

УДК 669.018.95

Е.И. Курбаткина¹, А.А. Шавнев¹, Д.В. Косолапов¹, А.В. Гололобов¹

ОСОБЕННОСТИ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ С АЛЮМИНИЕВОЙ МАТРИЦЕЙ (обзор)

DOI: 10.18577/2307-6046-2017-0-11-9-9

Рассмотрены основные особенности дисперсионного твердения металлических композиционных материалов (МКМ) с алюминиевой матрицей в системах Al–Cu–Mg–SiC, Al–Mg–Si–Cu–SiC, Al–Mg–Si–Cu–B₄C и Al–Zn–Mg–Cu–SiC. Показано, что кинетика старения МКМ отличается от кинетики старения алюминиевых сплавов: пиковые показатели твердости и прочности МКМ достигаются за более короткое время. Рассмотрены вопросы влияния объемной доли армирующего компонента на дисперсионное твердение композиционных материалов. Проанализирован фазовый состав и особенности взаимодействия на границе раздела «матрица–наполнитель».

Ключевые слова: порошковая металлургия, механическое легирование, композиционные материалы, твердофазное взаимодействие.

In this article, main features of the dispersion hardening of metal composite materials (MMC) based on an aluminum matrix were considered using the example of the Al–Cu–Mg–SiC, Al–Mg–Si–Cu–SiC, Al–Mg–Si–Cu–B₄C and Al–Zn–Mg–Cu–SiC systems. It was shown that the aging kinetics of MMC differs from the aging kinetics of aluminum alloys: hardness and strength of MMC reach their maximum values in a shorter time. The effect of the volume fraction of the reinforcing component on the dispersion hardening of composite materials was analyzed. Phase composition and features of the interaction at the matrix/reinforcement interface were studied.

Keywords: powder metallurgy, mechanical alloying, composite materials, solid-phase interaction.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

Введение

Дисперсноупрочненные металлические композиционные материалы (МКМ) представляют собой класс материалов, в которых, как правило, твердые частицы керамического наполнителя внедрены в пластичную металлическую матрицу. Наиболее перспективным и быстро развивающимся направлением дисперсноупрочненных композиционных материалов являются алюминиевые МКМ. Их физические, механические и трибологические свойства представлены в широком диапазоне благодаря комбинации свойств матричного алюминиевого сплава и размера, формы, объемной доли наполнителя. Дисперсноупрочненные МКМ на основе алюминия чаще всего применяются в авиационно-космической отрасли благодаря своей высокой прочности, жесткости, высоким трибологическим характеристикам и хорошей стойкости к усталостным нагрузкам [1–5].

Процесс упрочнения МКМ может быть классифицирован как «прямой» и «косвенный» [6]. В работах [6] и [7] показано, что процесс «прямого» упрочнения связан с

перераспределением нагрузки от мягкой и пластичной матрицы к более твердым частицам армирующего компонента. «Косвенное» упрочнение является результатом изменения микроструктуры и свойств при введении армирующих частиц [8–12]. В научно-технической литературе содержатся отдельные сведения о влиянии дисперсных частиц на кинетику дисперсионного твердения матричных алюминиевых сплавов [13–24]. Однако, несмотря на большое количество исследований, проведенных в данной области, отсутствуют обобщенные данные о процессах, происходящих во время термической обработки композиционных материалов, о влиянии армирующего компонента на структуру и фазообразование в матричном алюминиевом сплаве.

Цель данной работы – на примере систем Al–Cu–Mg–SiC, Al–Mg–Si–Cu–SiC, Al–Mg–Si–Cu–B₄C и Al–Zn–Mg–Cu–SiC рассмотреть основные особенности дисперсионного твердения металлических композиционных материалов на основе алюминиевой матрицы, позволяющие прогнозировать параметры термической обработки для достижения максимальных прочностных свойств.

Композиционные материалы на основе алюминиевых сплавов с медью и магнием

Композиционные материалы с матрицей из алюминиевого сплава, легированного медью и магнием, представляют собой наиболее изученную и широко используемую группу композиционных материалов системы Al–Cu–Mg–SiC. Исследование особенностей термической обработки данной группы МКМ проводилось как в России, так и за рубежом. Например, в работе [25] был изучен процесс дисперсионного твердения композиционного материала Al–3%Cu–1%Mg–20%SiC, полученного методом механического легирования с последующей экструзией. Образцы МКМ закаливали с температуры 480°C и подвергали старению при разных температурах. Анализ кинетических кривых, построенных для температур 100 и 120°C, показал, что максимум твердости приходится на 5–10 ч старения. При температуре старения 200°C твердость МКМ снижается сразу, что, возможно, связано с перестариванием. Из сравнения кинетических кривых для композиционного материала и сплава Al–3%Cu–1%Mg следует, что старение в композиционном материале происходит значительно быстрее. Симплексный метод планирования, используемый в работе, показал, что наибольшие значения твердости достигаются при температуре 150–165°C и времени старения 5–9 ч. Данный режим был рекомендован в качестве оптимального для обработки композиционного материала.

Кинетика старения композиционных материалов во многом обусловлена особенностью микроструктуры материалов, полученных по технологии порошковой металлургии. В работе [21] исследовали МКМ Al–3,4%Cu–10%SiC. Технология изготовления материала заключалась в механическом легировании на воздухе, холодном компактировании, дегазации, спекании и горячей экструзии. Термическую обработку осуществляли по следующему режиму: выдержка 2 ч при температуре 520°C, закалка в воду, изотермическое старение при температуре 160°C.

На рис. 1 представлены результаты измерения микротвердости МКМ и алюминиевого сплава Al–3,4%Cu, который прошел те же технологические стадии, что и композиционный материал. Максимумы твердости композиционного материала и сплава совпали. Таким образом, показано, что скорость старения алюминиевого сплава, полученного по порошковой технологии, и композиционного материала на его основе совпадают. В то же время, следует отметить, что максимум твердости достигается в три раза быстрее, чем в сплаве Al–3,4%Cu, полученном по литейной технологии [11].

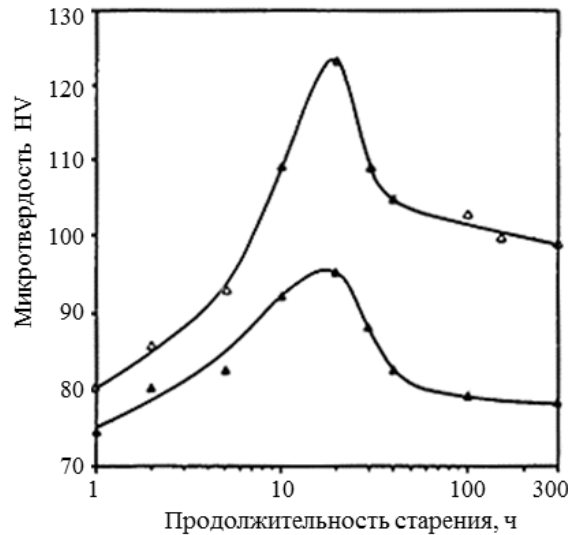


Рис. 1. Зависимость микротвердости порошкового алюминиевого сплава Al-3,4%Cu (▲) и композиционного материала (Δ) на его основе от времени старения

Исследования показали, что кинетика старения обусловлена особенностью микроструктуры материала [26], а не введенными частицами SiC. Причина в том, что эффект от закалочных дислокаций, вызванный различием в ТКЛР алюминиевой матрицы и частиц карбида кремния, может быть менее значительным по сравнению с влиянием оксидных включений [26], образовавшихся в матрице во время механического легирования. Исследование структуры показало, что оксидные включения в матричном алюминиевом сплаве распределены равномерно и образование вторичных фаз (θ , CuAl_2) во время старения происходит именно на этих включениях. Число некогерентных границ раздела между включениями оксидов и алюминиевой матрицей значительно выше, чем между матрицей и частицами SiC. Таким образом, наличие оксидов облегчает и способствует более гетерогенному зарождению вторичных фаз. Несмотря на то что частицы карбида кремния не оказывают значительного влияния на кинетику старения, они повышают твердость матричного алюминиевого сплава.

