

Л. П. Пужайло, В. П. Гаврилюк, С. Л. Поливода,
А. В. Серый, А. Н. Гордыня

Физико-технологический институт металлов и сплавов НАН Украины, Киев

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕРМОВРЕМЕННОЙ ОБРАБОТКИ ЛИГАТУРЫ Al-Sc НА ЕЕ ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И МОДИФИЦИРУЮЩУЮ СПОСОБНОСТЬ

Исследовано влияние на фазовый состав и модифицирующую способность лигатуры Al-Sc таких технологических факторов, как температура и воздействие вакуума в процессе приготовления, а также скорость охлаждения сплавов при кристаллизации.

Ключевые слова: лигатура алюминий-скандий, высокопрочный алюминиевый сплав B96Ц, недендритная структура.

Досліджено вплив на фазовий склад та модифікуючу здатність лігатури Al-Sc таких технологічних факторів, як температура та вплив вакууму у процесі приготування, а також швидкість охолодження сплавів під час кристалізації.

Ключові слова: лігатура алюміній-скандій, високоміцний алюмінієвий сплав B96Ц, недендритна структура.

It has been investigated the influence of such technological factors, as the temperature and vacuum exposure in the preparation process, and the alloys cooling rate during crystallizing on the Al-Sc ligature's phase composition and modifying properties.

Keywords: aluminum-scandium ligature, high strength aluminium alloy B96Ц, non dendritic structure.

Скандий является одним из наиболее эффективных модификаторов литой зеренной структуры высокопрочных алюминиевых деформируемых сплавов [1, 2]. В алюминиевые сплавы его вводят в малых количествах (до 0,3 %). Для каждого сплава существует концентрационный порог, ниже которого скандий практически не проявляет своего модифицирующего действия. Известно [2], что центрами кристаллизации недендритного зерна могут служить интерметаллиды Al_3Sc размером менее 1,8 мкм. Наличие в лигатурной чушке крупных интерметаллидов, неоднородность ее фазового и химического составов [3] снижают эффект модифицирования, а в некоторых случаях могут практически его нивелировать. Одним из путей решения проблемы улучшения качества лигатуры считается увеличение скорости охлаждения при кристаллизации [4], что приводит к измельчению первичных интерметаллидов.

Целью настоящей работы было изучение влияния различных технологических факторов приготовления лигатуры Al-Sc на ее фазовый состав и модифицирующую способность.

Приготовление лигатурных сплавов и их кристаллизацию проводили в лабораторной установке, конструкция которой позволяет в широких пределах изменять основные технологические факторы, влияющие на физико-химические процессы приготовления и кристаллизацию сплава (температуру и электромагнитное перемешивание в процессе приготовления, воздействие вакуума, а также скорость

