

На правах рукописи



АСПИРАНТ
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»

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2017

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

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор
Осинцев Олег Евгеньевич

Официальные оппоненты: **Захаров Валерий Владимирович**
доктор технических наук, профессор, ОАО
«ВИЛС», главный научный сотрудник

Никитин Сергей Леонидович
доктор технических наук, профессор, ФГУП
НИИ «МАТИ», директор

Ведущая организация: ФГУП «Научно-производственный центр
автоматики и приборостроения имени
академика Н. А. Пилюгина»

Защита диссертации состоится «07» декабря 2017 г. в 14 часов на заседании диссертационного совета Д 212.125.15 в ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)» (МАИ) по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3. Отзывы на автореферат в двух экземплярах, заверенные печатью организации, просим направлять по адресу: 121552, г. Москва, ул. Оршанская, д. 3, МАИ, ученому секретарю диссертационного совета Скворцовой С.В. и по электронной почте skvorcovasv@mat.i.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Университета и на сайте https://mai.ru/upload/iblock/fa7/Vasenev-V.V.-Razrabotka-KM-na-osnove-sistemy-Al_Si_Ni.pdf

Автореферат разослан 20 октября 2017г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета



Скворцова С.В.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы.

Развитие авиакосмической техники требует разработки новых материалов со специальными свойствами, которые получают с использованием новых технологических процессов производства. Особый интерес представляют композиционные материалы (КМ) на алюминиевой основе с низким температурным коэффициентом линейного расширения (ТКЛР) и высоким сопротивлением микродеформации для прецизионных приборов ориентации и навигации космических объектов. Это обусловлено 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 отжижки и дегазации 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 композиционного материала с низким значением ТКЛР и высокой размерной стабильностью и технологии получения деформированных полуфабрикатов и 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 диссертационной работы заключается в следующем:

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 работы состоит в следующем:

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 микротекучести 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: отжиг и дегазацию порошка в вакуумном прессе «в тонком слое» со ступенчатым подъемом температуры (нагрев ограничивался температурой неравновесного солидуса сплава и составлял около 535 °С) 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 АМгб. Сравнительные испытания, проведенные в НПО им. С.А. Лавочкина показали, что сплав САС-1-50 по размерной стабильности в условиях микропластической деформации превосходит сплав АМгб 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: $\sigma_b \geq 284$ МПа, $\sigma_{0.2} \geq 161$ МПа, $E \geq 95$ ГПа, $\delta \geq 2,3\%$, $\text{ТКЛР}_{20-120} \leq 15 \cdot 10^{-6}$ 1/°С. 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.

Апробация работы. Материалы диссертационной работы доложены на конференциях: «2013 International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials», Chicago, IL, USA 2013 г., «Развитие фундаментальных основ материаловедения легких сплавов и композиционных материалов на их основе для создания изделий аэрокосмической и атомной техники», ВИАМ, 2013, III-V

Международные конференции с элементами научной школы для молодежи «Функциональные наноматериалы и высокочистые вещества», Суздаль 2010, 2012, 2014 гг., «XLII Гагаринские чтения» 2016 г., V-я Евразийская научно-практическая конференция «Прочность неоднородных структур», 2010 г.

Публикации. Основное содержание работы изложено в 18 научных работах, 7 из которых – в списке отечественных рецензируемых журналов, рекомендованных ВАК. Список основных публикаций приведен в конце автореферата.

Структура и объем диссертации. Диссертация состоит из введения, шести глав, общих выводов, списка цитируемой литературы и приложения. Объем диссертации составляет 149 страниц, включая 64 рисунка, 14 таблиц и список литературы из 107 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В первой главе представлен анализ литературных данных по алюминиевым сплавам с низким ТКЛР и отмечается, что такие сплавы разрабатываются на основе систем Al-Si и Al-Si-Ni с высоким содержанием кремния (заэвтектические силумины). Это объясняется тем, что кремний имеет уникальные физические свойства: он, во-первых, легче алюминия, во-вторых, имеет ТКЛР в шесть раз меньше, чем алюминий, а эта характеристика понижается по правилу аддитивности в зависимости от концентрации кремния. Понижает ТКЛР также и никель, но он относится к тяжелым металлам. Поэтому его содержание должно быть строго регламентировано.

Далее в первой главе рассматриваются две основные группы сплавов с низким ТКЛР:

- поршневые заэвтектические силумины с никелем;
- быстрозакристаллизованные заэвтектические силумины.

Показано, что в заэвтектических силуминах, полученных по литейной технологии, предельное содержание кремния не может превышать 20-22%. Никакие усовершенствования литейной технологии не позволяют увеличить эту концентрацию. Дальнейший прогресс может быть связан с применением быстрой кристаллизации гранульной или порошковой металлургии. Однако, и эти методы не позволяют увеличить концентрацию выше 30-32%, что недостаточно для получения ТКЛР на уровне чистого бериллия ($11 \cdot 10^{-6} 1/^\circ\text{C}$).

