

УДК 621.762:669.715.29

А.П. Бурмак, С.І. Сидоренко, М.О. Васильєв, С.М. Волошко

ЦИКЛІЧНИЙ ХАРАКТЕР ЗМІН МІКРОТВЕРДОСТІ АЛЮМІНІЄВОГО СПЛАВУ Д16 ПІД ДІЄЮ УЛЬТРАЗВУКОВОЇ УДАРНОЇ ОБРОБКИ

The article studies possibilities of more effective surface hardening as compared with conventional thermo-mechanical processing. Specifically, we provide the insight into surface hardening of light structural alloys by ultrasonic impact treatment (UIT) in air under quasi-hydrostatic pressure of the sample. By example of the commercial aluminum alloy D16 we demonstrate the unique opportunity to harden the surface (up to ~600 %) using the synergistic effect of low-temperature processes of mechanical nanostructuring as well as mechanical and chemical interaction of aluminum with oxygen under the influence of UIT. We propose the qualitative model for formation of oxide coating several tens of micrometers thick. By employing a set of physical methods we establish basic laws of the phase formation and chemical composition, structure and mechanical properties of the D16 alloy surface layers depending on the amplitude and duration of UIT. We show that the development of dynamic recovery and dynamic recrystallization processes causes the cyclic nature of microhardness changes. Under optimal conditions of UIT the wear resistance of surface layers increased by ~2,5 times, and the compression residual stresses level is 650 MPa.

Вступ

Відомо, що в широкому інтервалі ступенів об'ємної інтенсивної пластичної деформації (ІПД) алюмінієвих сплавів може спостерігатися як ефект додаткового зміцнення, так і знеміцнення. Наприклад, у праці [1] встановлено, що ефект знеміцнення після ІПД методом кручення під високим тиском сплавів Al–Zn (10, 20, 30 % ваг.) та Al–Mg (10, 20 % ваг.) пов'язаний із розпадом пересиченого твердого розчину і домінує над зміцненням, зумовленим зменшенням розміру зерна та зростанням щільності дислокацій (наклепом). Періодичні зміни мікротвердості виявлені також в [2] після кріопрокатки сплаву Al 6063. Автори зазначають, що ефект зумовлений поведінкою β' – преципітатів (Mg_2Si) і спостерігається тільки для вихідних зразків, які були піддані штучному старінню за температури 177 °С впродовж восьми годин (досліджували також зразки у стані пересиченого твердого розчину та після термообробки за температури 280 °С, 8 год). У праці [3] встановлено стрибкоподібний характер деформації у процесі розтягу зразків алюмінієво-магнієвого сплаву АМг6 у діапазоні температур 25–85 °С. Зроблено висновок про необхідність формування модульованої структури кластерів атомів магнію і/або кристалічних виділень, тобто зон Гінье-Престона, для реалізації такої стрибкоподібної деформації. Авторами [4] зазначається, що при динамічно нерівноважних процесах практично всі пластичні матеріали, зокрема алюмінієві сплави Д16 та 2024-T3, проявляють схильність до короткотермінової пластифікації з одночасним аномальним знеміцненням за рахунок утворення дисипативної струк-

тури у вигляді локалізованих смуг з аморфноподібною структурою, об'ємно-зв'язаних на різних масштабних рівнях, за якими здійснюється гідродинамічний потік речовини. Таке короткотермінове знеміцнення матеріалів може реалізовуватись одноразово чи багаторазово з наростанням швидкості деформації [5].

На сьогодні для істотного покращення механічних характеристик алюмінієвих сплавів широкого використання набули поверхневі методи ІПД, серед яких можна відзначити, наприклад, метод стір-зварювання. Після такого виду поверхневої обробки також виявлений ефект періодичної зміни мікротвердості сплаву Д16 [6], зумовлений змінами співвідношення щільності виділень зон Гінье-Престона–Багаряцького та преципітатів зміцнювальної S' -фази в процесі деформації.

