

УДК 539.25:621.791.14:620.186.12

ОСОБЕННОСТИ МИКРОСТРУКТУРЫ ВЫСОПРОЧНОГО СПЛАВА В95Т1 В ЗОНЕ ПЕРЕМЕШИВАНИЯ СОЕДИНЕНИЙ, ФОРМИРУЕМЫХ МЕТОДОМ СВАРКИ ТРЕНИЕМ С ПЕРЕМЕШИВАНИЕМ С УЛЬТРАЗВУКОВЫМ ВОЗДЕЙСТВИЕМ

¹Фортуна С.В., ^{1,2}Тарасов С.Ю., ^{1,2}Иванов А.Н., ^{1,2}Рубцов В.Е., ^{1,2}Колубаев Е.А.

¹Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, Томск, e-mail: s_fortuna@ispms.ru;

²Национальный исследовательский Томский политехнический университет, Томск, e-mail: tsy@ispms.ru, ivan@ispms.ru, rvy@ispms.ru, eak@ispms.ru

С целью повышения прочностных характеристик неразъёмных соединений, полученных методами сварки трением с перемешиванием (СТП), было разработано технологическое оборудование, позволяющее одновременно осуществлять СТП и ультразвуковое воздействие на свариваемые детали (СТП-УЗ). В работе представлены результаты исследований микроструктуры и прочностных свойств (микротвёрдости) основного металла и неразъёмных соединений листового проката из высокопрочного алюминиевого сплава В95Т1, полученных методами СТП и модифицированным СТП-УЗ. Измерения микротвёрдости свидетельствуют, что наложение ультразвукового воздействия увеличивает прочностные свойства соединений. Результаты исследований методами оптической и просвечивающей электронной микроскопии показывают, что этот эффект связан с третичным выделением из пересыщенного твёрдого раствора мелкодисперсных интерметаллидных соединений в виде когерентных фаз S (Al_2CuMg) и T ($Al_3Mg_4Zn_3$).

Ключевые слова: сварка трением с перемешиванием, интерметаллидные соединения, выделения, микроструктура

MICROSTRUCTURAL SPECIFICITY OF ULTRASONIC-ASSISTED FRICTION STIR WELDED JOINTS ON V95T1 ALUMINUM ALLOY

¹Fortuna S.V., ^{1,2}Tarasov S.Y., ^{1,2}Ivanov A.N., ^{1,2}Rubtsov V.E., ^{1,2}Kolubaev E.A.

¹Institute of Strength Physics and Materials Science of the Siberian Branch of the Russian Academy of Sciences, Tomsk, e-mail: s_fortuna@ispms.ru;

²National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, e-mail: tsy@ispms.ru, ivan@ispms.ru, rvy@ispms.ru, eak@ispms.ru

To improve strength of friction stir welded (FSW) joints we developed and used a device for ultrasonic-assisted friction stir welding (UAFSW). This paper presents the results on microstructure and mechanical characterization of both FSW and UAFSW butt welded joints on high-strength aluminum alloy V95T1 (7475) hot-rolled sheets. As shown by microhardness test, the ultrasonic-assisted FSW resulted in higher hardness of the joint metal. This effect has been explained with the use of optical and transmission electron microscopy in terms of tertiary precipitation of coherent fine intermetallic phases S (Al_2CuMg) and T ($Al_3Mg_4Zn_3$). Extra phases $CuZn$, Al_2Cu (θ -phase) and $Al_{0,71}Zn_{0,29}$ (α' -phase) have been found in UAFSW as compared to FSW joint.

Keywords: friction stir welding, intermetallic compounds, precipitation, microstructure

Метод сварки трением с перемешиванием (СТП) [6, 3] известен уже почти четверть века. За это время появились многочисленные его модификации. Целью всех модификаций является повышение производительности и технологичности процесса, а также повышение служебных характеристик СТП-соединений [2]. Современные разновидности СТП позволяют формировать равнопрочные с основным металлом СТП-соединения для большого перечня конструкционных металлических материалов (стали аустенитного класса, термически не упрочняющиеся алюминиевые сплавы и др.). Термически упрочняющиеся алюминиевые сплавы хотя и свариваются методом СТП, но СТП-соединения таких сплавов обладают пониженной механической прочностью. Обычно их предел составляет $(0,6-0,8) \sigma_b$ основного металла (ОМ). Однако именно термически

упрочняющиеся алюминиевые сплавы широко применяются в авиа- и ракетостроении прочностью неразъёмных соединений из таких материалов является актуальной.