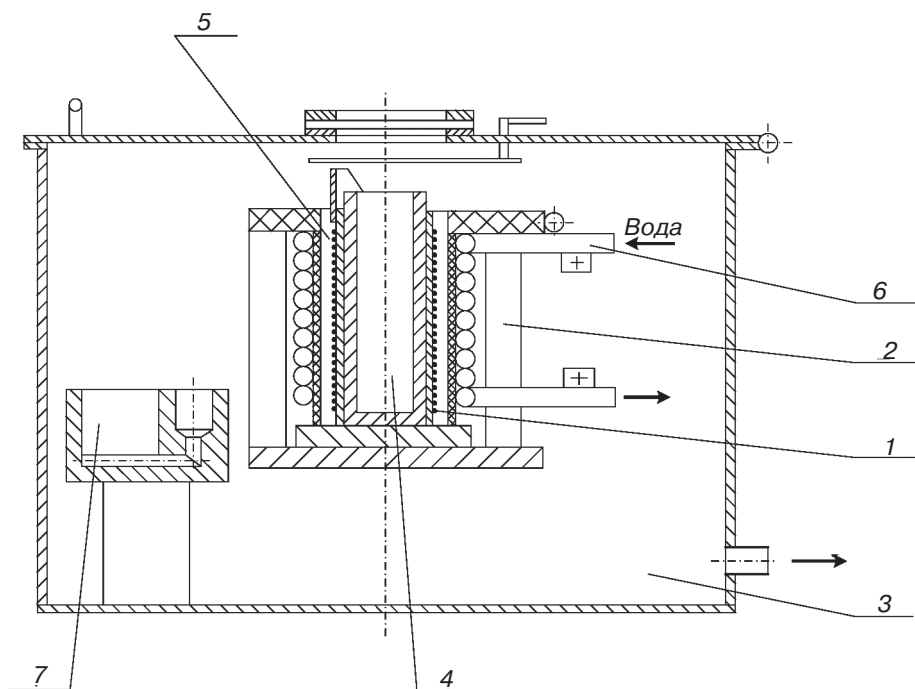


Рис. 1. Схема лабораторной установки

охлаждения сплава при кристаллизации). Лабораторная установка (рис. 1) представляет собой печь сопротивления 1, совмещенную с однофазной индукционной печью 2, которая размещена в вакуумной камере 3. В печи сопротивления установлен тигель 4 емкостью 290 г жидкого алюминия. Теплоизоляционный слой 5 отделяет водоохлаждаемую катушку 6 от спирали. Для разливки приготовленного сплава в форму 7 печь наклоняется, вращаясь вокруг поворотных осей. Лабораторная установка позволяет приготавливать сплавы при температуре до 1100 °С.

Объектом настоящего исследования служили лигатуры Al-Sc с содержанием скандия в пределах 0,4-2,0 % с шагом варьирования 0,2 %. Концентрации скандия, пониженные по сравнению с серийной лигатурой, получали подшихтовкой к серийной лигатуре Al-2 % Sc алюминия марки А97. Интенсивность перемешивания в процессе приготовления лигатур составляла порядка $Re \approx 2 \cdot 10^4$. Вакуумное рафинирование проводили при остаточном давлении в вакуумной камере 0,133 кПа в течение 20 мин. Температуры лигатурных сплавов перед разливкой варьировали в пределах 700-1100 °С с шагом 100°. Для исследования различных условий кристаллизации в лабораторной установке размещали форму из вологранна (теплоизоляционного материала) и толстостенный медный кокиль, в которых скорости охлаждения при кристаллизации ($V_{\text{охл}}$) составляли порядка 10 и 10² °С/с соответственно. Для достижения $V_{\text{охл}} \sim 10^5$ °С/с в лабораторной установке размещали вращающийся водоохлаждаемый медный диск, в результате разливки получали волокна толщиной 25-50 мкм.

Структуру полученных образцов лигатур изучали на микроанализаторе REMMA-102 на полированных нетравленных образцах*.

По результатам исследований была построена диаграмма (рис. 2), на которой представлены температурно-концентрационные области существования в лигатуре Al-Sc первичных интерметаллидов Al₃Sc, видимых при увеличении до 1000.