Изучение фазового состава матричных сплавов системы Al-Cu-Mg проводилось в работе [27]. Образцы МКМ получали следующим способом: порошок алюминия (состава Al-5,4Cu-1,5Mg) и карбида кремния подвергали деформационной обработке вакуумным горячим прессованием с последующей экструзией с коэффициентом вытяжки 25:1. Полученные образцы отжигали перед закалкой по двум режимам: при 495°C в течение 30 мин и при 504°C в течение 4 ч. Скорость охлаждения образцов во время закалки составляла 475–480°C/с. Затем образцы подвергали искусственному старению при температуре 191°C.

Исследование структуры экструдированных образцов показало, что в МКМ помимо твердого раствора алюминия и карбида кремния присутствуют фазы Al_2Cu и Al_2CuMg , а также частицы, выделившиеся на границе раздела фаз и содержащие Cu, Mg и Fe. Последующий отжиг под закалку при 495°C в течение 30 мин не достаточен для полного растворения выделившихся фаз. Исследование твердого раствора алюминия показало, что содержание в нем меди составляет 2–3%, что в 2 раза меньше, чем в исходном алюминиевом сплаве. При отжиге при 504°C в течение 4 ч концентрация Cu в алюминиевой матрице становится равной концентрации в исходном алюминиевом сплаве – частицы Al_2Cu и Al_2CuMg растворяются полностью, на границе раздела выявлены фазы, содержащие Mg и Fe, однако их количество уменьшилось в 5 раз [27]. Затрудненность растворения фаз, содержащих Mg и Fe, связана с незначительной

растворимостью железа в алюминии и тенденцией атомов магния сегрегировать и выделяться на границе раздела. Старение приводит к выделению дисперсионных фаз Al_2Cu и Al_2CuMg размером несколько нанометров, причем выделение данных фаз происходит в основном на границе раздела. Максимальная прочность образцов, содержащих 5; 15 и 25% SiC и отожженных под закалку при $495^\circ C$ в течение 30 мин, достигается за 3–5 ч, а отожженных под закалку при $504^\circ C$ в течение 4 ч – за 4–6 ч. Причем более высокая твердость характерна для МКМ с большей температурой и продолжительностью выдержки, что объясняется большей концентрацией атомов меди в твердом растворе и соответственно большей объемной долей вторичных фаз после старения.

Даже невысокие концентрации армирующего наполнителя оказывают влияние на процесс старения композиционных материалов. В работе [28] исследован МКМ марки 2014 с 0,5% SiC. Состав алюминиевого сплава марки 2014, из которого изготовлен МКМ методом механического легирования и спекания в вакууме с последующей экструзией, представлен в табл. 1. Закалку проводили с температуры $502^\circ C$ в воде, старение – при $160^\circ C$.

Таблица 1

Химический состав матричного сплава 2014

| Содержание элементов, % (по массе) | | | | | |
|------------------------------------|-----|-----|-----|-----|-----------|
| Cu | Si | Mg | Mn | Fe | Al |
| 4,0 | 0,8 | 0,5 | 0,8 | 0,7 | Остальное |

Исследования с помощью дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) показали (рис. 2), что в образце МКМ происходят те же фазовые превращения, что и в неармированном сплаве марки 2014.

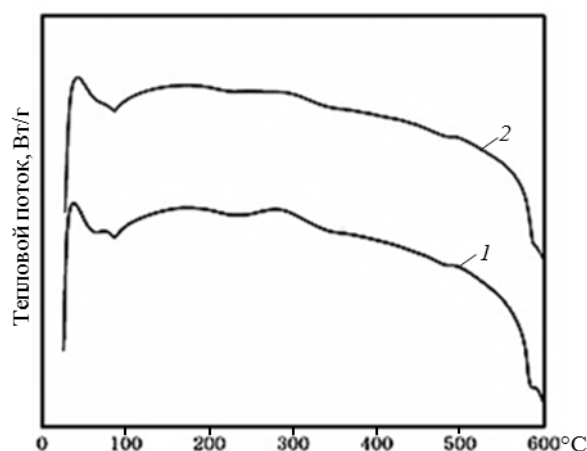


Рис. 2. Результаты дифференциального сканирующего анализа сплава марки 2014 (1) и МКМ на его основе с 0,5% SiC (2)

При сравнении кривых старения (рис. 3) установлено, что прирост твердости МКМ происходит быстрее, чем у алюминиевого сплава. Композиционный материал достигает максимальной прочности за 10 ч, в то время как сплав марки 2014 – за 12 ч.

Исследование структуры (рис. 4) образцов после первого часа старения показало наличие лишь фазы $Al_5Cu_2Mn_3$.

Структура сплава марки 2014 (а) и МКМ на его основе с 0,5% SiC на пике старения приведена на рис. 5. Установлено, что в структуре присутствуют фаза $Al_5Cu_2Mn_3$, игольчатая фаза $\theta'(Al_2Cu)$, кроме того, обнаружены нетипичные для сплава марки 2014: фазы: $T(Al_{20}Cu_2Mn_3)$, $\sigma(Al_5Cu_6Mg_2)$ и $\Omega(Al_2Cu)$ (рис. 6).

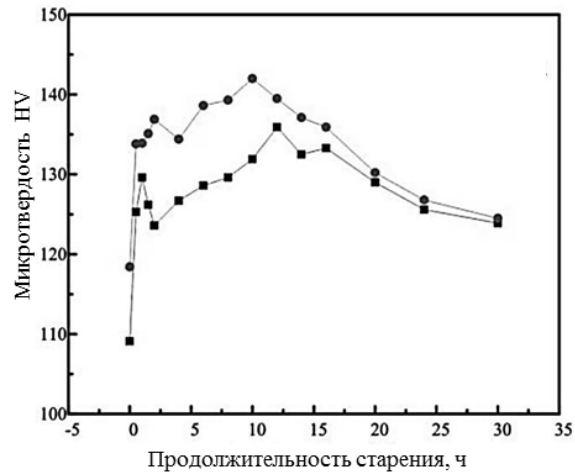


Рис. 3. Кривые старения сплава марки 2014 (■) и МКМ на его основе с 0,5% SiC (●)