С целью повышения прочностных характеристик СТП-соединений было разработано технологическое оборудование, позволяющее одновременно осуществлять СТП и ультразвуковое воздействие на свариваемые детали.

В работе представлены результаты исследований микроструктуры и механических свойств (микротвёрдости) неразъёмных соединений листового проката из высокопрочного алюминиевого сплава В95Т1, полученных методами сварки трением с перемешиванием (СТП) и модифицированным методом – сварки трением с перемешиванием в условиях ультразвукового воздействия (СТП-УЗ).

Материалы и методы исследования

Объектом исследования были СТП-УЗ и СТП соединения листового проката марки В95Т1 номинальной толщиной 5,0 мм. Основные технологические параметры СТП составляли: частота вращения инструмента – 560 мин⁻¹; скорость подачи инструмента – 500 мм/мин; усилие прижима инструмента – 2600 кгс (25,51 кН). При формировании СТП-УЗ соединения на соединяемые детали накладывалось УЗ воздействие частотой 22,5 кГц и мощностью 1,1 кВт. Соединение заготовок осуществлялось вдоль направления прокатки материала заготовок.

Микроструктуру основного металла и СТП-соединений исследовали при помощи металлографического микроскопа МЕТАМ ЛВ-31 при увеличениях до $\times 500$ и просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100 при увеличениях до $1,5 \times 10^5$. ПЭМ-исследования проводились в режимах светлого и темнопольного изображений, от интересных участков фольги получали микродифракционные картины.

Металлографические исследования проводили на травленых шлифах, приготовленных в сечениях перпендикулярных оси СТП-соединений и направлению прокатки основного металла. Для выявления микроструктуры материала травление полированной поверхности металлографических шлифов осуществляли химическим способом реактивом следующего состава: 1 мл плавиковой кислоты + 1,5 мл соляной кислоты + 2,5 мл азотной кислоты + 95 мл воды.

Фольга для ПЭМ-исследований приготавливалась методом ионного утонения. В случае СТП-соединений фольга изготавливалась из центров зон перемешивания (ЗП) соединений в сечении, перпендикулярном оси соединения.

Измерение микротвёрдости проводилось на поперечных шлифах (плоскость шлифа перпендикулярна оси СТП-соединения) при помощи микротвердомера ПМТ-3 по методу Виккерса при нагрузке на индентор 490,5 Н.

Результаты исследования и их обсуждение

Микроструктура ОМ листового проката из сплава В95Т1 характеризуется сильно вытянутыми зёрнами твёрдого раствора, а также высокой объёмной долей выделений вторичных фаз различной дисперсности и формы. Зёрна твёрдого раствора вытянуты в направлении прокатки ОМ, а их размеры в перпендикулярном направлении варьируются в широком диапазоне от 0,3 до 32,8 мкм. Методами оптической металлографии было установлено, что средний размер зёрен твёрдого раствора в направлении, перпендикулярном прокатке, составляет 19,2 мкм.

Ниже, на рис. 1, приведены ПЭМ-изображения и микродифракционная картина ОМ листового проката из сплава В95Т1. Выделения вторичных фаз в ОМ располагаются как внутри, так и по границам зёрен твёрдого раствора (рис. 1, а и 1, б). В телах зёрен частицы выделений равноосной или столбчатой формы локализованы в виде строчек, вытянутых вдоль направления

прокатки ОМ (на рис. 1 показано двойной стрелкой).

В результате идентификации микродифракционных картин и анализа темнопольных изображений (ПЭМ-анализ) в ОМ сплава В95Т1 было выявлено несколько интерметаллидных фаз [4]:

- MgZn_2 (М-фаза) в виде мелкодисперсных пластин с характерным размером $\sim 150 \times 50$ нм² и округлых дисперсоидов с размерами 35–130 нм (рис. 1);

- Al_2CuMg (S-фаза) в виде мелкодисперсных пластин с характерным размером $\sim 280 \times 40$ нм²;

- AlCu_2Mn в виде мелкодисперсных пластин с характерным размером $\sim 180 \times 30$ нм² (рис. 1);

- близкие по составу соединению $\text{Al}_3\text{Mg}_4\text{Zn}_3$ (Т-фаза) в виде пластин различной длины с характерными размерами $(150 \times 50 - 430 \times 50)$ нм²;

- близкие по составу соединению $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}(\text{Mn})_4$ в виде относительно крупных пластин с характерными размерами $(260 \times 40 - 1400 \times 300)$ нм².