Поэтому в диссертации при разработке нового сплава с низким ТКЛР и высокой размерной стабильностью решено было использовать совместно методы быстрой кристаллизации и механического легирования.

Проведенный анализ научной и патентной литературы показал, что в настоящее время практически отсутствуют публикации по проведению отжигов,

дегазации в вакуумных прессах порошков и гранул системы Al-Si-Ni с низким ТКЛР.

Поэтому проведение исследований в этом направлении является актуальным. Они проводились в нашей работе.

Во второй главе приведены материалы, на которых проводили исследования. Отмечается, что порошок быстрозакристаллизованного сплава САС-1 получали двумя методами: газовым распылением и центробежным разбрызгиванием расплава.

Первый метод осуществлялся на установке газового распыления, обеспечивающей скорость охлаждения металла до 10^5 °С/с, что позволяло получать порошки фракции менее 50 мкм. Литье гранул методом центробежного разбрызгивания в нейтральной среде (азот) осуществлялось на установке ЦРГИ разработки ОАО «Композит». Технология обеспечивает кристаллизацию фракции менее 315 микрон со скоростью 10^4 °С/с. Механическое легирование сплавов размолотым кремнием марки Кр00 фракции менее 2 мкм осуществлялось в аттриторе марки К29, изготовленным ООО НПФ «Модус» г. Чебоксары.

Дегазация и отжиг порошков и гранул осуществлялись в вакуумном прессе: либо непосредственно в самом контейнере пресса, либо в барабанах с засыпкой в тонком слое. Компактирование заготовок (брикетов) диаметром до 100 мм осуществлялось на вакуумном прессе усилием 500 кН. Прессование прутков осуществляли на прессе П8439 усилием 8МН, изготовление штамповок осуществлялось на прессе изотермической штамповки усилием 700 тс.

Для определения содержания водорода использовался метод импульсного нагрева (плавления) в потоке инертного газа в соответствии с ГОСТ Р 20965-96.

Механические свойства при статических испытаниях на растяжение определяли по ГОСТ 1497 на испытательной машине Schenk Trebel RMC 100.

Плотность измеряли методом гидростатического взвешивания, ТКЛР определяли в диапазоне температур от 20 до 150 °С в соответствии с ГОСТ 8.018 на электронном dilatометре с цифровой обработкой данных.

Изучение структуры порошков и порошковых композиций проводили с использованием оптического стереомикроскопа Olympus SZ-61 и сканирующего электронного микроскопа JEM-100СХ и автоматизированного рентгеновского дифрактометра Siemens D500.

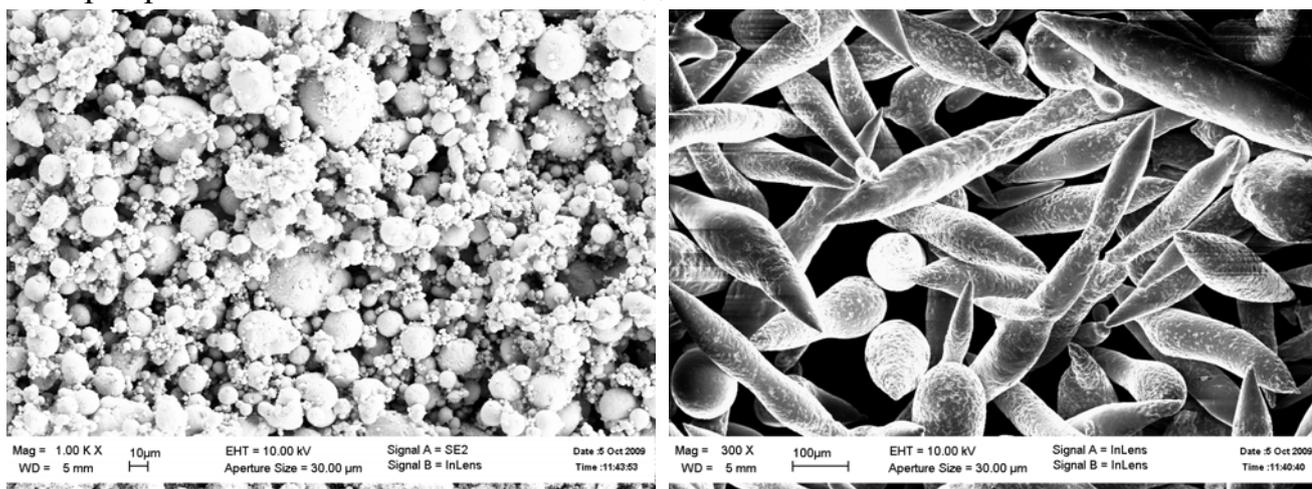
В главе 3 представлены исследования по разработке технологии получения прессованных прутков из сплава САС-1 и изучение их структуры и свойств.