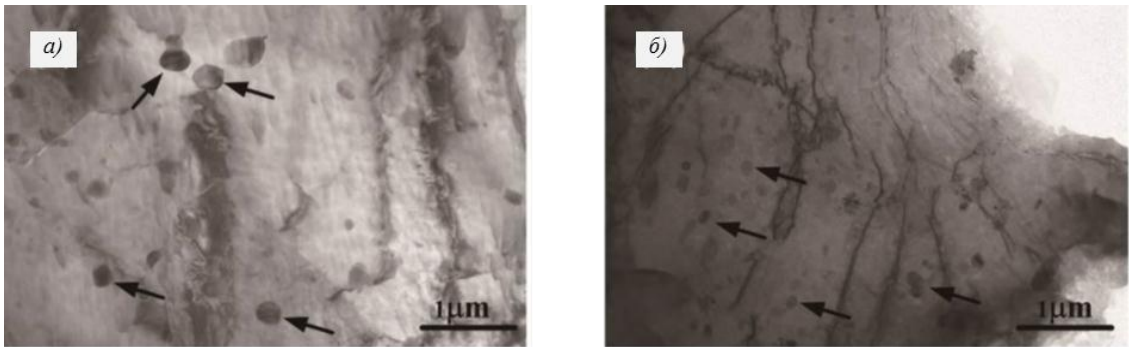


Рис. 4. Структура сплава марки 2014 (а) и МКМ на его основе с 0,5% SiC (б) после 1 ч старения при 160°C (стрелками показаны дисперсные фазы)

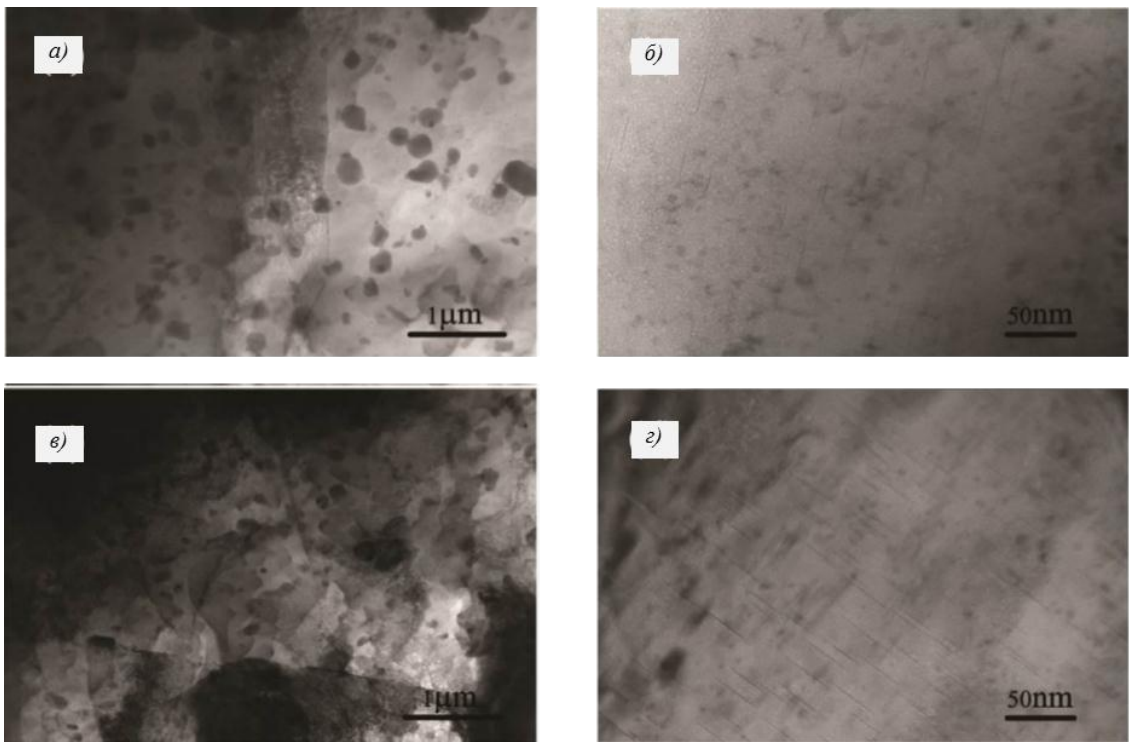


Рис. 5. Фазы $Al_5Cu_2Mn_3$ (а, в) и θ' (б, г) сплава марки 2014 (а, б) и композиционного материала на его основе с 0,5% SiC (в, г)

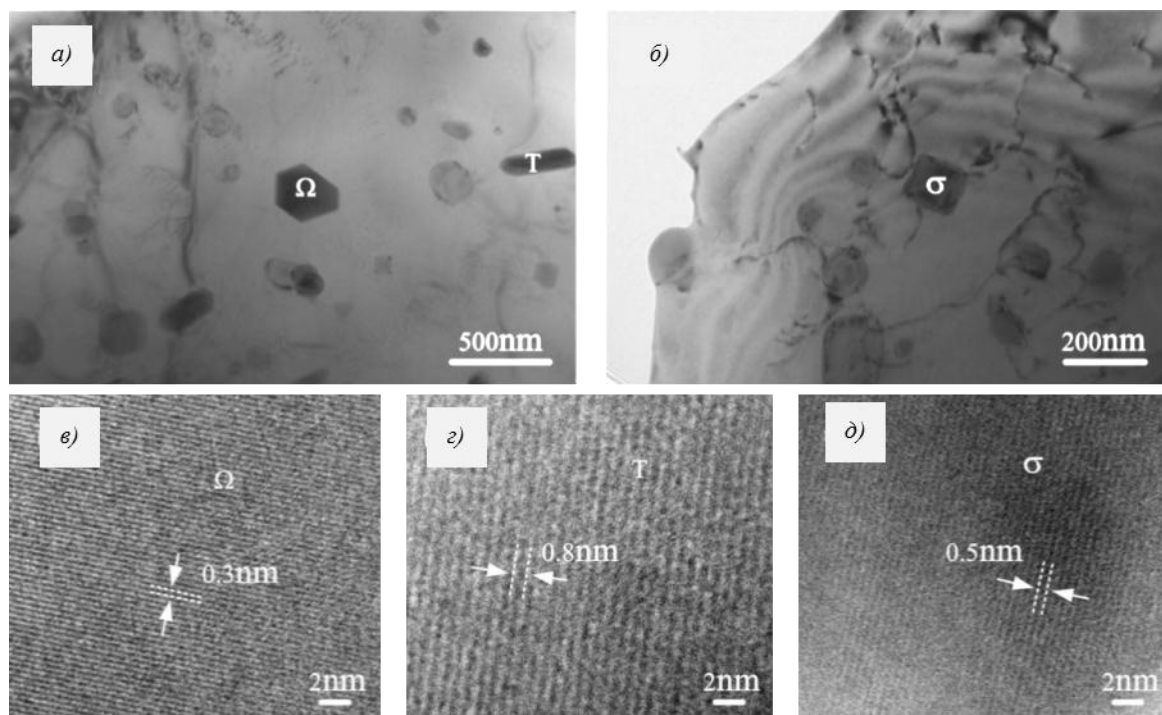


Рис. 6. Светлопольное изображение фаз Ω (Al_2Cu) (а) и T ($\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$) (б) и изображения, сделанные с помощью просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, фаз Ω (Al_2Cu) (в), T ($\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$) (г) и σ ($\text{Al}_5\text{Cu}_6\text{Mg}_2$) (д)

Ранее фаза σ , имеющая кубическую структуру ($Pm\bar{3}$) и период решетки $a=0,831$ нм, наблюдалась лишь в Ag-содержащих алюмоматричных МКМ [29, 30]. Образование пластинчатой Ω -фазы повышает термическую стойкость МКМ, так как она обладает термической стабильностью до температуры 300°C [31].

Для оценки влияния армирующих частиц SiC на морфологию дисперсионных частиц проведена оценка размера фаз $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ и θ' в сплаве марки 2014 и МКМ на его основе с 0,5% SiC, результаты которой представлены в табл. 2.