Темнопольное изображение получено в рефлексах, показанных замкнутой штриховой линией.

В качестве примера в таблице приведены результаты идентификации микродифракционной картины, представленной на рис. 1, в. Как видно из полученных результатов, выявляются три фазы: твёрдый раствор на основе алюминия и два интерметаллидных соединения: AlCu_2Mn и MgZn_2 (М-фаза).

На рис. 2 приведены ПЭМ-изображения и микродифракционная картина материала ЗП СТП-соединения, полученного при технологических режимах, указанных в разделе «Материал и методы исследования». Как видно, зёрна твёрдого раствора имеют равноосную форму. Средний размер зерна твёрдого раствора составляет 2,48 мкм, при этом наибольший их размер не превышает 6,0 мкм.

В зёрнах твёрдого раствора по их границам и в тройных стыках залегают выделения в виде частиц интерметаллидных фаз различной дисперсности. В телах зёрен имеют место обособленные скопления частиц. Как отдельные частицы, так и их скопления распределены хаотически. Размеры частиц не превышают 190 нм, а скоплений – 500 нм.

Как показали результаты ПЭМ-анализа, в материале ЗП СТП-соединения, как и в ОМ, содержатся выделения в виде интерметаллидных соединений MgZn_2 (М-фаза) и Al_2CuMg (S-фаза). В отличие от ОМ в материале ЗП СТП-соединения

не выявляются выделения таких интерметаллидов, как $Al_3Mg_4Zn_3$ (Т-фаза), $AlCu_2Mn$ и $Al_7Cu_2Fe(Mn)_{43}$, но содержатся $CuZn$, Al_2Cu (θ -фаза) и $Al_{0,71}Zn_{0,29}$ (α' -фаза). Частицы М-фазы локализованы в тройных стыках зёрен и имеют ограненную форму в виде треугольников (рис. 2). Их размеры не превышают 100 нм. Частицы когерентных S- и α' -фаз имеют пластинчатую форму, а их характерные размеры составляют $\sim 60 \times 30$ и $\sim 160 \times 50$ нм² соответственно. Частицы выделений $CuZn$ и Al_2Cu (θ -фаза) имеют округлую форму с характерными размерами ~ 150 – 190 нм. Кроме того, имеют место частицы сложного фазового состава, представляющие из себя совокупности прослоек из θ -, S-фаз и соединения $CuZn$ (рис. 2). При этом прослойки фаз могут чередоваться в различных комбинациях. Форма таких

сложных по составу частиц близка к равноосной, а размеры не превышают 170 нм.

Как показали результаты ПЭМ-исследования микроструктура и фазовый состав зоны перемешивания СТП-УЗ соединения подобны материалу зоны перемешивания СТП-соединения (рис. 3). Однако имеются и отличия. Например, средний размер равноосного зерна твёрдого раствора меньше и составляет 2,19 мкм. В телах зёрен твёрдого раствора и по их границам залегают мелкодисперсные выделения интерметаллидных фаз: $Al_{0,71}Zn_{0,29}$ (α' -фаза) и Al_2Cu (θ -фаза), также Al_2CuMg (S-фаза) и $Al_3Mg_4Zn_3$ (Т-фаза). Частицы мелкодисперсных выделений S- и Т-фаз имеют пластинчатую форму с характерными размерами $\sim 110 \times 25$ нм². Отметим, что Т-фаза не выявляется в материале ЗП СТП-соединения, но присутствует в ОМ.

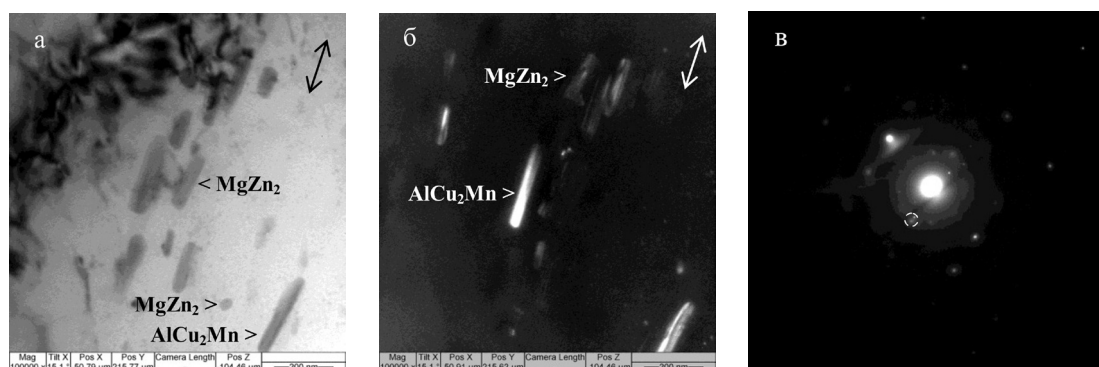


Рис. 1. Микроструктура листового проката из сплава B95T1 (ОМ). Светло- (а) и тёмнопольное (б) ПЭМ-изображения, микродифракционная картина (в)