Настоящая работа выполнена на производственной базе предприятия ОАО «Композит» применительно к малотоннажному производству с вакуумированием порошков и получением компактных брикетов на вакуумном прессе. Следует

отметить, что в альтернативных технологиях при получении заготовок вакуумирование на прессе не производится.

Частицы порошка САС-1-50, полученного газовым распылением, имеют сферическую форму с широким диапазоном размеров: от 0,1 до 50 мкм (Рис. 1 а). Структура порошка заэвтектического типа: представляет собой первичные кристаллы кремния и двойную ($\alpha_{Al} + Si$) и тройную ($\alpha_{Al} + Al_3Ni + Si$) эвтектики (рис. 2). Первичные кристаллы кремния имеют вид равноосных многогранников с размером от 0,1 до 1,5 мкм Многофазное строение эвтектических колоний в структуре порошка САС-1-50 хорошо различимо при больших увеличениях, полученных в растровом сканирующем микроскопе.

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. 1б). Диаметр частиц (поперечный) варьируется в пределах от 50 до 320 мкм, а длина – от 0,3 до 5 мм. Структура гранул - заэвтектического типа, более грубая, чем у порошка САС-1-50. Размер зерен колеблется от около 50 нм до 300 мкм.



а

б

Рисунок 1 – Изображения частиц порошка САС 1-50 (а) и САС-1-400 (б), полученные с помощью сканирующего микроскопа.

С использованием метода DSC показано, что кристаллизация порошков и гранул осуществляется по метастабильной схеме при значительных переохлаждениях расплава и получением пересыщенного твердого раствора до 2%Si.

Несмотря на то, что эти материалы содержат в структуре более 60% по массе очень пластичного, хорошо деформирующегося твердого раствора на основе алюминия (рис. 3), в исходном состоянии по природе они абсолютно хрупкие. Это связано с тем, что алюминиевый твердый раствор находится только в эвтектических колониях ($\alpha_{Al} + Si$) и ($\alpha_{Al} + Si + NiAl_3$), в которых кремний

представлен игольчатыми (пластинчатыми) кристаллами нанометрических размеров (около 100 нм).