Таблица 2

Средний размер фаз $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ и θ' в сплаве марки 2014 и МКМ на его основе с 0,5% SiC

| Материал | Фаза | Размер фазы, нм, после старения в течение, ч | | |
|---------------------------------|-------------------------------------|--|-----|-----|
| | | 1 | пик | 24 |
| Сплав марки 2014 | $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ | 200 | 210 | 250 |
| | θ' | – | 37 | 80 |
| МКМ на основе сплава с 0,5% SiC | $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ | 130 | 135 | 201 |
| | θ' | – | 33 | 60 |

Видно, что средний размер частиц в МКМ меньше, чем в сплаве, что скорее всего связано с высокой плотностью дислокаций, которая приводит к аннигиляции вакансий на дислокациях [31] и повышению температуры для формирования зон Гинье–Престона, т. е. энергия активации формирования этих зон в МКМ более высокая, чем в алюминиевом сплаве. Однако во время старения высокая плотность дислокаций обеспечивает большое количество центров зарождения и повышает коэффициент диффузии, что ускоряет старение [32].

Исследование границы раздела «матрица–наполнитель» проводилось в работе [33]. Исходными компонентами для МКМ были порошок SiC размером 15 мкм и алюминиевый порошок сплава марки 2024 (система Al–4,4%Cu–1,5%Mg–0,5%Mn) размером 10 мкм, полученный распылением. Порошок алюминия и карбида кремния в количестве 35% (объемн.) смешивали в Y-образном смесителе со скоростью 50 об/мин в течение 24 ч и при соотношении массы шаров к массе материала 2:1, затем полученную смесь прессовали при температуре 580°C в вакууме $2,3 \cdot 10^{-3}$ Па, давление прессования составляло 80 МПа, продолжительность выдержки 3 ч. Охлаждение заготовок также проводили в вакууме. Термическую обработку проводили по режиму: выдержка при 510°C в течение 2 ч, закалка в воде, старение при 190°C.

В некоторых работах [34, 35] отмечается, что в МКМ взаимодействие частиц карбида кремния с алюминиевым сплавом происходит с образованием хрупкого соединения Al_4C_3 . Использование авторами технологии порошковой металлургии и достаточно низких температур технологических процессов позволило избежать реакции образования хрупкой фазы.

Исследование структуры образцов композиционного материала с помощью просвечивающей микроскопии высокого разрешения показало, что в МКМ присутствуют границы раздела Al/SiC трех типов: «чистая» полукогерентная граница, небольшое количество зон с межфазной реакцией и зон с аморфным строением. Основным механизмом образования связи между алюминиевой матрицей и частицами карбида кремния является формирование полукогерентной границы раздела путем плотного «стыкования» атомов (рис. 7). Фиксированных или предпочтительных кристаллографических ориентаций между Al и SiC не выявлено.

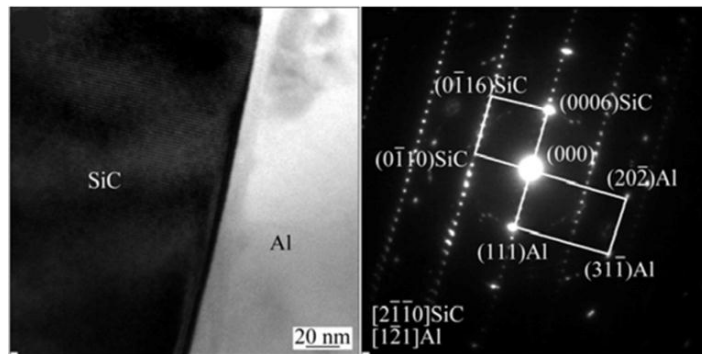


Рис. 7. Изображение «чистой» границы раздела между алюминиевой матрицей и карбидом кремния, полученное с помощью ПЭМ

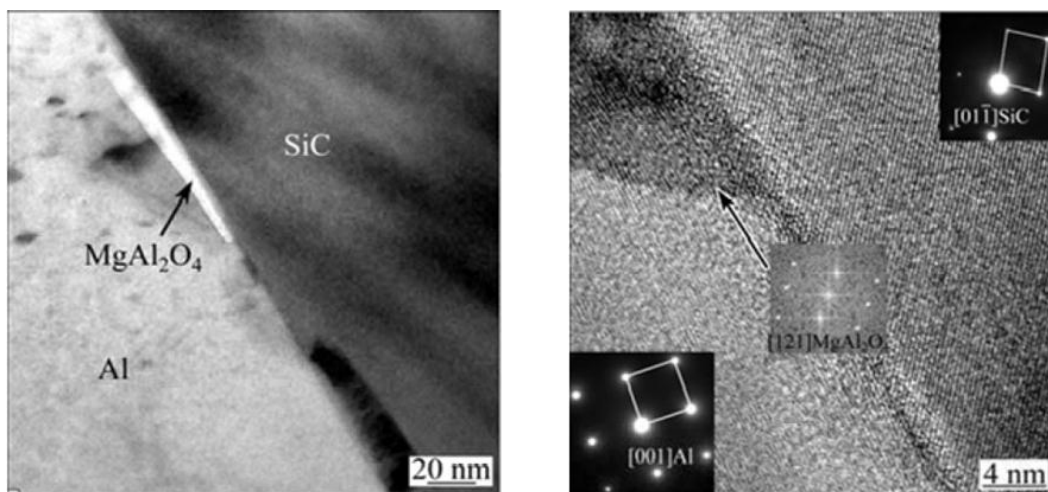


Рис. 8. Образование фазы $MgAl_2O_4$ на границе раздела «Al–SiC»

На границе раздела также выявлено соединение $MgAl_2O_4$ (рис. 8) в небольшом количестве. Вероятнее всего соединение образуется во время горячего прессования в результате взаимодействия сплава марки 2024 с оксидной пленкой SiO_2 , присутствующей на SiC. Исследование кристаллического строения шпинели выявило, что фаза является полукоргерентной и к алюминиевой матрице, и к карбиду кремния и способствует образованию прочной связи на границе раздела.

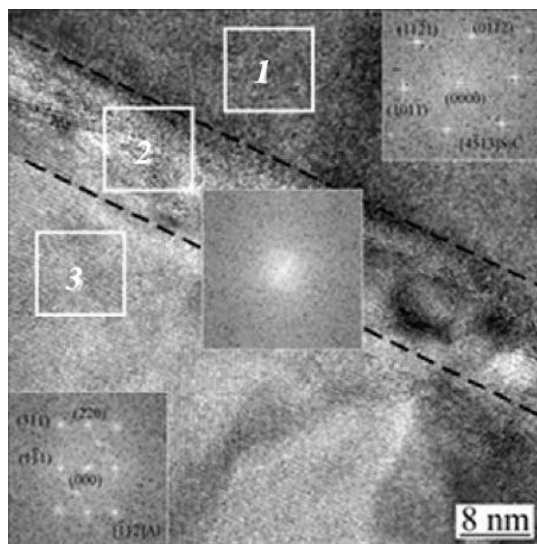


Рис. 9. Изображение границы между SiC и Al:
1 – алюминиевая матрица; 2 – аморфная фаза; 3 – карбид кремния

Образование аморфной границы толщиной 15 нм (рис. 9) между алюминиевой матрицей и армирующим компонентом в некоторых работах [36] связывается с повышенной концентрацией магния на границе раздела и образованием примесной фазы.