Индексирование микродифракционной картины, приведенной на рис. 1, в

Экспериментальные данные		Литературные данные								
d_{hkl} , нм	Интенсивность	Al_2Cu_2Mn , SG: $Fm\bar{3}m$, $a = 0,40406$ нм [PDF#1-1176]			$MgZn_2$, SG: $Fm\bar{3}m$, $a = 0,5949$ нм [PDF#25-1122]			$MgZn_2$, SG: $P63/mmc$, $a = 0,52225$ нм $c = 0,085684$ нм [PDF#34-457]		
		d_{hkl} , нм	hkl	Интенсивность, %	d_{hkl} , нм	hkl	Интенсивность, %	d_{hkl} , нм	hkl	Интенсивность, %
0,3490	Сл.	–	–	–	0,3490	111	6	–	–	–
0,2221	Сл.	–	–	–	–	–	–	0,2227	112	60
0,2134	Сл.	–	–	–	–	–	–	0,2138	002	30
0,1222	Оч. сл.	0,1221	311	24	–	–	–	–	–	–
0,1211	Оч. сл.	–	–	–	0,1214	422	15	–	–	–
0,9230	Сл.	0,9289	331	8	–	–	–	–	–	–

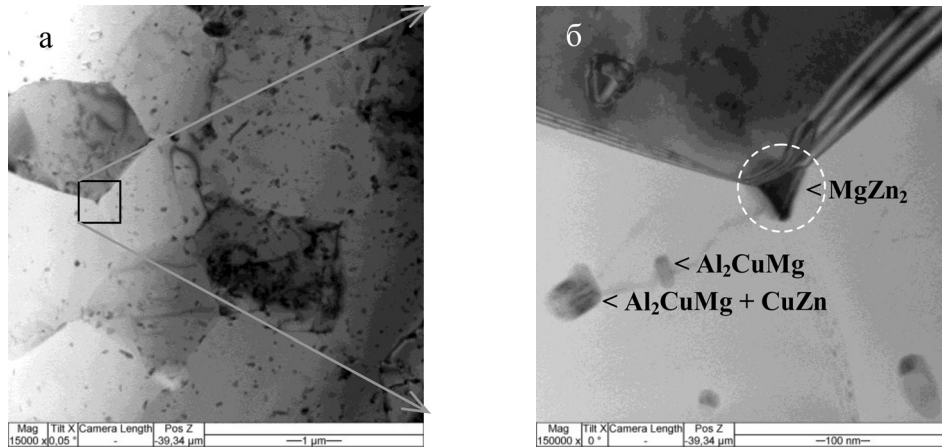


Рис. 2. Микроструктура зоны перемешивания СТИ-соединения сплава В95Т1. Светлопольные ПЭМ изображения (а), (б) и микродифракционная картина (в). Микродифракционная картина получена от области, выделенной замкнутой штриховой линией

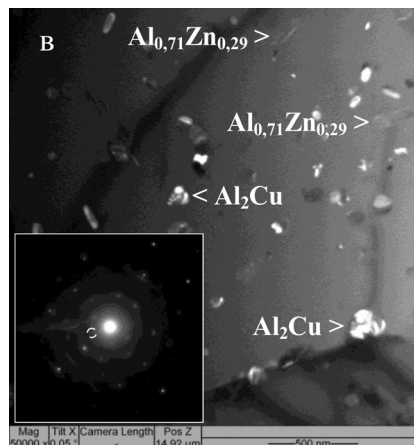
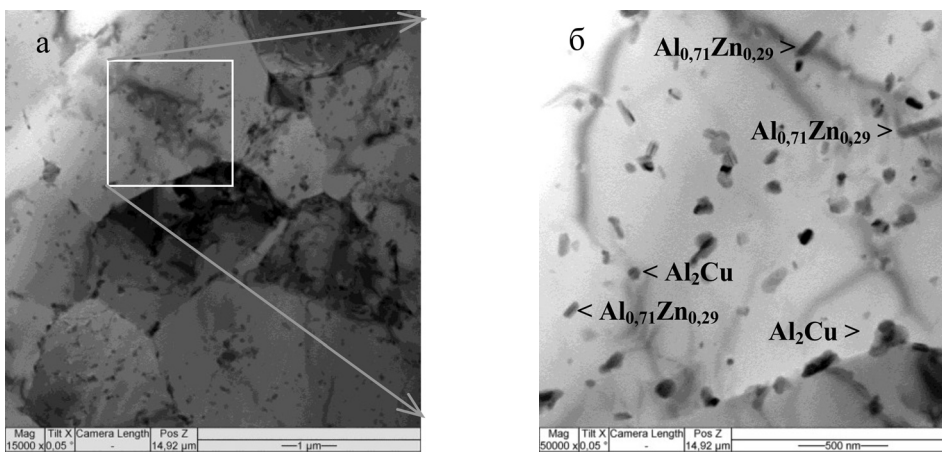