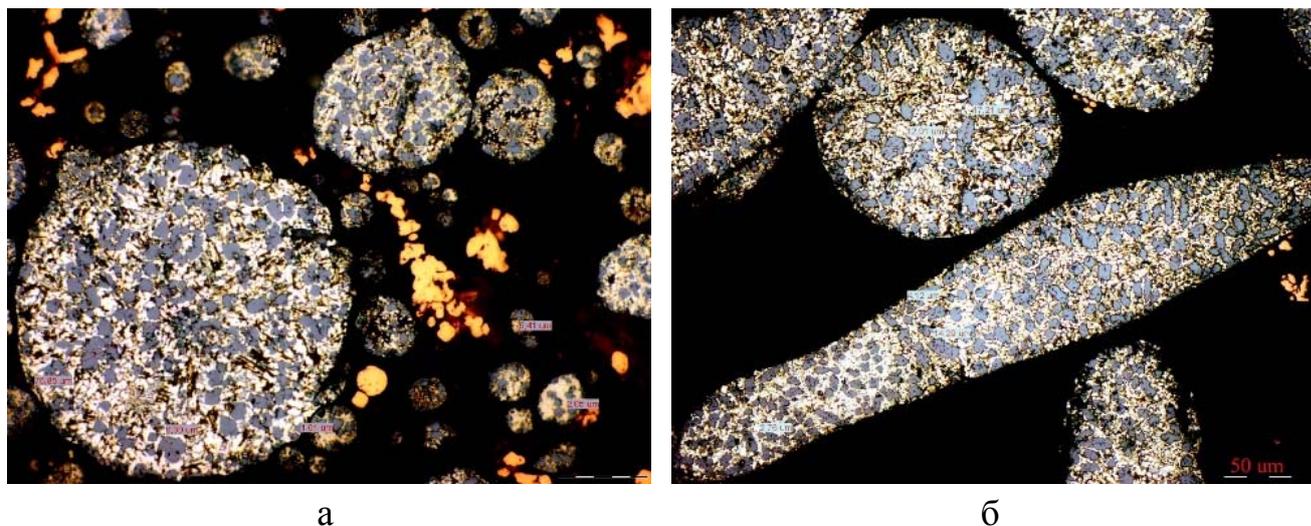


Рисунок 2 – Микроструктура частиц порошка SAC 1-50 (а) и SAC-1-400 (б),

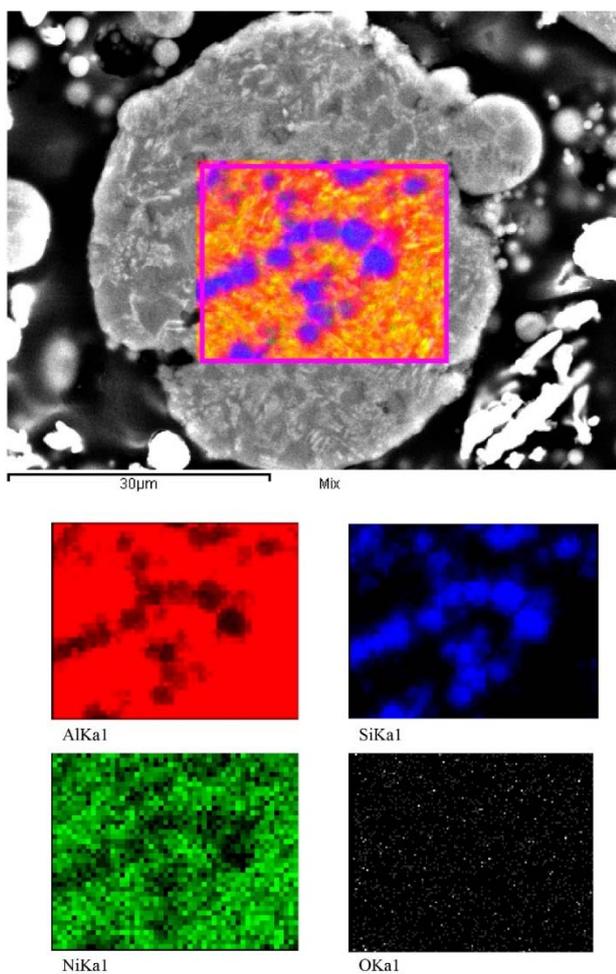


Рисунок 3 – Сечение частицы SAC 1-50 во вторичных электронах и характеристических излучениях соответствующих элементов: Al, Si, Ni, O

Они разделяют в эвтектиках кристаллы α_{Al} - фазы таких же размеров. Сплав с такой структурой хрупкий, подвергаться пластической деформации не может, отсюда низкая технологическая пластичность материала. 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).

При этом, для повышения технологической пластичности необходимо использовать не только кинетические факторы (быстрая кристаллизация), но и термодинамические, которые определяют метастабильность процесса структурообразования. При этом первые ступени должны находиться в районе низких температур (100-300 °С). где α_{Al} – твердый раствор будет наиболее сильно пересыщен кремнием. С этого момента формируется матричная структура, в которой эвтектических колоний нет, а матрицу образует алюминиевый твердый раствор с распределенными в нем кристаллами кремния. Такая структура является оптимальной для пластической деформации.

Для того, чтобы сохранить те преимущества по физико-механическим свойствам сплавов системы Al-Si-Ni перед другими материалами, которые дает быстрая кристаллизация, необходима разработка режимов дегазации в вакуумном прессе, обеспечивающих наиболее полное удаление газовых примесей. Наиболее вредной примесью в алюминиевых сплавах является водород. 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. Другая форма присутствия водорода в алюминиевых сплавах – это растворенный водород. Он находится внутри металла и заполняет несплошности: поры, раковины, скопления вакансий и т.д.

Для установления температурных режимов дегазации были проведены специальные эксперименты с масс-спектрометрическим анализом продуктов откачки газовых примесей из гранул и порошков опытных сплавов. Были выбраны две изотермические выдержки: при температурах 480°C (45-50 мин) и 540 °С (10 мин). Считалось, что при этих температурах, наиболее эффективно происходит процесс удаления гидратированной воды, связанной с оксидом алюминия ($Al_2O_3 \cdot nH_2O$), а также выделяется растворенный в металле водород. Это полностью подтверждается для гранул САС-1-400 (рис. 4).