*Исследование проведено В. Я. Хоружим

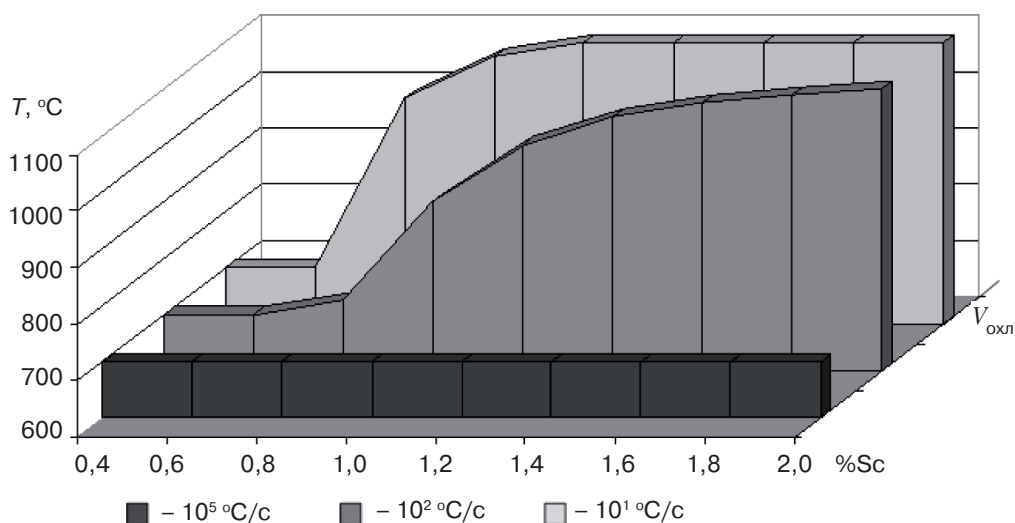


Рис. 2. Температурно-концентрационные области существования первичных интерметаллидов Al_3Sc в лигатурах Al-Sc при различных скоростях охлаждения при кристаллизации

Как показали исследования, при $V_{охл} \sim 10^0$ °C/c концентрационный интервал от 1,2 до 2,0 % Sc является областью существования первичных интерметаллидов Al_3Sc при всех исследованных температурах нагрева перед кристаллизацией. По мере снижения содержания скандия в лигатуре от 1,2 до 0,6 % температурная область существования интерметаллидов сужается, а при концентрации ниже 0,6 % интерметаллиды в лигатурных сплавах не обнаруживаются при всех исследованных температурах нагрева перед кристаллизацией.

Повышение скорости охлаждения лигатур до $\sim 10^2$ °C/c приводит к значительному сужению области существования первичных интерметаллидов по сравнению с $V_{охл} \sim 10^0$ °C/c. Так, в лигатуре с 1,6 % Sc при нагреве перед кристаллизацией до 1100 °C интерметаллиды Al_3Sc не обнаружены даже при увеличении 1000. В лигатуре с содержанием скандия 1,0 % они не выявлены уже при температуре нагрева перед кристаллизацией 900 °C, а при снижении содержания скандия до 0,8 % и ниже – при 700 °C.

Исследования образцов, закристаллизованных с $V_{охл} \sim 10^5$ °C/c, показали, что при всех температурах нагрева перед кристаллизацией и всех концентрациях скандия в лигатуре вплоть до 2 % при $\times 1000$ интерметаллиды Al_3Sc не обнаруживаются.

Микроструктуры лигатур и режимы их термовременной обработки приведены на рис. 3.

Анализ влияния вакуумной обработки на характер кристаллизации интерметаллидов Al_3Sc показал, что при высоких концентрациях скандия в лигатуре (1,8-2,0 %) наличие в технологическом процессе вакуумной обработки не приводит к какому-либо заметному изменению величины и формы интерметаллидов Al_3Sc . Зато при снижении содержания скандия в лигатуре до 1,0-1,6 % наблюдается значительное уменьшение размеров интерметаллидов после вакуумирования как при $V_{охл} \sim 10^0$ °C/c, так и $V_{охл} \sim 10^2$. Так, например, в образцах лигатуры Al-1,2 % Sc при их кристаллизации от температуры 800 °C и $V_{охл} \sim 10^2$ °C/c, полученных без вакуумной обработки (рис. 3, г), интерметаллиды Al_3Sc обнаруживаются, тогда как в образцах, полученных при тех же условиях нагрева и охлаждения, но с дополнительной вакуумной обработкой в процессе приготовления, они отсутствуют (рис. 3, д). Это дает основание говорить о том, что вакуумирование лигатурных сплавов во время