До поверхневих методів ІПД належить і метод ультразвукової ударної обробки (УЗУО) металевих поверхонь [7]. Найчастіше використовується контактнo-зсувна схема УЗУО на повітрі [8]. Стосовно сплаву Д16 встановлено два ефекти, пов'язані зі зміною величини мікротвердості поверхні під дією УЗУО: для обробки тривалістю до 60 с характерним є істотне збільшення мікротвердості (ефект зміцнення), а для більш тривалої обробки – значне зниження мікротвердості (ефект знеміцнення) аж до вихідного значення. Оскільки використана схема обробки не дає змоги збільшувати час обробки понад 180 с (розташований вище оброблюваної поверхні зразок швидко змінює форму), доволі перспективним з точки зору досягнення максимального ступеня зміцнення поверхневих шарів деформованих дисперсійно-зміцнюваних сплавів є пошук нових технологічних

прийомів для модернізації технології УЗУО. Зокрема, більш інтенсивні режими УЗУО можуть бути реалізовані завдяки створенню умов квазігдростатичного стиснення зразка [9, 10]. Інтерес становить дослідження можливостей застосування таких режимів для досягнення високоміцних станів поверхневих шарів сплаву Д16.

Зазначені дослідження відкривають можливість суттєвої модифікації структурного та фазового станів поверхневих шарів легких конструкційних сплавів, які становлять значний інтерес для авіаційної промисловості, космічної техніки, машинобудування та медицини.

Постановка задачі

Метою роботи є дослідження фізико-хімічного стану, структури, рівня мікротвердості та зносостійкості поверхневих шарів промислового алюмінієвого сплаву Д16 під дією інтенсивних режимів УЗУО за умов квазігдростатичного стиснення зразка.

Методика експерименту

Зразки циліндричної форми з алюмінієвого сплаву Д16 (склад: ваг. %: Al – 93,6, Cu – 3,97, Mg – 1,43, Mn – 0,625) промислового виробництва одержували шляхом різання з прутків перпендикулярно напрямку прокатки. У вихідному стані сплав Д16 складається з α -твердого розчину на основі алюмінію, $T(\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3)$ - та $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ -фаз. Стрижнеподібні дисперсоїди – частинки орторомбічної T -фази мають розмір близько 200 нм, частинки тетрагональної θ -фази – 100 нм. Середній розмір зерен – 3–5 мкм.

Обробку здійснювали за кімнатної температури на повітрі за умов квазігдростатичного стиснення після оптимізації системи бойок-зразок. У цьому випадку зразок сплаву Д16 розміщували у спеціальній сталій оправці, в яку він заглиблювався на 2 мм. Таким чином, у процесі контактної обробки зразок увесь час перебував у зоні дії ударника в замкнутому об'ємі.

Для проведення обробки використовували прилад УЗГ-300, виготовлений в Інституті металознавства ім. Г.В. Курдюмова НАН України. Частота ультразвукового генератора становила 21 кГц, потужність – 0,6 кВт, частота удару – 1–2 кГц, тривалість удару – 10^{-3} с, амплітуда торця концентратора – 5–35 мкм; тривалість обробки – 1–260 с; енергія удару становила 6 мДж. Зміною амплітуди коливання ультразвукового ударника і тривалості УЗУО забезпечувалися ступінь істинної

деформації 0,1–5,0 і швидкість деформації – $1,5 \text{ с}^{-1}$. Для вибраних параметрів УЗУО нагрівання зразка й ударника не перевищувало 60°C .

Дюрометричний аналіз проведено за допомогою приладу ПМТ-3М при значеннях навантаження 10–100 г. Для рентгенівських досліджень використано дифрактометр Rigaku Ultima IV (випромінювання – $\text{CuK}\alpha$). Зйомку проводили в інтервалі кутів $2\theta = 20\text{--}140^\circ$ з кроком $0,02^\circ$ і часом витримки 2 с. Величину залишкових макронапружень визначали методом $\sin^2\psi$ за дифракційним максимумом (422), з кутом нахилу $\psi = 0\text{--}40^\circ$, кроком $0,02^\circ$ та часом витримки 2 с. Середній розмір областей когерентного розсіювання (ОКР) визначали методом апроксимації.