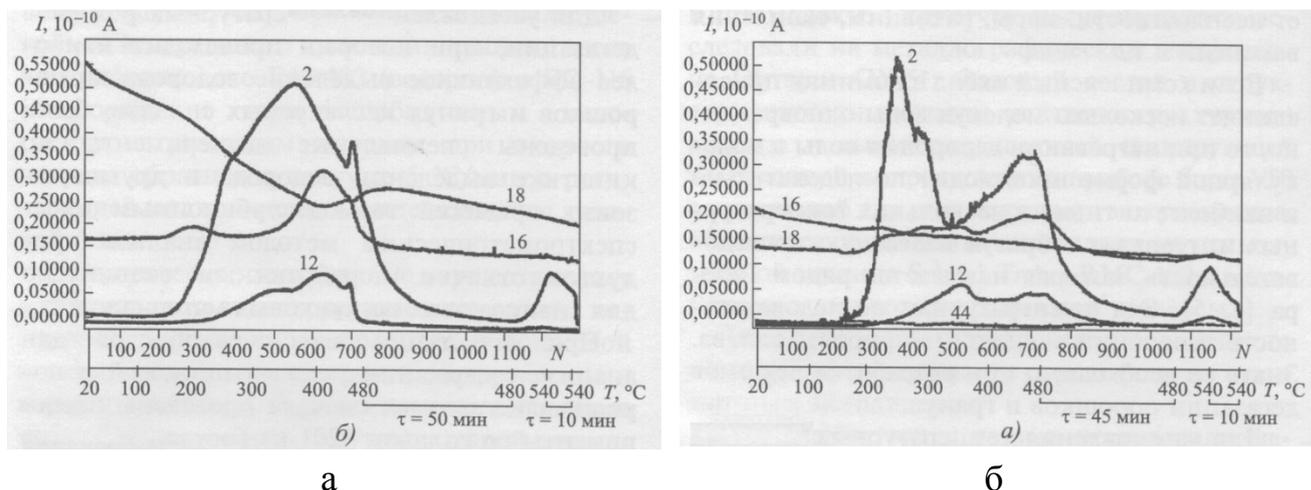


Рисунок 4 - Масс-спектры выделения газовых примесей при нагреве в вакууме из порошка САС-1-50 (а) и гранул САС-1-400 (б). Массовые числа m/e – 2 (водород), 18 (вода), 12,16,18,44 (тяжелые углеводороды)

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.

После дегазации содержание водорода в брикетах из сплава САС-1-50 уменьшилось в 32 раза, что обеспечило получение прессованных полуфабрикатов с высоким уровнем физических и механических свойств.

Разработка технологии прессования сплава САС-1-50 включала в себя следующие технологические операции: скоростная кристаллизация с получением дисперсного порошка, его дегазация и компактирование в вакуумном прессе с получением брикетов и прессование брикетов.

Температура прессования определялась экспериментально. Она выбиралась с учетом предварительных исследований и должна быть достаточной для деформирования материала без разрушения 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. Прессование осуществлялось из контейнера диаметром 100 мм. Мощность пресса позволяла реализовывать давление до 1000 МПа, что обеспечивало возможность прессования прутков $\varnothing 50$, 32 и 24 мм (Рис. 5).

Микроструктура полуфабрикатов имеет следующие особенности. При увеличении оптического микроскопа видны светлые полосы алюминиевой α Al-фазы, они ориентированы вдоль направления прессования. Полосы более явно выражены в центральной зоне полуфабрикатов, где степень деформации несколько меньше. Темная часть представляет собой типичную структуру заэвтектического силумина. Однако от структуры порошков сплава САС1-50 она принципиально отличается тем, что отсутствуют пластинчатые кристаллы эвтектического кремния и грубые первичные кристаллы гранной и дендритной формы. Такая структура называется матричной.



Рисунок 5 – Прессованные прутки САС-1-50 диаметрами 22, 32 и 50 мм (слева) и их микроструктура (справа).

Механические свойства компактных заготовок (брикетов) и прутков (таблица 1) превышают аналогичные характеристики полуфабрикатов, изготовленных по серийной технологии на Каменск-Уральском металлургическом заводе.

Таблица 1 – Механические свойства опытных брикетов и прутков САС-1-50

Полуфабрикат, ТУ	Диаметр, мм	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ_5 , %
Заготовка (брикет) ТУ1791-497- 56897835-2011	100	246,3	142,9	1,17
Пруток ТУ1791-500- 56897835-2011	24	292,0	170,3	3,13
Заготовка (брикет) ТУ1-4-055-79 (КУМЗ)	320	$\geq 196,2$	-	$\geq 0,5$
Пруток ТУ1-4-038-78 (КУМЗ)	60-180	$\geq 254,8$	-	≥ 1

Как следует из таблицы 1, прессованные прутки, из сплава САС-1-50, изготовленные по разработанной технологии имеют прочность на 15% больше и пластичность в 2-2,5 раза выше по сравнению с аналогичными полуфабрикатами, полученными по технологии КУМЗ.

В главе 4 рассмотрена разработка технологии получения штампованных деталей из сплава САС-1-50 и проведение сравнительных испытаний моделей платформы из сплавов САС-1-50 и АМг6. Настоящее исследование проводили применительно к изотермической штамповке моделей платформы размером 270x120x65 мм, изготовленных из брикетов диаметром 120 мм.

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

- газовое распыление дисперсного порошка;
- дегазация и отжиг порошка в вакуумном прессе;
- компактирование порошка в том же вакуумном прессе с получением брикетов диаметром 120 мм и высотой 100 мм;
- штамповка 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

Для определения характеристик размерной стабильности в условиях микропластической деформации из штамповок, полученных по технологии разработанной на предприятии ОАО «Композит», в НПО им. С.А. Лавочкина были изготовлены модели платформы из этих сплавов и смонтирована установка для проведения сравнительных стендовых испытаний платформы из сплавов САС-1-50 и АМг6 (рис. 7).