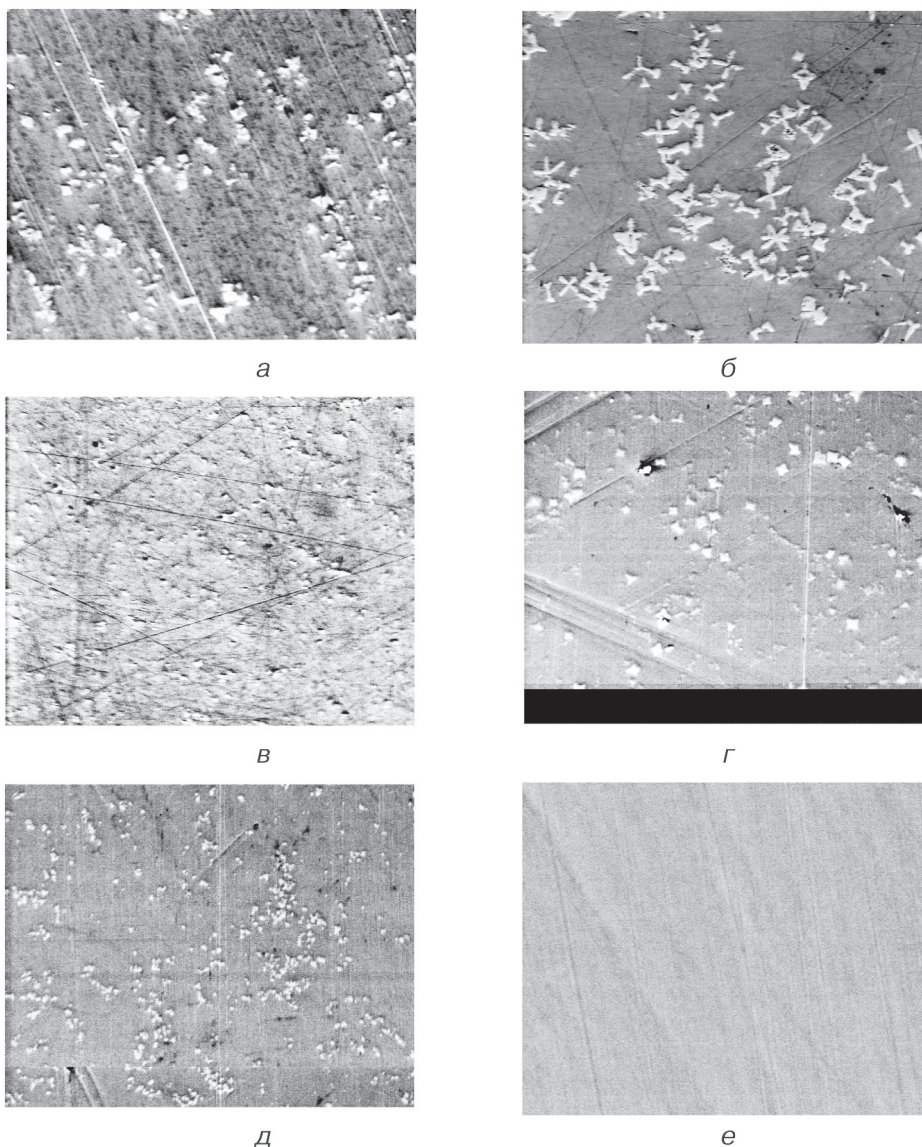


Рис. 3. Микроструктуры лигатур Al-Sc: а – серийная лигатура Al-2 % Sc; б – Al-2 % Sc, $V_{\text{охл}} \sim 10 \text{ }^\circ\text{C/с}$; в – Al-2,0 % Sc, $V_{\text{охл}} \sim 10^2/\text{с}$ (кристаллизация от температуры 1100 °C); г – Al-1,2 % Sc, $V_{\text{охл}} \sim 10$; д – Al-1,2 % Sc, вакуумная обработка, $V_{\text{охл}} \sim 10 \text{ }^\circ\text{C/с}$ (кристаллизация от температуры 800 °C), $\times 200$; е – Al-2,0 % Sc, $V_{\text{охл}} \sim 10^5 \text{ }^\circ\text{C/с}$ (кристаллизация от температуры 700 °C), $\times 1000$

приготовления может служить одним из технологических приемов получения лигатур без крупных первичных интерметаллидов.