Рис. 3. Микроструктура зоны перемешивания СТИ-У3 соединения сплава В95Т1. Светло- (а) и (б), темнопольное (в) ПЭМ-изображения, микродифракционная картина на врезке. Темнопольное изображение получено в рефлексах, показанных замкнутой линией

На рис. 3 темнопольное изображение получено в рефлексах типа (101) фазы $Al_{0,71}Zn_{0,29}$ и (112) фазы Al_2Cu (на микродифракционной картине выделены замкнутой штриховой линией). На темнопольном изображении округлые частицы соответствуют θ -фазе (Al_2Cu), тогда как вытянутые частицы с выраженной вытянутой формой являются выделениями когерентной α' -фазы ($Al_{0,71}Zn_{0,29}$). Частицы θ -фазы распределены хаотически внутри зерен, а также одиночно и в виде скоплений по границам зёрен твёрдого раствора. Вытянутые частицы когерентной α' -фазы равномерно распределены в телах зерен и ориентированы вдоль их кристаллографических направлений типа $\langle 001 \rangle$ [4]. Размеры частиц фазы θ -фазы не превышают 100 нм, а α' -фазы $\sim 190 \times 65$ нм².

В процессе СТП в ЗП соединений обоих типов (без УЗ-воздействия и с наложением УЗ-воздействия в процессе СТП) материал претерпевает первичную рекристаллизацию [1], о чем свидетельствует равноосная форма зерен и уменьшение их размеров до ~ 4 – 19 мкм. Сохранение мелкого зерна твёрдого раствора после процесса СТП обусловлено подавлением собирательной (вторичной) рекристаллизации распадом пересыщенного α -твёрдого раствора и интенсивным выпадением третичных фаз.

Согласно известному соотношению Холла-Петча [5], прочностные характеристики материала, в том числе и микротвёрдость, пропорциональны величине « $d^{-1/2}$ », где d – средний размер зерна материала. В ЗП СТП и СТП-УЗ соединений средний размер зёрен твёрдого раствора уменьшился приблизительно в четыре раза. Однако измерения микротвёрдости свидетельствуют о снижении прочностных характеристик в сравнении с ОМ. Очевидно, что деформационное упрочнение по механизму Холла-Петча не является определяющим фактором для термически упрочняющихся материалов (в нашем случае сплав В95Т1).

Различия в микротвёрдости ОМ и ЗП каждого из видов соединений обусловлены особенностями упрочняющих фаз. Как было показано выше, в ОМ выявляются выделения пяти вторичных интерметаллидных фаз. Все они вносят вклад в дисперсионное упрочнение сплава. Особо отметим наличие выделений когерентных S- и T-фаз различной дисперсности, обеспечивающих наибольшие значения прочностных характеристик [7].

Анализ дисперсности и фазового состава выделений упрочняющих фаз в ОМ и ЗП обоих типов СТП-соединений свидетельствует о том, что в процессе СТП про-

изошло растворение всех вторичных фаз с переходом их в пересыщенный твёрдый раствор, затем при остывании материала выделились третичные интерметаллидные соединения. В подтверждение этому укажем, что и в ОМ и в ЗП обоих типов соединений выявляются различные (по фазовому составу) наборы интерметаллидных выделений. При этом частицы интерметаллидных соединений, содержащиеся одновременно и в ОМ и в ЗП обоих типов, имеют меньшие размеры в ОМ.