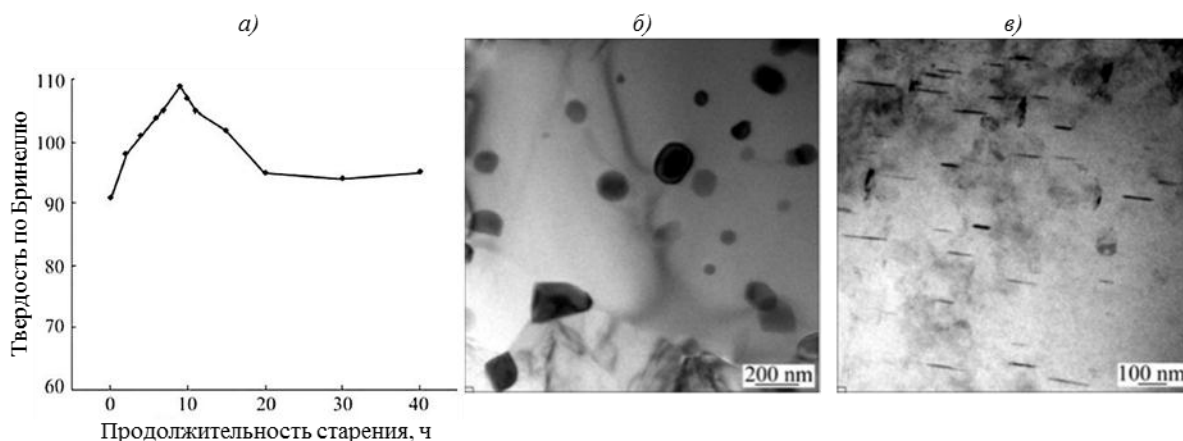


Рис. 10. Изменение твердости МКМ от продолжительности старения (а) и структура МКМ после старения при 190°C в течение 9 ч:

б – дискообразная вторичная фаза Al_2Cu ; в – игольчатая вторичная фаза Al_2CuMg

Исследование механических свойств МКМ показало, что максимум твердости достигается при старении в течение 9 ч (рис. 10), при этом выявлено образование дискообразных и игольчатых дисперсионных фаз. Просвечивающая микроскопия высокого разрешения позволила идентифицировать дискообразные включения как фазу Al_2Cu , а игольчатые – как фазу Al_2CuMg (рис. 10).

Композиционные материалы на основе алюминиевых сплавов системы Al–Mg–Si–Cu

Использование сплавов системы Al–Mg–Si–Cu в качестве матричных обусловлено их технологичностью, высокой пластичностью, хорошей коррозионной стойкостью. Исследование особенностей термической обработки МКМ данной системы проводилось в работе [37]. Композиционный материал системы Al–Mg–Si–Cu/SiC получали с использованием технологии порошковой металлургии – механического легирования в инертной атмосфере порошка сплава марки 6066 (состав Al–1,2%Mg–1,1%Si–0,9%Cu), порошков магния в количестве 2% и карбида кремния 3% с размерами частиц 100; 5–10 и 1–10 мкм соответственно. Механически легированные порошки подвергали горячей экструзии при температуре 480°C с коэффициентом вытяжки 29, а затем прокатывали в листы до толщины 4 мм при температуре 480°C. Режим термической обработки образцов следующий: выдержка при 520°C в течение 2 ч, закалка в воде, старение при 180°C в течение различных временных интервалов.

На рис. 11 представлена зависимость твердости МКМ от продолжительности старения, пик старения наступает после 5 ч, затем твердость постепенно падает – происходит процесс перестаривания.

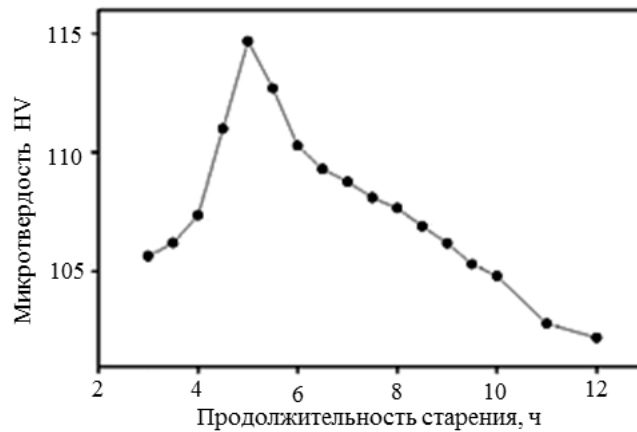


Рис. 11. Зависимость твердости МКМ марки 6066–2%Mg–3%SiC от продолжительности старения

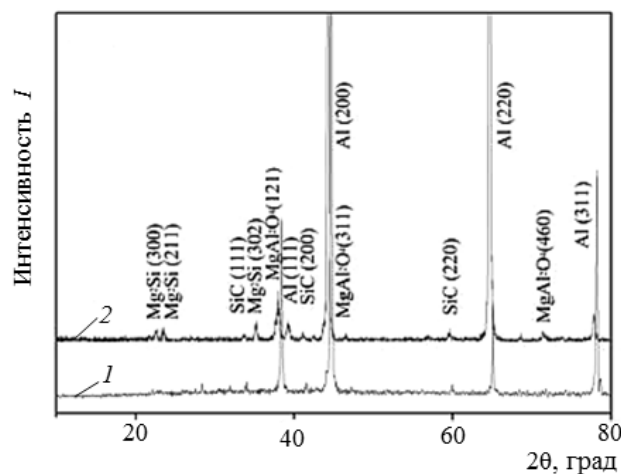


Рис. 12. Рентгенофазовый анализ образцов МКМ после закалки (1) и старения (2)

Исследование структуры и механизмов разрушения показало, что в композиционном материале после закалки на границе раздела образуется слой MgO толщиной 10 нм, а основным механизмом разрушения при растягивающей нагрузке является выдергивание частиц SiC из матрицы. На пике старения содержание магния в алюминиевом твердом растворе матричного сплава снижается из-за выделения вторичной фазы Mg_2Si . Основным продуктом реакции на границе раздела становятся частицы $MgAl_2O_4$ размером 50–100 нм (рис. 12), что способствует усилению связи и приводит к тому, что основным механизмом разрушения становится разрушение частиц карбида кремния, т. е. происходит перераспределение нагрузки между матрицей и армирующим компонентом.

Однако взаимодействие на границе раздела фаз может оказывать негативный эффект на свойства МКМ. В работе [38] исследовали композиционный материал 6061/ V_4C . Сплав марки 6061 имеет следующий состав: $Al-1,0\%Mg-0,65\%Si-0,25\%Cu$. Размеры исходных порошков алюминиевого сплава и карбида бора составляли 13 и 7 мкм соответственно. Частицы карбида бора сушили при температуре $150^\circ C$ в течение 8 ч и вместе с алюминиевыми порошками подвергали механическому легированию. Холодное компактирование композиционных гранул проводили при давлении 50 МПа, затем отправляли на горячее прессование при давлении 30 МПа до получения цилиндрических заготовок $\varnothing 55$ мм и толщиной 60 мм. Для уменьшения количества дефектов заготовки подвергали ковке до толщины 12 мм. Для сравнения полученных результатов изготовили образцы из порошка сплава марки 6061 по тем же технологическим режимам.

