), Васенев
Валерий Валерьевич (RU), Голубятникова Татьяна Ивановна
(RU)*

Заявка № 2013128213

Приоритет изобретения 18 июня 2013 г.

Зарегистрировано в Государственном реестре
изобретений Российской Федерации 19 января 2015 г.

Срок действия патента истекает 18 июня 2033 г.

Врио руководителя Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Л.Л. Кирий



РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

(19) **RU**⁽¹¹⁾ **2 542 046**⁽¹³⁾ **C2**(51) МПК
B21D 26/02 (2011.01)ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**(12) ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**

(21)(22) Заявка: 2013128213/02, 18.06.2013

(72) Автор(ы):

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
18.06.2013Мироненко Виктор Николаевич (RU),
Васенев Валерий Валерьевич (RU),
Голубятникова Татьяна Ивановна (RU)

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 18.06.2013

(73) Патентообладатель(и):

(43) Дата публикации заявки: 27.12.2014 Бюл. № 36

Открытое акционерное общество "Композит"
(ОАО "Композит") (RU)

(45) Опубликовано: 20.02.2015 Бюл. № 5

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: RU 2311983 C1, 10.12.2007. SU 315489
A, 01.01.1971. RU 2209702 C2, 05.09.2001. RU
2187399 C2, 03.03.2000. DE 1268571 B,
22.05.1968. US 4364251 A, 21.12.1982

Адрес для переписки:

141070, Московская обл., г. Королев, ул.
Пионерская, 4, ОАО "Композит", патентная
группа**(54) СПОСОБ ШТАМПОВКИ ТРУДНОДЕФОРМИРУЕМЫХ МАТЕРИАЛОВ (ВАРИАНТЫ)****(57) Формула изобретения**

1. Способ штамповки труднодеформируемых материалов, включающий формообразование заготовки в заполненной гидростатической средой матрице с созданием пуансоном одновременно гидростатического давления внутри полости матрицы и вытеснением гидростатической среды в зазор между матрицей и пуансоном или через фильеры в матрице, отличающийся тем, что в качестве гидростатической среды используют технологический пластифицированный металл, при этом площадь сечения фильер или зазоров между матрицей и пуансоном выбирают из условия обеспечения уровня гидростатического давления в процессе формообразования, превышающего предел текучести труднодеформируемого материала.

2. Способ штамповки по п. 1, отличающийся тем, что вытеснение технологического пластифицированного металла через фильеры или зазоры между матрицей и пуансоном осуществляют с коэффициентом вытяжки 2-100.

3. Способ штамповки труднодеформируемых материалов в заполненной гидростатической средой матрице с созданием пуансоном одновременно гидростатического давления внутри полости матрицы и вытеснением гидростатической среды в зазор между матрицей и пуансоном или через фильеры в матрице, отличающийся тем, что в качестве гидростатической среды используют технологический пластифицированный металл, при этом площадь сечения фильер или зазоров между

ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНТСТВО
ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «КОМПОЗИТ»

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель
генерального директора
ОАО «Композит»



А. Н. Тимофеев
2011 г.

МЕТОДИКА
932-836-М107/09-2.5-0105-5-2011
определения сопротивления микротечучести
размерно-стабильных алюминиевых сплавов

Государственный контракт с Федеральным космическим агентством
от 26.06.2009 №836-М107/09

Дата введения 2011.11.01

Директор института
новых металлургических технологий


В. Н. Бутрим

И. о. начальника БНИОС-8


Е. Ю. Гаврючин

Королёв, Московской обл.,
2011

932 – 0105 – 5 – 11

- высокоточный калибратор фирмы «*Instron*»;
- штангенциркуль *ШЦЦ-200-0,01* электронный ГОСТ 166;
- микрометр гладкий цифровой *МКЦ 0-25* (цена деления 0,001 мм) ГОСТ 6507.

7.3 Средства обработки информации и программное обеспечение:

- система сбора информации для машины *PSB-100* с программой *User-56*;
- персональный компьютер с программой *Microsoft Office*, версия не ранее 2003 г.

8 Метрологическое обеспечение испытаний

8.1 Средства измерения, применяемые для испытаний, должны подвергаться ежегодной периодической поверке в одном из аккредитованных центров системы Росстандарта.

8.2 Высокоточный калибратор фирмы «*Instron*» поверяется перед каждой серией испытаний по образцовой мере согласно инструкции фирмы-производителя.

9 Обеспечение государственной тайны

9.1 Разработанная методика и результаты испытаний не являются предметом государственной тайны и не требуют специальных мер обеспечения режима секретности.

10 Отчетность

10.1 Отчетным документом о результатах является протокол испытаний (приложение Б).

Начальник лаборатории 0105

Мироненко В. Н.

Начальник лаборатории
механических испытаний, отдел 0226

Квитка Е.В.

Ответственный исполнитель,
младший научный сотрудник

Васенев В. В.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНТСТВО
ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «КОМПОЗИТ»

УТВЕРЖДАЮ

Первый заместитель
генерального директора
ОАО «Композит»



А. Н. Тимофеев
_____ 2011 г.

МЕТОДИКА
№ 932-836-М107/09-2.5-0105-6-2011
определения прецизионного предела упругости
размерно-стабильных алюминиевых сплавов

Государственный контракт с Федеральным космическим агентством
от 26.06.2009 №836-М107/09

Дата введения 2011.11.01

Директор института
новых металлургических технологий


В. Н. Бутрим

И. о. начальника БНИОС-8


Е. Ю. Гаврючин

Королёв, Московской обл.,
2011

№ 932 – 0105 – 6 – 11

9 Обеспечение государственной тайны

9.1 Разработанная методика и результаты испытаний не являются предметом государственной тайны и не требуют специальных мер обеспечения режима секретности.

10 Отчетность

10.1 Отчетным документом о результатах является протокол испытаний (приложение Б).

Начальник лаборатории 0105

Мироненко В. Н.

Начальник лаборатории
механических испытаний, отдел 0226

Квитка Е.В.

Ответственный исполнитель,
младший научный сотрудник

Васенев В. В.

0 / 2 14



ФЕДЕРАЛЬНОЕ КОСМИЧЕСКОЕ АГЕНСТВО
ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО

«СИБИРСКИЕ ПРИБОРЫ И СИСТЕМЫ»

644041, Россия, г. Омск, ул. Харьковская, 2
Тел. (3812) 54-07-68, тел. факс (3812) 54-86-40
<http://www.sibpribor.ru> E-mail: mail@sibpribor.ru

Иск. № 1280 от 21.03.2014г
На № _____ от _____

Мирошенин А.А.
21.03.14.

Первому заместителю
ген. директора
А.Н. Тимофееву
ОАО «Композит»
Московская обл., г. Королев
факс: (495) 516-06-17

Уважаемый Андрей Николаевич

Сообщаю Вам, что изготовленные на вашем предприятии заготовки
Ø160 x 55 из материала САС-1-50 прошли механическую обработку,
замечаний по качеству материала нет.

Большое спасибо!

С уважением,
Начальник ОС

С. Ю. Перельас

О.Ю. Перельас

9103-412 оп
21.03.14.