Различия фазовых составов выделений в ЗП соединений обусловлены изменением кинетики выделений третичных фаз в результате УЗ-воздействия в процессе СТП. Так, в материале ЗП СТП-соединения T-фаза не обнаружена, а в материале СТП-УЗ соединения она присутствует, но её содержание меньше чем в ОМ приблизительно в три раза. Кроме того, немногочисленные частицы T- и S-фазы в материале ЗП СТП-УЗ соединения имеют меньший размер, чем в ОМ.

Сравнительные измерения показали, что микротвёрдость основного металла составляет HV 186,1, тогда как микротвёрдость материала в зонах перемешивания СТП-соединения составляет HV 148,9, а СТП-УЗ соединения – HV 160,6. Очевидно, что различия в микротвёрдости обусловлены особенностями микроструктуры основного металла и зон перемешивания неразъёмных соединений.

Таким образом, значения микротвёрдости можно связать с содержанием когерентных T- и S-фаз в материале сплава АА7475. Наложение УЗ-воздействия в процессе СТП изменяет кинетику третичных выделений и обеспечивает формирование этих упрочняющих фаз, что приводит к повышению микротвёрдости материала ЗП СТП-УЗ соединения.

В [4] отмечается, что приложение вибрационного УЗ-воздействия на сплавы 7xxx при их старении ускоряет процесс старения. В более поздних литературных источниках указывается на атермический характер ускорения процесса старения сплавов под воздействием УЗ. Из доступных литературных источников механизмы этого феномена выявить не удалось.

Заключение

В результате проведенного исследования методами оптической металлографии, просвечивающей электронной микроскопии и измерений микротвёрдости установлено, что наложение УЗ-воздействия на соединяемые детали в течение процесса СТП оказывает благоприятное влияние на кинет-

тику выделений третичных упрочняющих фаз. Увеличение микротвёрдости материала в ЗП СТП-УЗ соединения обусловлено образованием в результате УЗ-воздействия когерентных Т- и S-фаз.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных научных исследований государственных академий наук на 2013–2020 годы и при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (договор № 02.G25.31.0063) в рамках реализации Постановления Правительства РФ № 218.

Список литературы

1. Humphreys F.J., Haterly M. Recrystallization and related annealing phenomena. – Elsevier. 2004. – 574 p.
2. Kolubaev E., Kolubaev A., et al. Ultrasonic impact treatment of the welded joint of aluminum-magnesium alloy produced by friction stir welding // AIP. – 2014. – V. 1623. – P. 271–274.
3. Mishra R.S., De P.S., Kumar N. Friction stir welding and processing. Switzerland: Springer. 2014. – 338 p.
4. Mondolfo L.F. Aluminum alloys: structure and properties. – London-Boston: Butterworth. 1976. – 639 p.
5. Petch N.J. The cleavage strength of polycrystals // Journal Iron & Steel Inst. – 1953. – V. 174. – P. 25–28.
6. Thomas W.M., Nicholas E.D., Needham J.C., Murch M.G., Temple-Smith P., Dawes C.J.: U.S. Patent No. 5,460,317.(1995).
7. Wang W., Shuey R. T. Homogenization Model for 7xxx Aluminum Alloys // Proc. ICAA 12, Yokohama, Japan, 2010. – P. 264–269.

References

1. Humphreys F.J., Haterly M. Recrystallization and related annealing phenomena. Elsevier. 2004. 574 p.
2. Kolubaev E., Kolubaev A., et al. Ultrasonic impact treatment of the welded joint of aluminum-magnesium alloy produced by friction stir welding // AIP. 2014. V. 1623. pp. 271–274.
3. Mishra R.S., De P.S., Kumar N. Friction stir welding and processing. Switzerland: Springer. 2014. 338 p.
4. Mondolfo L.F. Aluminum alloys: structure and properties. London-Boston: Butterworth. 1976. 639 p.
5. Petch N.J. Journal Iron & Steel Inst. 1953. Vol. 174. pp. 25–28.
6. Thomas W.M., Nicholas E.D., Needham J.C., Murch M.G., Temple-Smith P., Dawes C.J.: U.S. Patent No. 5,460,317.(1995).
7. Wang W., Shuey R. T. Proc. ICAA 12, Yokohama, Japan, 2010. pp. 264–269.

Рецензенты:

Шаркеев Ю.П., д.ф.-м.н., профессор, заведующий лабораторией физики наноструктурных биокompозитов, ИФПМ СО РАН, г. Томск;

Седельникова М.Б., д.т.н., доцент, старший научный сотрудник лаборатории физики наноструктурных биокompозитов, ИФПМ СО РАН, г. Томск.