Дослідження мікроструктури модифікованих шарів проводили за допомогою просвічувальної електронної мікроскопії на приладі ПЕМ-125К із прискорювальною напругою 100 кВ. Використовували також растровий електронний мікроскоп РЕММА-106И з енергодисперсійним аналізатором.

Експериментальні результати й обговорення

Застосування УЗУО за умов квазігдростатичного стиснення зразка дало можливість збільшити тривалість обробки до 260 с порівняно із контактної-зсувною схемою навантаження [11]. Внаслідок чого було виявлено ефект циклічного характеру змін мікротвердості поверхні сплаву Д16 під дією УЗУО на повітрі, який проявляється у чіткому чергуванні типу стадій – за стадією зміцнення йде стадія пластифікації. Перехід від стадії до стадії достатньо різкий при збільшенні тривалості впливу (рис. 1, а) і більш розмитий при збільшенні амплітуди (рис. 1, б). Впродовж обробки за оптимального значення амплітуди $A = 25$ мкм ефект зміцнення збільшується, а знеміцнення відбувається до практично постійного значення мікротвердості, яке відповідає початковому ($\tau = 30$ с) деформаційному наклепу і вдвічі перевищує значення мікротвердості для вихідного стану.

За тривалості обробки $\tau = 200$ с досягається значення мікротвердості 12 ГПа, ефект зміцнення становить ~600 %. Концентрація кисню на поверхні та за глибиною приповерхневого шару зі збільшенням тривалості УЗУО до 80 с наближується до 60 ат. % (рис. 2), електричний опір поверхневого шару поступово зростає. Таким чином, однією з причин зміцнення поверхні сплаву Д16 стає процес механохімічного окиснення під дією інтенсивної пластичної деформації на повітрі. Ефек-

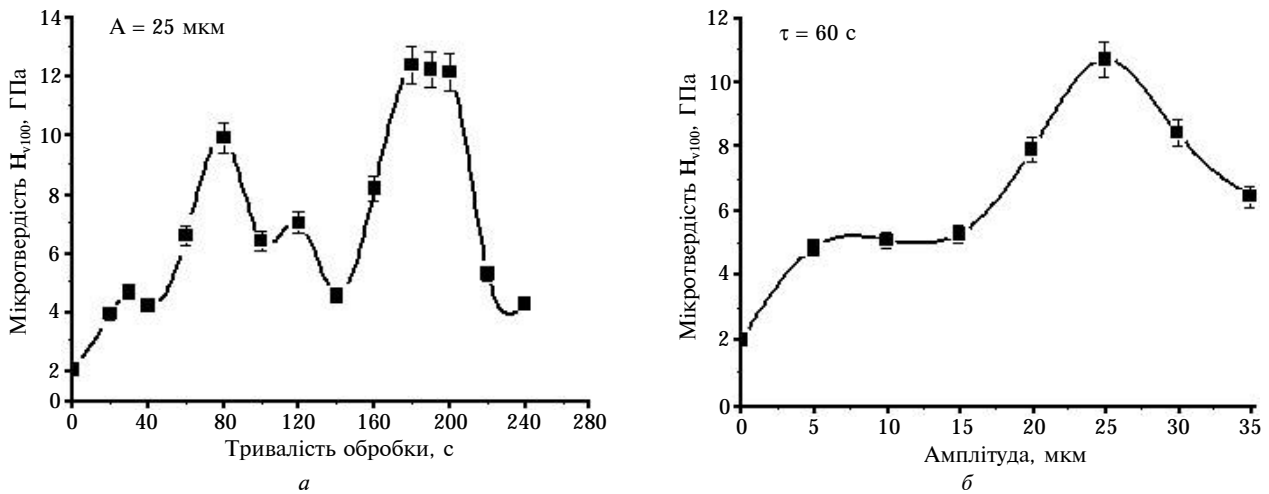


Рис. 1. Циклічний характер змін мікротвердості залежно від часу обробки (а) та амплітуди ультразвукового перетворювача (б)

тивність екзотермічної реакції окиснення визначається тривалістю УЗУО. Особливою характеристикою синтезованого оксидного шару є практично однорідний по його товщині високий вміст атомів кисню. Найімовірніше, що кінетика росту цього шару має рівномірно-пошаровий характер, непов'язаний з термодифузійними процесами.