Изготовленные модели платформ были собраны в испытательную схему и жестко закреплены на месте базирования с системой лазерного слежения Tracker3. В комплект системы измерений API Tracker 3 входят также высокоточные лазерные измерители расстояния на базе абсолютного дальномера (ADM) и интерферометра (IFM).

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

- испытания на статические нагрузки;
- испытания на сохраняемость показателей стабильности;
- испытания на воздействие повышенных и пониженных температур.

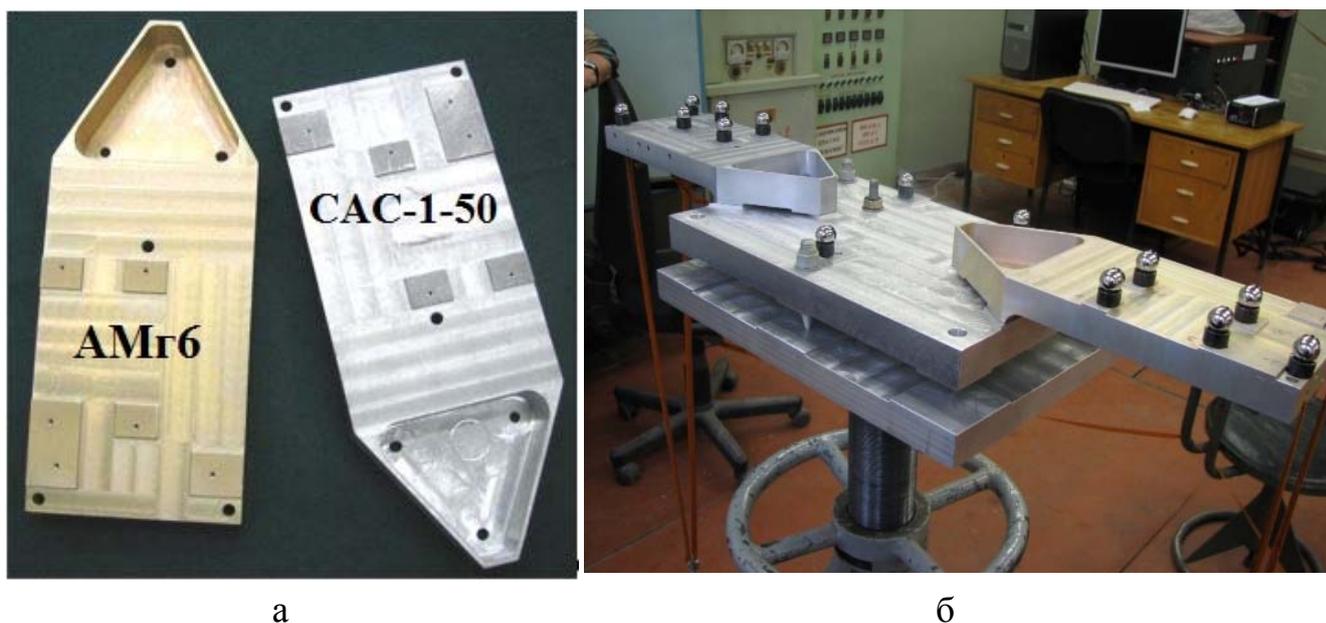


Рисунок 7 – Общий вид модели платформы из сплава АМг6 и САС-1-50 (а) и установка для проведения их сравнительных испытаний (б)

Стендовые сравнительные испытания, 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.

В пятой главе рассмотрена разработанная методика ускоренного определения размерной стабильности быстрозакристаллизованных сплавов системы Al-Si-Ni. Условие обеспечения размерной стабильности деталей и узлов -

одно из главных требований, которые предъявляются к материалам для оптико-электронных приборов космической ориентации и навигации. Эти материалы должны иметь низкий ТКЛР и отвечать требованию стабильности размеров деталей в течение длительного срока эксплуатации приборов (до 15 лет активной работы).

В отечественной практике размерная стабильность материалов оценивается по длительным испытаниям на релаксационную стойкость. 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.

Недостатки стандартной методики очевидны. В связи с длительностью испытаний на релаксационную стойкость возможность использовать их для исследовательских целей при разработке новых перспективных материалов 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%.

В наших исследованиях для оценки релаксационной стойкости материалов также была разработана методика определения прецизионных пределов упругости ($\sigma_{0,002}$ и $\sigma_{0,005}$), аналогичных *PEL* и *MYS*.

При очевидной привлекательности кратковременных испытаний по сравнению с длительными, они осложняются необходимостью использования высокоточного измерительного оборудования для регистрации деформации на уровне долей микрона и точного контроля температуры испытаний и многими другими факторами.