Установлено, что при проведении технологических операций при температуре $>600^\circ C$ происходит образование жидкой фазы, которое приводит к ускорению диффузии и активному взаимодействию на границе раздела «матрица–армирующий компонент» с образованием соединений $MgAl_2O_4$ и Al_3BC . Образование оксидной фазы приводит к уменьшению концентрации магния в алюминиевом твердом растворе и, соответственно, негативно сказывается на способности композиционного материала к дисперсионному твердению. Эффект дисперсионного твердения (определяемый как разница между твердостью образца после старения и после закалки) композиционного материала 6061/ V_4C снижается с увеличением содержания карбида бора, температуры технологических операций и продолжительности выдержки. Для получения максимальной прочности МКМ, после старения температура технологических процессов не должна превышать $580^\circ C$, а время выдержки 30 мин. Увеличение концентрации магния в матричном сплаве марки 6061 способно компенсировать негативный эффект образования фазы $MgAl_2O_4$. Установлено, что композиционный материал состава 6061–20% V_4C , содержащий 2,5%Mg в матричном сплаве и прессованный при температуре $620^\circ C$, имеет те же прочностные свойства, что и материал, прессованный при $580^\circ C$ без дополнительного содержания Mg.

Композиционные материалы на основе высокопрочных алюминиевых сплавов с цинком, магнием и медью

Композиционные материалы на основе матричных сплавов системы $Al-Zn-Mg-Cu$ обладают наиболее высокими прочностными характеристиками, поэтому исследование особенностей старения данной системы представляет особый интерес. В работе [39] изучали процесс старения МКМ на основе матричного алюминиевого сплава состава $Al-6,2\%Zn-2,5\%Mg-1,7\%Cu$ (типа сплава марки 7010). Композиционный материал и алюминиевый сплав изготавливали по порошковой технологии – смесь порошков подвергали механическому легированию в атриторе типа Szegvari с использованием

поверхностно-активного вещества – стеариновой кислоты. После 24 ч обработки гранулы дегазировали в течение 2 ч при 200°C в вакууме с давлением $1,3 \cdot 10^{-6}$ ат ($\sim 1,3 \cdot 10^{-7}$ МПа), затем подвергали холодному компактированию при давлении 75 МПа. Последующая деформационная обработка заключалась в горячем компактировании в вакууме с давлением $1,3 \cdot 10^{-7}$ ат ($\sim 1,3 \cdot 10^{-8}$ МПа) при температуре 565°C и давлении 110 МПа либо экструзии на стотонном прессе при температуре 585°C и коэффициенте вытяжки 14:1. Термическую обработку проводили по режиму: выдержка при температуре 500°C в течение 3 ч, закалка в воде, старение при температуре 175°C.

Для оценки влияния частиц карбида кремния на процесс дисперсионного твердения композиционного материала проводили измерение микротвердости матрицы на образцах сплава марки 7010 и МКМ составов 7010–10%SiC и 7010–20%SiC. Результаты представлены на рис. 13. Установлено, что пиковые значения твердости МКМ достигаются значительно раньше, чем у алюминиевого сплава, причем чем больше содержание карбида кремния, тем быстрее происходит процесс старения. Для МКМ состава 7010–10%SiC оптимальное время старения составляет 16 ч, для состава 7010–20%SiC: 14 ч.



Рис. 13. Измерение микротвердости матричного сплава марки 7010 (○) и композиционных материалов 7010–10%SiC (×) и 7010–20%SiC (▲) от продолжительности старения

В работе [40] в качестве матричного использовали сплав марки 7090 (состав Al–10,0%Zn–3,6%Mg–1,8%Cu–0,36Zr–0,15%Ni) и частицы карбида кремния размером 5 мкм. Содержание SiC в МКМ составляло 20%. Заготовки получали с использованием технологии распыления (spray co-deposition) с последующей экструзией при температуре 420°C и коэффициентом вытяжки 20.

Исследование структуры показало, что в образцах после экструзии помимо твердого раствора алюминия и карбида кремния присутствует фаза MgZn₂. В сплавах системы Al–Zn–Mg–Cu механические характеристики могут быть значительно повышены за счет полного растворения избыточных фаз во время отжига [41], однако слишком высокие температуры приводят к пережогу и деградации механических свойств.

Для более полного изучения процесса отжига под закалку образцы композиционного материала отжигали при температурах 480–500°C в течение 0,5–2 ч и закаливали в воде. Результаты представлены в табл. 3. Композиционный материал, отожженный при температуре 490°C в течение 1 ч, показал наибольшую прочность.

Таблица 3

Твердость МКМ после отжига и закалки

| Продолжительность отжига, мин | Твердость НВ после отжига и закалки при температуре, °С | | |
|-------------------------------|---|-------|-------|
| | 480 | 490 | 500 |
| 30 | 107,2 | 111,0 | 105,0 |
| 60 | 108,2 | 113,7 | 102,7 |
| 90 | 105,0 | 107,0 | 101,3 |
| 120 | 106,4 | 103,0 | 99,8 |

Отожженные и закаленные по этому режиму образцы подвергали искусственному старению при температуре 120°С в течение 36 ч. Зависимость микротвердости от продолжительности старения представлена на рис. 14, прочностной максимум достигается после 28 ч. Прочность измеряли на образцах, термообработанных по двум различным режимам:

- отжиг при 490°С в течение 1 ч, закалка в воде, старение при 120°С в течение 28 ч;
- отжиг при 470°С в течение 1 ч+отжиг при 490°С в течение 1 ч, закалка в воде, старение при 120°С в течение 28 ч.

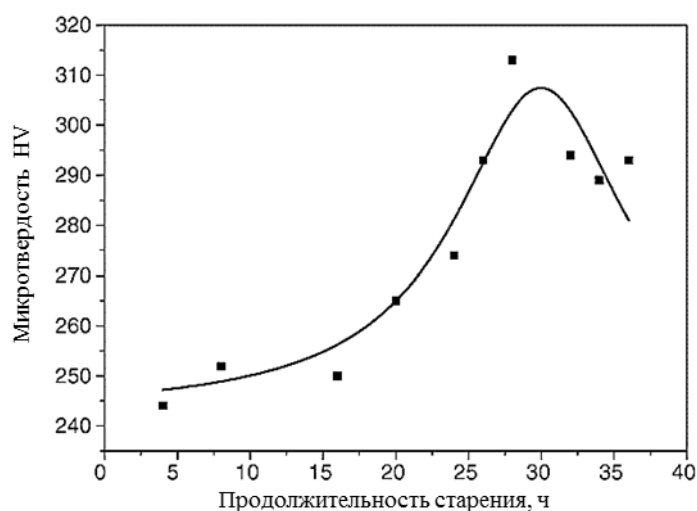


Рис. 14. Зависимость микротвердости от продолжительности старения композиционного материала после отжига и закалки

Свойства образцов приведены в табл. 4.