Можна представити наступну якісну модель формування оксидного шару при УЗУО. Основними каналами атермічної дисипації механічної енергії при УЗУО є генерація високої густини точкових (вакансій і їх скупчення) і лінійних (дислокацій), а також структурно-фазові перетворення. Із загальних положень механохімії відомо, що механічна активація зумовлена так званими активними центрами. Останні зосереджені в місцях скупчення структурних дефектів. Для протікання механохімічного окиснення металевої

поверхні необхідне існування двох зустрічних потоків, а саме, надходження, з одного боку, до поверхні атомів металу, а з іншого, електронів, які забезпечують формування хімічного зв'язку між атомами металу та дисоційованою молекулою кисню повітря. В розглянутому процесі дислокації можуть відігравати подвійну роль. По-перше, вони є каналами міграції атомів металу до поверхні, по-друге, як відомо, в їхніх ядрах є підвищена концентрація валентних (вільних) електронів. Додаткову роль можуть відіграти в цих процесах і вакансії. Таким чином, генерація хімічно активних структурних дефектів під дією УЗУО є рушійною силою інтенсивного механоактивованого окиснення металевої поверхні.

У випадку сплаву Д16 таке окиснення викликає утворення шару оксиду Al_2O_3 , що підтверджується рентгеноструктурним аналізом. Отже, механізм і кінетика формування оксидного шару при УЗУО істотно відрізняється від відомих процесів термоактивованого окиснення.

Максимальна товщина модифікованого шару після УЗУО досягає 140 мкм (рис. 3). Варто відзначити, що застосування УЗУО дає можливість зміцнювати поверхневий шар зразків, які вже піддані попередній термічній обробці. Ефект такого додаткового зміцнення у кілька разів перевищує ефект штучного старіння.

За даними електронної мікроскопії на стадіях зміцнення під окисненим шаром відбувається ефективно подрібнення вихідної структури до рівноосьових зерен розміром 10–20 нм (рис. 4, а, б).

Потрібно зазначити, що наноструктурування поверхневого шару сплаву Д16 після оптимального режиму обробки на повітрі за контактної-зсувної схемою не відбувається [8].

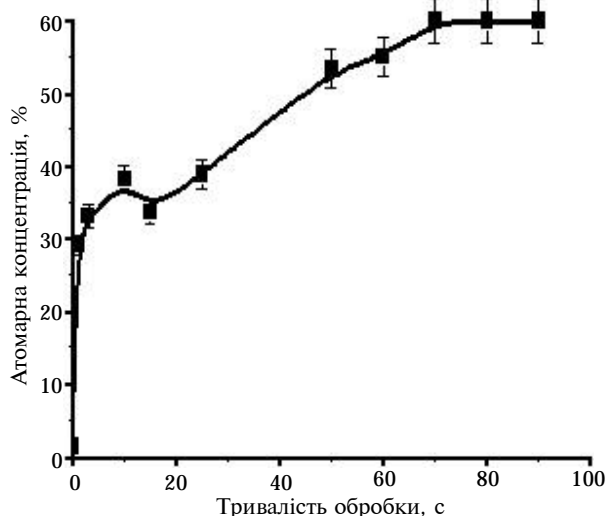


Рис. 2. Зміна концентрації кисню на поверхні зразка впродовж УЗУО ($A = 25 \mu\text{m}$)