Для определения модифицирующей способности лигатур Al-Sc был выбран один из самых высокопрочных алюминиевых деформируемых сплавов В96Ц. Сплав готовили в лабораторной установке из первичных материалов технической чистоты. Интенсивность перемешивания в процессе приготовления сплавов составляла порядка $Re = 2 \cdot 10^4$. Вакуумное рафинирование проводили при остаточном давлении в вакуумной камере 0,133 кПа в течение 20 мин. Температура сплавов перед разливкой составляла 700 °C. Был проведен ряд плавов с варьированием содержания скандия от 0 до 0,15 %. Для приготовления сплавов использовали серийную лигатуру

Режимы приготовления лигатур

Номер лигатуры	Содержание скандия, %	Кристаллизация от температуры, °С	Скорость охлаждения при кристаллизации, °С/с
1	2,0	серийная	
2	0,5	700	~ 10
3	1,5	1100	~ 10 ²
4	2,0	700	~ 10 ⁵

Al-2 % Sc производства ВостГОК и лигатуры, полученные в ходе экспериментов по определению температурно-концентрационных областей существования в них первичных интерметаллидов Al₃Sc. В описании результатов исследований упомянуты лигатуры № 1-4, режимы приготовления которых приведены в таблице. Лигатуры № 2-4 принадлежат к температурно-концентрационным областям диаграммы, в которых при увеличении 1000 интерметаллиды не выявляются. Приготовленные сплавы заливали в форму из вологран и толстостенный медный кокиль ($V_{\text{охл}} \sim 10$ и 10^2 °С/с соответственно) для получения образцов $\varnothing 12$ мм. Для металлографического исследования образцы травили реактивом Келлера. Микроструктуру образцов изучали на микроскопе МИМ-7.

Микроструктура сплава В96Ц, не модифицированного скандием, при $V_{\text{охл}} \sim 10$ °С/с (рис. 4, а) – крупнокристаллическая дендритная. Увеличение $V_{\text{охл}}$ до $\sim 10^2$ °С/с способствовало измельчению структуры, хотя характер ее остался дендритным (рис. 4, б).

Введение в сплав В96Ц лигатуры №1 из расчета содержания скандия 0,13 % с последующей кристаллизацией его с $V_{\text{охл}} \sim 10$ °С/с позволило получить в сплаве структуру, близкую к недендритной с величиной зерна 80-90 мкм (рис. 4, в). При введении в сплав В96Ц лигатур № 2 и 3 при $V_{\text{охл}} \sim 10$ °С/с микроструктура литого металла была практически одинаковой (рис. 4, г): величина недендритного литого зерна составила 60-70 мкм.

Наиболее эффективной при модифицировании литой зеренной структуры сплава В96Ц явилась лигатура № 4 (рис. 4, д). Величина литого зерна в образцах из сплава В96Ц с добавками этой лигатуры из расчета 0,13 % Sc, закристаллизованных с $V_{\text{охл}} \sim 10$ °С/с, оказалась практически в 2-3 раза меньше (30-40 мкм), чем в образцах того же состава, но с использованием лигатуры №1. Ввиду высокой модифицирующей способности лигатуры № 4 были проведены исследования по модифицированию сплава В96Ц пониженным количеством скандия (0,1 %) при введении его в сплав этой лигатурой. Исследования показали, что в этом случае достигается модифицирующий эффект, равный модифицированию этого сплава 0,13 % Sc с использованием лигатуры № 1. Таким образом, при использовании для модифицирования сплава В96Ц лигатуры, закристаллизованной со сверхвысокой скоростью, удается достичь 25 %-ной экономии дорогостоящей алюминий-скандиевой лигатуры.