Таблица 4

Механические свойства образцов МКМ

| Режим отжига под закалку | σ_b , МПа | $\sigma_{0,2}$, МПа | δ , % | E , ГПа |
|--|------------------|----------------------|--------------|-----------|
| При 490°С в течение 1 ч | 775 | 725 | 1,5 | 100 |
| При 470°С в течение 1 ч+ +при 490°С в течение 1 ч | 785 | – | 1,0 | 101 |

Следует отметить, что предел прочности образцов МКМ несколько ниже, чем у матричного сплава (818 МПа), а модуль упругости значительно выше (72 ГПа) [42]. Образцы композиционного материала, отожженные под закалку по двухступенчатому режиму, показали более высокие прочностные характеристики, что объясняется более полным растворением легирующих элементов и эффектом от таких легирующих добавок, как Ni, Zr и др. Как правило, неравновесные эвтектические фазы в сплавах системы Al–Zn–Mg–Cu состоят из следующих фаз: $\alpha(\text{Al})+\text{T}(\text{AlZnMgCu})$, $\alpha(\text{Al})+\text{T}(\text{AlZnMgCu})+\text{S}(\text{Al}_2\text{CuMg})$,

$\alpha(\text{Al})+\eta(\text{MgZn}_2)+\text{T}(\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3)$ или $\alpha(\text{Al})+\eta(\text{MgZn}_2)+\text{T}(\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3)+\text{S}(\text{Al}_2\text{CuMg})$ [43]. Для высокопрочного сплава марки 7090 с повышенным содержанием цинка составляющие эвтектической фазы могут быть более сложными. В процессе отжига под закалку эвтектические фазы, как правило, растворяются в определенной последовательности – например, сначала происходит растворение фазы $\eta(\text{MgZn}_2)$, затем фазы $\text{T}(\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3)$, после повышения температуры нагрева под закалку происходит растворение остальных фаз. Эксперименты показали, что двухступенчатый отжиг позволяет избежать пережога и реализовать более полное растворение фаз.

Такие легирующие элементы, как Zr и Ni, могут образовывать интерметаллидные соединения во время отжига под закалку. Это можно объяснить тем, что процесс быстрого охлаждения способствует повышенной неравновесной концентрации легирующих элементов в твердом растворе алюминия. Отжиг сплава, подвергнутого быстрому охлаждению, способствует выделению вторичных фаз, а не их растворению [44]. В работе [45] высказано предположение, что осаждение промежуточных фаз на интерметаллидных частицах ухудшает механические свойства сплава, поскольку уменьшает концентрацию легирующих элементов в твердом растворе и, соответственно, объемную долю дисперсионных фаз, выделяющихся во время старения. Таким образом, основная цель первой ступени двухступенчатого отжига – равномерное распределение атомов циркония, никеля и измельчение интерметаллидных соединений на границе зерен, что предотвратит выделение вторичных фаз во время второй ступени отжига.

Выводы

На основании научно-технических литературных данных можно сделать вывод о том, что кинетика старения металлических композиционных материалов отличается от кинетики старения алюминиевых сплавов – она обусловлена строением микроструктуры МКМ и характеризуется следующими особенностями: пиковые показатели твердости и прочности МКМ достигаются за более короткое время; количество частиц, выделившихся в результате дисперсионного твердения, также как и кинетика старения, зависит от содержания армирующего компонента; возможно изменение последовательности стадий дисперсионного твердения и фазового состава матричного материала по сравнению с исходным алюминиевым сплавом.

Наиболее изученной с точки зрения процессов термической обработки является система Al–Cu–Mg–SiC. Максимальный прирост прочностных свойств в МКМ достигается за 4–10 ч старения (против 11–15 ч для алюминиевых сплавов данной системы). В структуре МКМ после старения присутствуют типичные для алюминиевого сплава дисперсионные фазы – Al_2Cu и Al_2CuMg . В низколегированном МКМ состава 2014–0,5%SiC помимо типичных фаз были обнаружены фазы $\text{Al}_5\text{Cu}_2\text{Mn}_3$, $\text{T}(\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3)$, $\sigma(\text{Al}_5\text{Cu}_6\text{Mg}_2)$ и $\Omega(\text{Al}_2\text{Cu})$. Установлено, что во время технологических процессов и термической обработки взаимодействия матрицы с армирующим компонентом не происходит, в основном граница раздела представляет собой «чистую» полукогерентную область.

Для МКМ на основе алюминиевого сплава с магнием, кремнием и медью, содержащего 3%SiC, пик старения достигается за 5 ч, в то время как для матричного сплава – за 10–12 ч. Основной упрочняющей фазой, обеспечивающей эффект дисперсионного твердения, является фаза Mg_2Si . В МКМ данной системы на границе раздела «матрица–упрочнитель» происходит активное взаимодействие магния с оксидной пленкой, присутствующей на частицах армирующего компонента, с образованием соединения MgAl_2O_4 . Образование шпинели благоприятно влияет на усиление связи на границе раздела, однако способствует снижению концентрации магния в твердом растворе и, соответственно, уменьшению эффекта дисперсионного твердения. Поэтому

для МКМ данной системы рекомендуется повышенное содержание магния по сравнению с матричным алюминиевым сплавом, минимальные температура и продолжительность выдержки технологических операций.

Для высокопрочных МКМ системы Al–Zn–Mg–Cu–SiC также характерна ускоренная кинетика старения. Для МКМ, содержащих 10 и 20% SiC, максимальные значения механических характеристик достигаются за 10–14 ч, в то время как для матричного алюминиевого сплава – в течение суток. Поскольку сплавы системы Al–Zn–Mg–Cu являются высоколегированными алюминиевыми сплавами, то для МКМ на их основе рекомендуется двухступенчатый отжиг под закалку, который способствует более полному растворению основных легирующих элементов и увеличивает эффект дисперсионного твердения.

Работа выполнена в рамках гранта Российского научного фонда (Проект №А-73-10328).

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н., Герасимов В.В., Висик Е.М., Демонис И.М. Роль направленной кристаллизации в ресурсосберегающей технологии производства деталей ГТД // Труды ВИАМ. 2013. №3. Ст. 01. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 17.09.2017).
2. Лукин В.И., Иода Е.Н., Пантелеев М.Д., Скупов А.А. Влияние термической обработки на характеристики сварных соединений высокопрочных алюминийлитиевых сплавов // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. №4. Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.09.2017). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-4-6-6.
3. Каблов Е.Н. Авиационное материаловедение в XXI веке. Перспективы и задачи // Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2002. М.: МИСИС–ВИАМ, 2002. С. 23–47.
4. Каблов Е.Н. Основные итоги и направления развития материалов для перспективной авиационной техники // 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932–2007. М.: ВИАМ, 2007. С. 20–26.
5. Авиационные материалы и технологии / под общ. ред. Е.Н. Каблова. 2017. №S. С. 11–16.
6. Chawla N., Shen Y.-L. Mechanical Behavior of Particle Reinforced Metal Matrix Composites // Advanced Engineering Materials. 2001. Vol. 3. No. 6. P. 357–429.
7. Davis L.C., Allison J.E. Residual stresses and their effects on deformation // Metallurgical Transactions: A. 1993. Vol. 24. No. 11. P. 2487–2496.
8. Vogelsang M., Arsenault R.J., Fisher R.M. An in situ HVEM study of dislocation generation at Al/SiC interfaces in metal matrix composites // Metallurgical Transactions: A. 1986. Vol. 17. No. 3. P. 379–389.
9. Arsenault R.J., Wu S.B. A comparison of PM vs. melted SiC/Al composites // Scripta Metallurgica. 1988. Vol. 22. No. 6. P. 767–772.
10. Ganesh V.V., Chawla N. Effect of particle orientation anisotropy on the tensile behavior of metal matrix composites: experiments and microstructure-based simulation // Materials Science and Engineering: A. 2005. Vol. 391. No. 1–2. P. 342–353.
11. Серпова В.М., Шавнев А.А., Гришина О.И., Краснов Е.И., Соляев Ю.О. Смачиваемость и межфазное взаимодействие в металлическом композиционном материале на алюминиевой матрице, армированной оксидом алюминия // Материаловедение. 2014. №12. С. 29–35.
12. Сидоров Д.В., Щербакова Г.И. Высокотехнологичные компоненты композиционных материалов и специальные волокна для широкого спектра применения // Химическая технология. 2016. Т. 17. №4. С. 183–192.
13. Polmear I.J. Light Alloys: Metallurgy of the Light Metals, John Wiley & Sons, Australia, 1995. 496 p.
14. Papazian J.M. Effects of SiC whiskers and particles on precipitation in aluminum matrix composites // Metallurgical Transactions: A. 1988. Vol. 19. No. 12. P. 2945–2953.