Кроме того, необходимо доказательство корреляции между ними на конкретных примерах составов сплавов, испытанных по этим методикам. В нашей методике все эти и другие условия по возможности были учтены.

Показатели прецизионного предела упругости при кратковременных испытаниях в соответствии с методиками *PEL* и *MYS* определяли при растяжении образцов, устанавливаемых в специальных захватах. Испытания проводили на машине «*Schenck-Trebel*» *RMC-100*. Деформацию измеряли наиболее точным из имеющихся в распоряжении тензометрическим датчиком *Schenck DSA25/10* с базой 25 мм. 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.

Для построения диаграммы растяжения при определении прецизионного предела упругости (аналогично *PEL*) использовали метод последовательного нагружения с замером остаточной деформации после разгрузки образца. При определении сопротивления микротекучести (аналогично *MYS*) диаграмму растяжения получали на непрерывном нагружении с постоянной скоростью. Для исследования релаксационной стойкости по ГОСТ 26007 испытания проводили на специализированной машине «Schенck-Trebel» RRP-50, которая обеспечивала автоматически точность поддержания заданной деформации, измеряемой датчиком HBM D3.

По разработанной методике была проведена сравнительная оценка сопротивления микропластической деформации и релаксационной стойкости быстрозакристаллизованных порошковых материалов системы Al-Si-Ni: САС-1-50, Компал-301 и АКП-1М, изготовленных по различным технологиям и содержащих различное количество кремния.

Результаты механических испытаний приведены в табл. 2.

Сплав САС-1-50, содержащий 30% кремния, существенно уступает по сопротивлению микропластической деформации, определенной по значениям прецизионного предела упругости и, следовательно, релаксационной стойкости, сплавам АКП-1М и Компал-301, которые содержат по 45% кремния.

Таблица 2 – Механические и физические свойства порошковых композиционных материалов системы Al-Si.

Марка (изготовитель)	ТКЛР, 1/°С·10 ⁶	σ_v , 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

Предложенная методика позволила с высокой степенью достоверности классифицировать материалы по их предрасположенности к микродеформации.

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.

Сравнение показателей сопротивления микропластической деформации опытных сплавов системы Al-Si-Ni с релаксационной стойкостью материала АКП-1М, определенной по стандартной методике (ГОСТ 20007), показало корректность их использования в качестве критериев размерной стабильности в пределах $(1-5) \cdot 10^4$ ч работы.

В главе шестой приводится обоснование выбора состава нового сплава с более низким ТКЛР и технология получения заготовок из этого сплава.

При создании новых материалов 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 теоретический 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 или Al₂O₃.

Для методов порошковой и гранульной металлургии, концентрация кремния 30% в заэвтектических силуминах является предельной.

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.

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

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 (15×10^{-6} 1/град).

Проведенные расчеты показали, что Si во всех отношениях превосходит керамические компоненты (Si₃N₄, SiC, Al₂O₃): он имеет самую низкую плотность и наименьшие значения ТКЛР. Расчеты показывают, что для получения значений ТКЛР $9-11 \times 10^{-6}$ 1/град необходимо дополнительно ввести порядка 15-30% добавок дисперсных частиц.

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 брикетов с целью определения оптимального состава. Все остальные сплавы, содержащие в своем составе керамические частицы, отличались пониженной плотностью по сравнению с теоретическим 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 дисперсный порошок кремния. Для сравнения был приготовлен порошковый сплав САС-1-50.

ТКЛР сплавов 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.

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

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.

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 довели до 35-46% в азотно-кислородной смеси, которая позволила повысить содержание оксида алюминия в материале до 3,5% (таблица 3).

Таблица 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 C), 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	0,001	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	0,001	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

Получение брикетов из КМ Компал-301 включает следующие технологические операции. Порошки матричного алюминиевого сплава получали газовым распылением расплава, что обеспечивало скорость кристаллизации $2 \cdot 10^4 - 10^5$ °С/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 °С. 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.

Конечная структура компактного брикета представлена на рисунке 8.

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. Они не могут деформироваться с алюминиевой матрицей и их границы являются очагами зарождения трещин. Эти частицы являются причиной низкой пластичности брикетов.

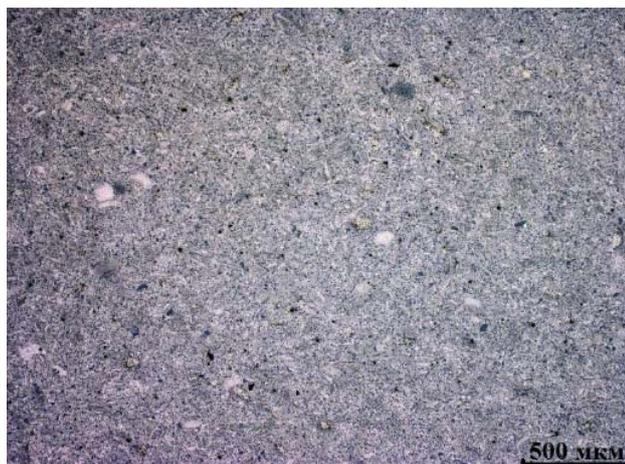


Рисунок 8 - Микроструктура брикета Компал-301, полученная с помощью оптического микроскопа.