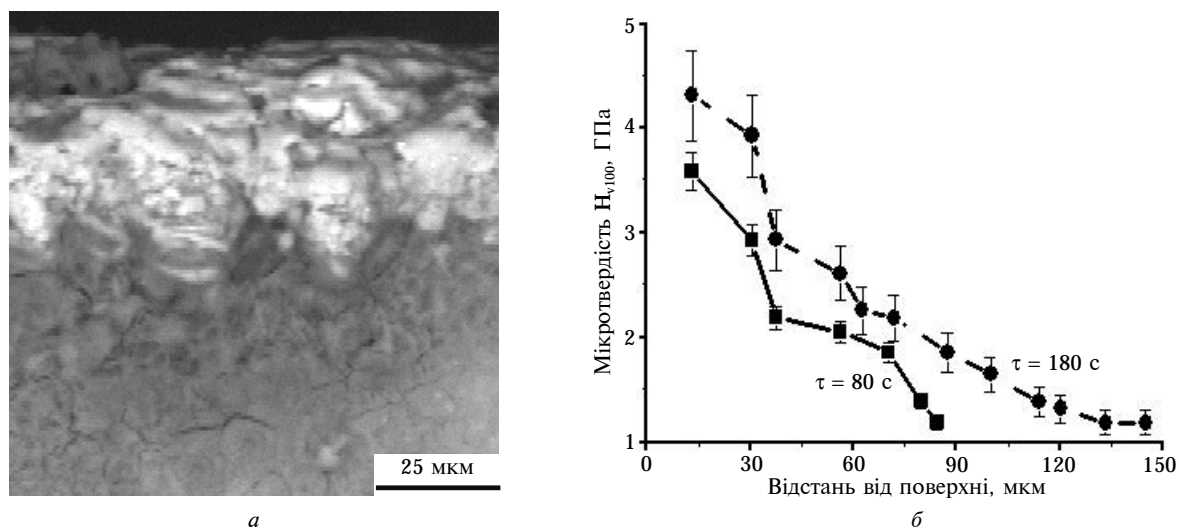


Рис. 3. Мікроструктура поперечного перерізу ($\tau = 80$ с) (а) та зміна мікротвердості (б) після УЗУО сплаву Д16 на повітрі ($A = 25$ мкм)

У разі обробки за умов квазігидростатичного стиснення зразка нанозерна формуються всередині дислокаційних комірок субмікро- та мікрометрового розмірів, тобто яскраво проявляється явище скейлінгу – масштабної інваріантності розміру структурних складників [5]. Формування такої коміркової структури відбувається за дислокаційним механізмом, який добре відомий для металів з ГЦК-граткою із високою енергією дефектів пакування. Розмір комірок також порядку 1 мкм (рис. 4, в), як це спостерігається і для алюмінію [10].

Відомо, що для підвищення корозійної стійкості сплаву Д16 на його поверхні створюють товстий оксидний шар, наприклад, методом мікродугового окиснення в електроліті [12]. Недоліком такого оксидного покриття є наявність мікропор, які призводять до пітингової корозії. Виявлені ефекти механохімічного окиснення та наноструктурування поверхневого шару сплаву Д16 під дією інтенсивних режимів УЗУО на повітрі відкривають можливість формування міцних керамічних оксидних покриттів товщиною до кількох десятків мікрометрів.

Після УЗУО спостерігається суттєва локальна неоднорідність не тільки структури, але й фазового складу сплаву. Відбувається міграція та фрагментація преципітатів фази Al_2Cu до 30–50 нм (рис. 4, з). З'являються області (в основному межі комірок) з високою об'ємною часткою цієї фази, яка неоднорідно розподілена в матриці. Збільшується густина виділень θ -фази, її частинки не перерізуються дислокаціями і тому є концентраторами напружень.