15. Oguocha I.N.A., Yannacopoulos S. Precipitation and dissolution kinetics in Al–Cu–Mg–Fe–Ni alloy 2618 and Al–alumina particle metal matrix composite // *Materials Science and Engineering: A*. 1997. Vol. 231. No 1–2. P. 25–33.
16. Badini C., Marino F., Verné E. Calorimetric study on precipitation path in 2024 alloy and its SiC composite // *Materials Science and Engineering: A*. 1995. Vol. 191. No. 1–2. P. 185–191.
17. Cottu J.-P., Couderc J.-J., Viguier B., Bernard L. Influence of SiC reinforcement on precipitation and hardening of a metal matrix composite // *Journal of Materials Science*. 1992. Vol. 27. No. 11. P. 3068–3074.
18. Hunt E., Pitcher P.D., Gregson P.J. Precipitation reactions in 8090 SiC particulate reinforced MMC // *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1990. Vol. 241. No. 5. P. 937–941.
19. Hadianfard M.J., Mai Y.-W., Healy J.C. Effect of ceramic reinforcement on the ageing behaviour of an aluminium alloy // *Journal of Materials Science*. 1993. Vol. 28. No. 13. P. 3665–3669.
20. Oguocha I.N.A. Characterization of Aluminum Alloy 2618 and its Composites Containing Alumina Particles: thesis, PhD. Ottawa: Department of Mechanical Engineering University of Saskatchewan, 1998. 200 p.
21. Choi H.J., Min B.H., Shin J.H., Bae D.H. Strengthening in nanostructured 2024 aluminum alloy and its composites containing carbon nanotubes // *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2011. Vol. 42. No. 10. P. 1438–1444.
22. Lin G., Zhen-zhu Z., Gui-song W., Bin X.U. Effect of aging treatment on mechanical properties of (SiC_w & SiC_p)/2024Al hybrid nanocomposites // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2005. Vol. 16. P. 387–391.
23. Saheb N., Khalil A., Hakeem A.S., Laoui T. Age Hardening Behavior of Carbon Nanotube Reinforced Aluminum Nanocomposites // *Journal of Nano Research*. 2013. Vol. 21. P. 29–35.
24. Oguocha I.N.A., Yannacopoulos S. Natural ageing behaviour of cast alumina particle-reinforced 2618 aluminium alloy // *Journal of Materials Science*. 1996. Vol. 31. No. 12. P. 3145–3151.
25. Грибков А.Н., Аксенов А.А., Жежер М.В., Золоторевский В.С. Структура и свойства дисперсноупрочненного композиционного материала Al–3%Cu–1%Mg–20%SiC, получаемого методом механического легирования // *Технология легких сплавов*. 1994. №3–4. С. 36–42.
26. Lee H.-L., Lu W.-H., Chan L.-I. Aging behavior of powder metallurgy composite // *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1992. Vol. 26. P. 1723–1726.
27. Pal S., Mitra R., Bhanuprasad V.V. Aging behavior of Al–Cu–Mg alloy–SiC composites // *Materials Science and Engineering A*. 2008. Vol. 480. P. 496–505.
28. Wang Z., Li C., Wang H., Zhu X., Wu M. Aging Behavior of Nano-SiC/2014Al Composite Fabricated by Powder Metallurgy and Hot Extrusion Techniques // *Journal of Materials Science & Technology*. 2016. Vol. 32. No. 10. P. 1008–1012.
29. Hayoune A., Hamana D. Structural evolution during non-isothermal ageing of a dilute Al–Cu alloy by dilatometric analysis // *Journal of Alloys and Compounds*. 2009. Vol. 474. No. 1–2. P. 118–123.
30. Wang L.M., Flower H.M., Lindley T.C. Precipitation of the ω phase in 2024 and 2124 aluminum alloys // *Scripta Materialia*. 1999. Vol. 41. No. 4. P. 391–396.
31. Gouma P.I., Lloyd D.J., Mills M.J. Precipitation processes in Al–M–Cu alloys // *Materials Science and Engineering: A*. 2001. Vol. 319–321. P. 439–442.
32. Guo J., Yuan X. The aging behavior of SiC/Gr/6013Al composite in T4 and T6 treatments // *Materials Science and Engineering: A*. 2009. Vol. 499. No. 1–2. P. 212–214.
33. Liu P., Wang A., Xie J., Hao S. Characterization and evaluation of interface in SiC_p/2024 Al composite // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2015. Vol. 25. P. 1410–1418.
34. He Y., Wang N., Qiao B., Feng L., Chen Z. SiC/Al interface feature of Al–Fe–V–Si alloy reinforced with SiC particles // *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*. 2010. Vol. 20. No. 7. P. 1302–1308.
35. Zhang S., Cui Y., Song Y. Microstructural study of SiC_p/Al composite prepared by pressureless infiltration // *Journal of Materials Engineering*. 2000. Vol. 10. P. 3–7.
36. Cheng N., Zeng S., Liu Z. Preparation, microstructures and deformation behavior of SiC_p/6066 Al composites produced by PM route // *Journal of Materials Processing Technology*. 2008. Vol. 202. No. 1–3. P. 27–40.

37. Li B., Luo B., He K., Zeng L., Fan W., Bai Z. Effect of aging on interface characteristics of Al–Mg–Si/SiC composites // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. Vol. 649. P. 495–499.
38. Li Y.Z., Wang Q.Z., Wang W.G., Xiao B.L., Ma Z.Y. Effect of interfacial reaction on age-hardening ability of B₄C/6061Al composites // *Materials Science & Engineering: A*. 2015. Vol. 620. P. 445–53.
39. Bhaduri A., Gopinathan V., Ramakrishnan P., Miodownik A.P. Processing and properties of SiC particulate reinforced Al–6,2Zn–2,5Mg–1,7Cu alloy (7010) matrix composites prepared by mechanical alloying // *Materials Science and Engineering A*. 1996. Vol. 221. P. 94–101.
40. Yuan W., An B. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical property of extruded 7090/SiC_p composite // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2012. Vol. 22. P. 2080–2086.
41. Chen K.H., Liu H.W., Liu Y.Z. The effect of promotively-solutionizing treatment on the mechanical properties and fracture of ultra high strength 7055 aluminum alloys // *Journal of Central South University of Technology*. 2002. Vol. 31. P. 528–531.
42. Wang F., Xiong B.Q., Zhang Y.G. Age-hardening characteristic of an Al–Zn–Mg–Cu alloy produced by spray deposition // *Rare Metals*. 2007. Vol. 26. P. 163–168.
43. Ludtka G.M., Laughlin D.E. The influence of microstructure and strength on the fracture mode and toughness of 7xxx series aluminum alloys // *Metallurgical Transactions* 1982. Vol. 13A. P. 411–418.
44. Bruce M., Claire M., Ravi S. The influence of Al₃Zr dispersoids on the recrystallization of hot-deformed AA7010 alloys // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2001. Vol. 32. P. 625–632.
45. Sahin A., Sarioglu F. Effect of reinforcement on precipitation behavior in Al 7075/TiC_p composite // *Scripta Materialia*. 1997. Vol. 37. P. 1117–1121.