ОСНОВНЫЕ 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.

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.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ РАБОТЫ

Список публикаций в рецензируемых журналах, рекомендуемых ВАК

1. Осинцев, О.Е. Разработка режимов дегазации порошков и порошковых композиций сплавов системы Al-Si-Ni и получение из них брикетов и деформированных полуфабрикатов/ О.Е. Осинцев, **В.В. Васнев**, В.Н. Мироненко, В.Н. Бутрим, С.Я. Бецофен, Р. В. Тюльпакова // Заготовительные производства в машиностроении. 2016. №7. С.29-36.

2. **Васнев, В.В.** Разработка технологии получения прессованных полуфабрикатов и штамповок из алюминиевого сплава САС-1-50 и изучение их структуры и физико-механических свойств/ **В.В. Васнев**, В.Н. Мироненко, В.Н. Бутрим, А.С. Аронин, И.М. Аристова, О.Е. Осинцев // Заготовительные производства в машиностроении. 2015. №9. С.41-47.

3. Осинцев, О.Е. Исследование влияния кинетических и термодинамических факторов на структуру, свойства и особенности технологии получения деформированных полуфабрикатов из быстрозакристаллизованного алюминиевого сплава системы Al-Si-Ni/ О.Е. Осинцев, С.Я. Бецофен, **В.В. Васнев**, В.Н. Мироненко, В.Н. Бутрим // Физика и химия обработки материалов. 2016. №3. С.57-64.
4. **Васнев, В.В.** Разработка технологии получения штампованных деталей из сплава САС-1-50 для авиакосмических навигационных приборов и проведение сравнительных испытаний моделей платформы из сплавов САС-1-50 и АМг6/ **В.В. Васнев**, О.Е. Осинцев, В.Н. Мироненко, В.Н. Бутрим, О.П. Баженова // Заготовительные производства в машиностроении. 2016. №12. С.33-40.
5. Мироненко, В.Н. Разрушение порошковых композитов Al-Si/ В.Н. Мироненко, К.И. Никонов, В.Н. Бутрим, **В.В. Васнев**, С.Ю. Петрович, В.П. Черепанов // Деформация и разрушение материалов. 2009. №6. С. 36-39
6. Мироненко, В.Н. Разработка порошковых композиционных материалов с алюминиевой матрицей/ В.Н. Мироненко, **В.В. Васнев**, В.Н. Бутрим, С.Ю. Петрович, В.П. Черепанов, В.А. Баранов, А.А. Григорьева, Р.В. Тюльпакова // Технология легких сплавов. 2011. №4. С. 50-58.
7. Мироненко, В.Н. Особенности поведения порошковых сплавов и композитов Al-Si в области микродеформации / В.Н. Мироненко, **В.В. Васнев**, Е.В. Квитка, А.С. Аронин, И.М. Аристова // Технология легких сплавов. 2011. №4. С. 59-67.

Патенты РФ:

1. Порошковый композиционный материал и способ его получения. В.Н. Мироненко, С.Ю. Петрович, В.П. Черепанов, С.А. Окунев, **В.В. Васнев**. RU 2353689. Дата рег. 27.04.2009. Дата публ. 20.05.2008.
2. Способ штамповки труднодеформируемых материалов (варианты). В.Н. Мироненко, **В.В. Васнев** Т.И. Голубятникова. RU 2542046 Дата рег. 18.06.2013. Дата публ. 20.02.2015, бюл. №5.

Список публикаций в других научных журналах и сборниках трудов

1. **V. Vasnev**, V. Mironenko, V. Butrim, A. Aronin, I. Aristova. Strain age-hardening of powder aluminum-silicon composites // 2013 International Conference on Powder Metallurgy and Particulate Materials. 2013. P. 606-706.
2. **Васнев, В.В.** Алюмоматричный порошковый композит Al-Si / **В.В. Васнев**, В.Н. Мироненко, В.Н. Бутрим, Н.В. Скуридина, Е.В. Квитка, С.Ю. Петрович, В.П. Черепанов // Доклад на конференцию «Быстрозакаленные материалы и покрытия» (МАТИ). 2009. С. 63-67.
3. **Васнев, В.В.** Исследование и разработка технологических процессов изготовления заготовок и прутков из сплава САС-1 / **В.В. Васнев**, В.Н. Мироненко, Е.В. Квитка, В.Н. Бутрим, К.М. Константинов // Сборник материалов молодежной конференции «Новые материалы и технологии в ракетно-космической технике». 2011. С. 319-334.