УЗУО також сприяє виділенню нанорозмірних преципітатів зміцнювальної $S\epsilon$ -фази Al_2CuMg , яка когерентна з матрицею (рис. 4, д). Відомо, що формування таких нанорозмірних преципітатів може не тільки компенсувати падіння міцності за рахунок росту зерна, але й підвищувати міцність більше ніж на 10%. Кількість $S\epsilon$ -фази зростає зі збільшенням тривалості обробки до 200 с приблизно у сім разів. Наявність $S\epsilon$ -фази підтверджується даними рентгенофазового аналізу та мікродифракції. За результатами мікрорентгено-спектрального аналізу тонких фольг після УЗУО відбуваються зміни хімічного складу поверхневих шарів: кількість міді та магнію збільшується від 2,36 та 3,447 ат. % (у вихідному стані) до 3,82 та 6,59 ат. % відповідно; кількість Al при цьому зменшується на 4,7 ат. %.

Особливістю УЗУО є заміщення хаотичної дислокаційної структури сітчастою (впорядкованою) дислокаційною субструктурою (рис. 4, е). Незалежно від типу дислокаційної субструктури і фазового складу більшість зерен містить велике число вигнутих екстинкційних контурів, що є свідченням високого рівня далекодуючих полів напружень у матеріалі.

Що стосується виявлених стадій пластифікації, то процес пластичної деформації може неодноразово повторюватись, починаючи наче "з чистого аркуша", завдяки дисипації пружної енергії у процесах низькотемпературного динамічного повернення та динамічної рекристалізації [13]. Для сплаву Д16 зменшення середнього розміру ОКР до 40 нм відбувається впродовж 80 с ультразвукової ударної обробки, після