Увеличение $V_{\text{охл}}$ сплава В96Ц, модифицированного лигатурами № 1-4, до $\sim 10^2$ °С/с приводит к изменению структуры от недендритной или близкой к ней на мелкокристаллическую дендритную (рис. 4, е). Это, вероятно, объясняется тем, что при высоких скоростях охлаждения скандий, фиксируясь в твердом растворе, не выделяется в виде интерметаллидов Al₃Sc, модифицирующих литую структуру алюминиевых сплавов.

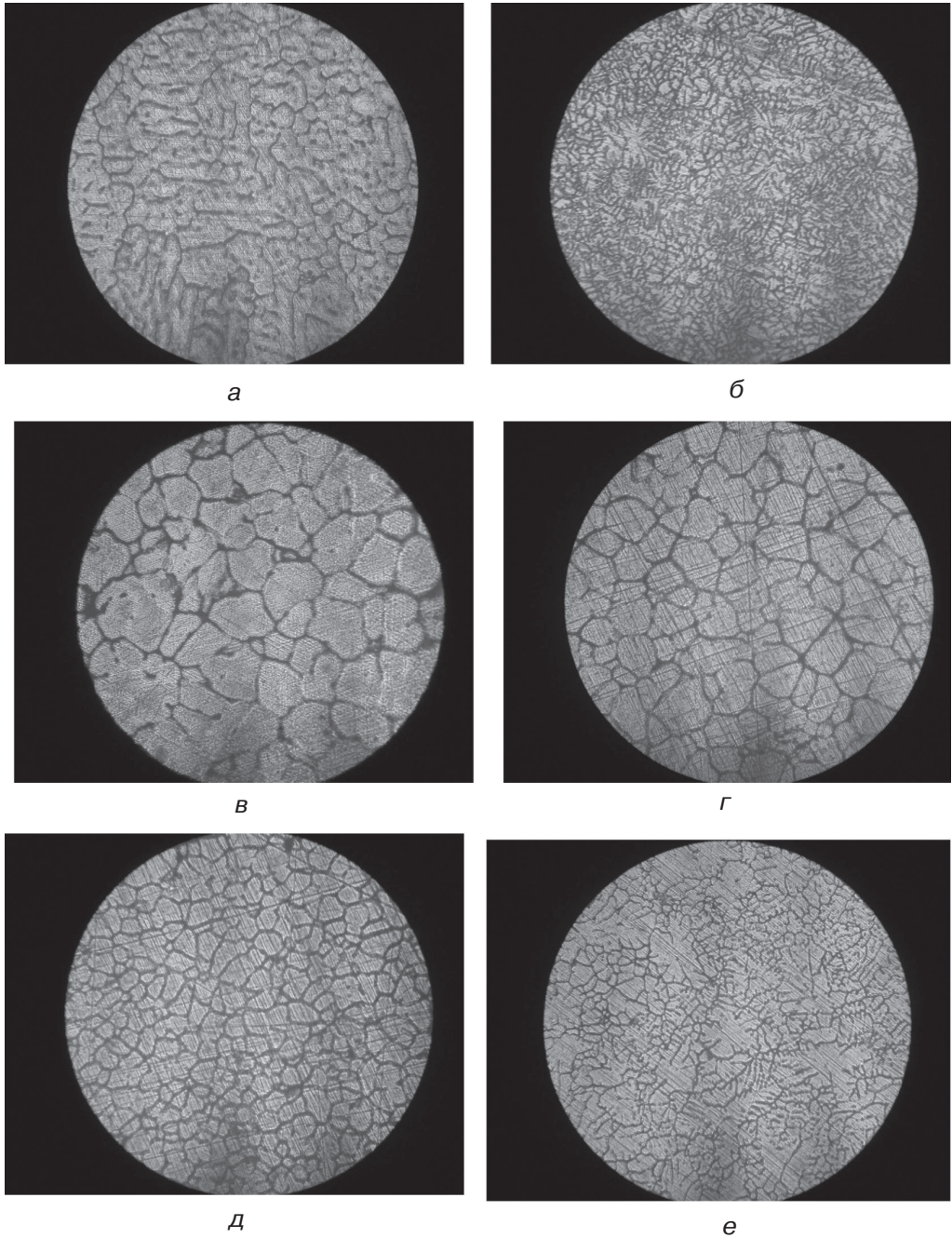


Рис. 4. Микроструктура сплава: а – В96Ц не модифицированный скандием, скорость охлаждения ~ 10 °C/с; б – В96Ц не модифицированный скандием, скорость охлаждения $\sim 10^2$ °C/с; в – В96Ц + 0,13 % Sc, лигатура № 1, скорость охлаждения ~ 10 °C/с; г – В96Ц + 0,13 % Sc, лигатура № 2, скорость охлаждения ~ 10 °C/с; д – В96Ц + 0,13 % Sc, лигатура № 4, скорость охлаждения ~ 10 °C/с; е – В96Ц + 0,13 % Sc, лигатура № 2, скорость охлаждения $\sim 10^2$ °C/с

Вывод

Исходя из проведенных исследований, можно дать несколько практических рекомендаций по выбору параметров технологического процесса приготовления лигатур Al-Sc с наивысшей модифицирующей способностью, а также некоторых технологических особенностей процесса полунепрерывного литья для получения слитков из сплава В96Ц с недендритной структурой, что позволит повысить механические и эксплуатационные свойства изделий [5], изготовленных из них:

– Хотя лигатуры Al-Sc, приготовленные с использованием метода сверхбыстрой кристаллизации имеют наивысшую модифицирующую способность, однако технологический процесс их приготовления является довольно дорогостоящим в связи с необходимостью использования дополнительного оборудования для получения волокон или гранул и его сравнительно низкой производительностью. Использование такого технологического приема, как перегрев металла до высоких температур в процессе