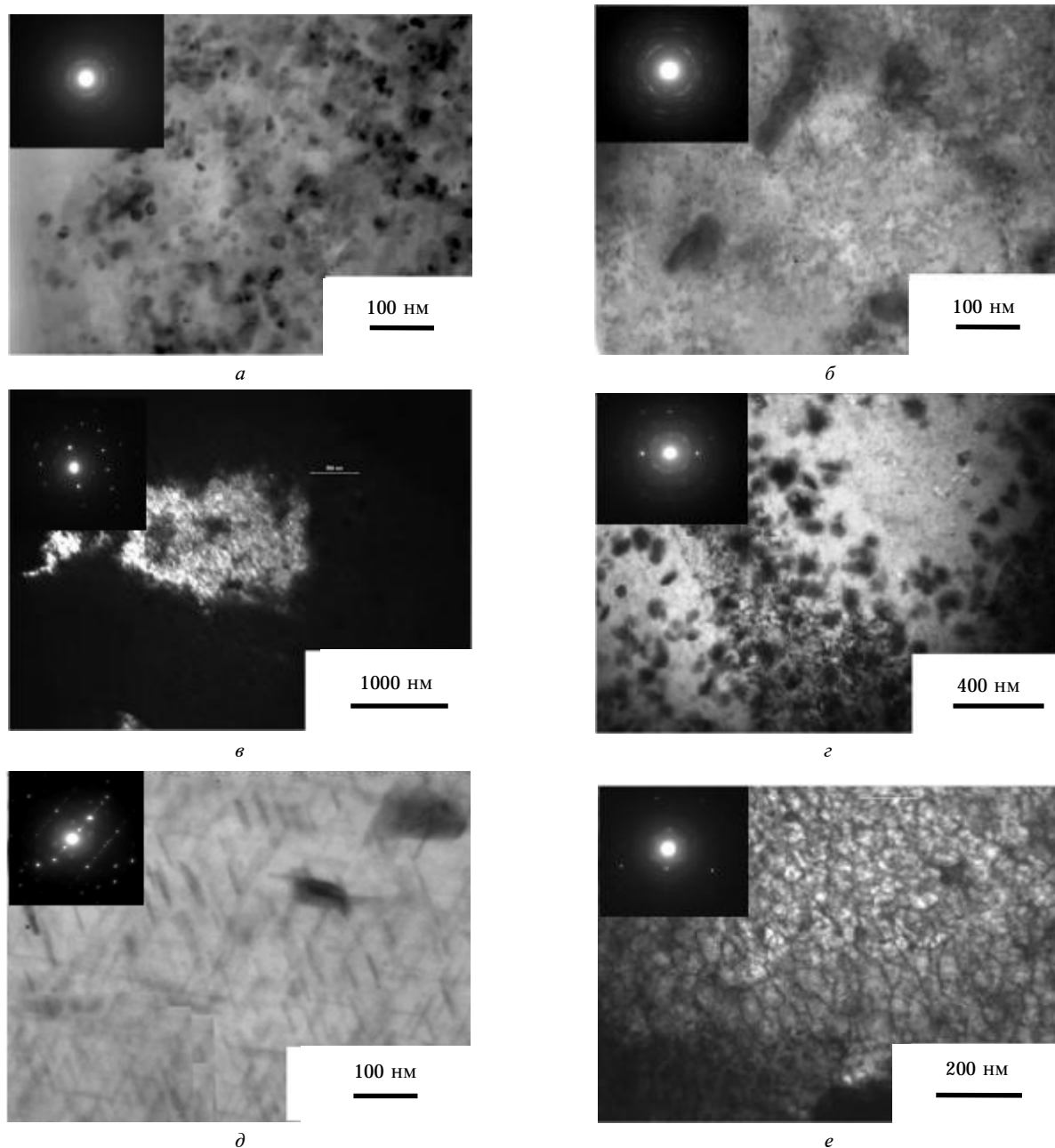


Рис. 4. Структура і картини мікродифракції приповерхневого шару сплаву Д16 після УЗУО на повітрі ($A = 25$ мкм, $\tau = 140$ с)

чого реалізується тенденція до суттєвого збільшення елементів субструктури зі зростанням ступеня деформації. За оцінками щільність дислокацій, які є центрами зародження $S\epsilon$ -фази, після 80 с обробки збільшується на порядок величини (до $9 \cdot 10^{13} \text{ м}^{-2}$) порівняно із вихідним станом. Стадії пластифікації характеризуються зменшенням як щільності дислокацій, так і виділень преципітатів $S\epsilon$ -фази.

Відсутність істотного деформаційного зміцнення при розвиненій деформації є цікавою властивістю, виявленою раніше для об'ємних

методів ІПД. Зростання щільності дислокацій при збільшенні ступеня деформації гальмується, зокрема, через механізм інтенсифікованого руху дефектів. Саме наявність рухливих наноструктурних меж у сильнонерівноважних середовищах дає можливість ефективно релаксувати внутрішнім напруженням за рахунок активного стоку дефектів на межі та розвитку динамічної рекристалізації [14]. За низьких температур може бути реалізований бездифузійний механізм динамічної рекристалізації, коли межа зерна діє подібно до ударної хвилі, залучаючи до процесу

надшвидкого руху інші структурні дефекти, в т.ч. і межі інших зерен [13].

За оптимальних режимів УЗУО ($A = 25$ мкм, $\tau = 180\text{--}200$ с) зносостійкість поверхневих шарів зростає у $\sim 2,5$ рази, шорсткість поверхні зменшується (від $\sim 1,3$ до $\sim 0,5$ мкм), а рівень залишкових макронапружень стиснення збільшується від -150 до -650 МПа.

Висновки

Ультразвукова ударна модифікація легких конструкційних сплавів за умов квазігідростатичного стиснення забезпечує більш ефективне, порівняно із термічним обробленням та стандартними схемами УЗУО на повітрі, зміцнення поверхні.

Виявлено циклічний характер змін мікротвердості поверхневих шарів сплаву Д16 залежно від амплітуди та тривалості УЗУО на повітрі, який полягає у чергуванні стадій зміцнення,

зумовлених структурно-фазовими перетвореннями, та стадій пластифікації за рахунок перебігу дисипативних процесів динамічного повернення та динамічної рекристалізації.