плавки также является сложно осуществимым в промышленных условиях, так как требует наличия высокотемпературных печей и создания защитной атмосферы над расплавом. Для промышленного применения можно рекомендовать метод, предусматривающий снижение содержания скандия в лигатуре путем подшихтовки алюминия во время проведения плавки и заливку лигатур Al-Sc в толстостенный водоохлаждаемый медный кокиль с получением отливок толщиной не более 10 мм.

– В технологический процесс приготовления лигатур целесообразно включать стадию вакуумирования металла. Это позволит уменьшить объемный процент интерметаллидов в лигатурах, а также существенно снизит содержание водорода и оксидных включений в них и, как следствие, улучшит качество металла, изготавливаемого с использованием приготовленных лигатур.

– Технологический процесс полунепрерывного литья слитков следует организовать так, чтобы скорость охлаждения слитка имела значения порядка 10 °С/с.



Список литературы

1. Давыдов В. Г., Захаров В. В., Ростова Т. Д. Модифицирование зеренной структуры слитков алюминиевых сплавов // Цв. металлы. – 2001. – № 9-10. – С. 95-98.
2. Захаров В. В. Влияние скандия на структуру и свойства алюминиевых сплавов // Металловедение и терм. обраб. металлов. – 2003. – № 7. – С. 7-15.
3. Пужайло Л. П., Поливода С. Л. Исследование фазового состава алюминий-скандиевых лигатур // Материалы II Международной научно-технической конференции «Перспективные технологии, материалы и оборудование в литейном производстве». – Краматорск, 2009. – С. 167-169.
4. Лигатуры для производства алюминиевых и магниевых сплавов / В. И. Напалков, Б. И. Бондарев, В. И. Тарарышкин и др. – М.: Металлургия, 1983. – 160 с.
6. Добаткин В. И., Эскин Г. И. Недендритная структура в слитках легких сплавов // Цв. металлы. – 1991. – № 1. – С. 64-67.

Поступила 02.07.2013