Виявлено ефект механохімічної взаємодії кисню повітря з поверхнею сплаву Д16, який дає можливість за умов УЗУО одночасно із низькотемпературними процесами деформаційного наноструктурування синтезувати міцні (до 12 ГПа) оксидні покриття товщиною кілька десятків мікрометрів.

Надалі планується розроблення способу одержання твердих покриттів, який передбачатиме попередню УЗУО металевих виробів для формування нанокристалічного зміцненого стану поверхні. Передбачається, що такий спосіб виключить можливість продавлювання і розтріскування твердого покриття, нанесеного на поверхню виробу з більш м'якого матеріалу, а також покращить адгезійний зв'язок між покриттям і підкладкою.

1. Мазилкин А.А., Страумал Б.Б., Протасова С.Г. и др. Структурные изменения в алюминиевых сплавах при интенсивной пластической деформации // ФТТ. – 2007. – № 49. – С. 824–829.
2. S.K. Panigrahi and R. Jayaganthan, "Influence of Solutes and Second Phase Particles on Work Hardening Behavior of Al 6063 Alloy Processed by Cryorolling", Materials Sci. and Eng.: A, vol. 528, no. 7–8, pp. 3147–3160, 2011.
3. Шибков А.А., Мазилкин А.А., Протасова С.Г. Влияние выделений вторичной фазы на скачкообразную деформацию алюминиево-магниевого сплава АМг6 // Деформ. и разруш. матер. – 2008. – № 6. – С. 12–17.
4. Чаусов Н., Засимчук Е., Гуцайлюк В. и др. Методы исследования свойств диссипативных структур, образующихся при импульсном вводе энергии в материал // Вісн. НТУУ. – 2011. – № 2. – С. 92–97.
5. Засимчук Е.Э., Засимчук В.И., Гонтарева Р.Г. и др. Гармонический анализ субструктурных параметров деформированных металлов // Доп. НАН України. – 2007. – № 10. – С. 91–95.
6. C. Genevois et al., "On the Coupling between Precipitation and Plastic Deformation in Relation with Friction Stir Welding of AA2024 T3 Aluminium Alloy", Materials Sci. and Eng.: A, vol. 441, no. 1-2, pp. 39–48, 2006.
7. Васильев М.А., Прокопенко Г.И., Филатова В.С. Нанокристаллизация металлических поверхностей методами интенсивной пластической деформации (обзор) // Усп. физ. метал. – 2005. – № 2. – С. 345–399.
8. Прокопенко Г.И., Березина А.Л., Волошко С.М. и др. Упрочнение поверхности сплава Д16 при ультразвуковой ударной обработке // Металлофиз. и нов. техн. – 2010. – 32, № 3. – С. 397–403.
9. Сидоренко С.І., Волошко С.М., Котенко І.Є. та ін. Деформаційне формування наноструктурованих композитів на поверхні алюмінієвого сплаву Д16 // Там же. – 2012. – 34, № 8. – С. 1101–1115.
10. Мордюк Б.М. Закономірності структуроутворення та кінетика деформаційних процесів у металевих матеріалах при комбінованих впливах із застосуванням ультразвуку: Автореф. дис. докт. фіз.-мат. наук. – К., 2012. – 38 с.
11. Прокопенко Г.І., Волошко С.М., Котенко І.Є. та ін. Зміна мікротвердості алюмінієвого сплаву Д16 після ультразвукової ударної обробки // Наук. вісті НТУУ "КПІ". – 2009. – № 3. – С. 42–46.
12. X.L. Peng et al., "Design of Scanning Micro-Arc Oxidation Forming Ceramic Coatings on 2024 Aluminium Alloy", Advanced Materials Research, vol. 189-193, pp. 1296–1300, 2011.
13. Глезер А.М., Метлов Л.С. Физика мегапластической (интенсивной) деформации твердых тел // Физ. тверд. тела. – 2010. – 52, № 6. – С. 1090–1097.
14. Е.Г. Пашинская и др., "Интенсифицированное движение дефектов при больших пластических деформациях", Metal Physics and Mech., no. 15, pp. 26–33, 2012.