

**Санкт-Петербургский политехнический университет
Петра Великого
Институт машиностроения, материалов и транспорта**

На правах рукописи

Морозова Юлия Николаевна

**Трансформация упрочняющих фаз в алюминиевых сплавах при
импульсной сварке трением с перемешиванием**

Направление подготовки	22.06.01 Технология материалов
Направленность	<i>Код и наименование</i> 22.06.01_01 Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов
	<i>Код и наименование</i>

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД

об основных результатах научно-квалификационной работы (диссертации)

Автор работы: Морозова Ю.Н.

Научный руководитель: д.т.н., проф. Кондратьев С.Ю.

Санкт Петербург – 2020

Научно-квалификационная работа выполнена в Высшей школе физики и технологии материалов Института машиностроения, материалов и транспорта федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Директор Высшей школы: *к.х.н. Семенча А.В.*

Научный руководитель: *д.т.н., проф. Кондратьев С.Ю.*

Рецензент: *к.т.н. Сулягин Р.В.*

С научным докладом можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» и на сайте Электронной библиотеки СПбПУ по адресу: <http://elib.spbstu.ru>

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Алюминиевый сплав АА6082 Т6 (Al-Mg-Si), основные области применения которого авиационная и автомобильная промышленность, как и все алюминиевые сплавы является трудносвариваемым традиционными методами сварки плавлением, но демонстрирует высокое качество сварного соединения, полученного сваркой трением с перемешиванием (СТП). Основной особенностью данного процесса является то, что максимально достигаемые в процессе сварки температуры, составляют около 80% от температуры плавления основного материала.

Важным рассматриваемым аспектом в процессе СТП термически упрочняемых алюминиевых сплавов является ухудшение механических свойств в зонах сварного шва, которое объясняется в основном изменениями характеристик упрочняющих частиц. Среди механизмов упрочнения, действующих в таких сплавах, наиболее весомым является дисперсионное упрочнение, вклад которого зависит от морфологии, объемной доли, размера упрочняющих частиц и межчастичного расстояния. Температурная и деформационная составляющие СТП изменяют характеристики частиц второй фазы, присутствующей в основном материале. Температурный цикл и интенсивность деформации зависят в свою очередь от параметров процесса, изменение которых соответственно влияет на характеристики выделений и, следовательно, механические свойства соединения. Тем не менее, недостаток знаний о трансформации упрочняющих частиц в термически упрочняемых алюминиевых сплавах в процессе СТП является существенным ограничением для управления механическими свойствами сварного соединения.

Кроме того, дальнейшего свое развитие процесс СТП получил в применении дополнительного циклического усилия. Этот процесс, получивший название импульсной сварки трением с перемешиванием (ИСТП), был разработан на кафедре «Соединительные и сварочные технологии» Бранденбургского Технического Университета. Соединения, полученные при помощи ИСТП, обладают повышенной

усталостной прочностью по сравнению со стандартными СТП соединениями. Однако процессы трансформации упрочняющих фаз в термически упрочняемых алюминиевых сплавах при ИСТП не были изучены.

Цель и задачи исследования

Целью работы является описание эволюции структуры термически упрочняемого алюминиевого сплава AA6082-T6 с акцентом на трансформацию упрочняющих фаз при сварке трением с перемешиванием и импульсной сварке трением с перемешиванием. Кроме того, одной из задач является установление взаимосвязи между особенностями макро- и микроструктуры, свойствами полученных соединений и параметрами процесса. Установление этих взаимосвязей необходимо для анализа влияния дополнительного импульса на трансформацию упрочняющих фаз в разных зонах сварного соединения и ее влияния на механические характеристики сварного шва. Металлографические исследования сварных соединений необходимо провести в основном материале, зоне термического влияния, зоне термомеханического влияния и в зоне перемешивания.

Для достижения цели поставлены следующие задачи:

- проведение экспериментов по СТП и ИСТП при разных параметрах сварки и импульса (скорость вращения инструмента, скорость сварки, сила импульса, частота импульса, геометрия инструмента)
- анализ влияния ИСТП на микроструктуру и образование дефектов
- анализ влияния параметров ИСТП на микроструктуру сварных соединений в разных зонах
- анализ влияния дополнительного импульса на эволюцию частиц вторых фаз в разных зонах сварных соединений
- анализ влияния параметров ИСТП на эволюцию упрочняющих частиц в разных зонах сварных соединений
- анализ влияния параметров ИСТП на механические характеристики сварных соединений

- выявление взаимосвязей между структурой сварных швов, трансформацией упрочняющих фаз и механическими характеристиками сварных соединений

Научная новизна

Новизна работы заключается в объяснении влияния дополнительного механического усилия на структуру сварного шва с акцентом на трансформацию упрочняющих фаз в процессе ИСТП, который является модифицированным методом традиционной СТП. В ходе работы также охарактеризована эволюция упрочняющих фаз в разных зонах сварного соединения при стандартной СТП, анализ которой содержит противоречивые результаты в существующей литературе.

Теоретическая и практическая значимость

Полученные результаты служат основой для управления механическими характеристиками сварных СТП соединений из термически упрочняемых алюминиевых сплавов, так как механические свойства в таких сплавах зависят в основном от распределения упрочняемых фаз и их эволюции в процессе сварки. Понимание влияния импульса и его параметров на трансформацию частиц упрочняющих фаз является основой для подбора параметров модифицированного процесса СТП – импульсной СТП, которые обеспечили бы максимальный уровень требуемых механических характеристик сварного соединения.

Апробация работы

Результаты работы использовались для подбора параметров процессов СТП и ИСТП в рамках работы над проектом «Мега Грант» в Лаборатории легких материалов и конструкций Санкт-Петербургского политехнического университета Петра Великого.

Публикации

Metallurgical and Mechanical Characterization of High-Speed Friction Stir Welded AA 6082-T6 Aluminum Alloy, Naumov, A., Morozova, I., Rylkov, E., Obrosof, A., Isupov, F., Michailov, V., and Rudskoy, A., Materials, 2019, 12, с. 1-16.

Microstructure and Mechanical Properties of Welds of Al – Mg – Si Alloys After Different Modes of Impulse Friction Stir Welding, Kondrat'ev, S.Y., Morozova, Y.N.,

Golubev, Y.A., Naumov, A.A., Mikhailov, V.G., Metal Science and Heat Treatment, 2018, 59(11-12), с. 697-70.

Numerical simulation and experimental investigation on impulse friction stir welding of 6082-T6 aluminum alloy, Golubev, I., Morozova, I., Naumov, A., Doynov, N., Michailov, V., Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2017, MS and T 2017, 2017, с. 987-994.

Temperature Influence on Microstructure and Properties Evolution of Friction Stir Welded Al-Mg-Si Alloy, Naumov, A., Morozova, I., Isupov, F., Golubev, I., Michailov, V., Key Engineering Materials, 2019, 822, с. 122-128.

Effect of the temperature of friction stir welding on the microstructure and mechanical properties of welded joints of an Al – Cu – Mg alloy, A. A. Naumov, F. Yu. Isupov, Yu. A. Golubev, and Yu. N. Morozova, Metal Science and Heat Treatment, 2019, 60(11 – 12), с. 695-700.

Development of methodology to determine the temperature influence on microstructure evolution during friction stir welding, Naumov, Anton A., Isupov, Fedor Yu., Golubev, Iurii A., Morozova, Iuliia N., Spree, C., Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2018, MS and T 2018, 2018, с. 795-802.

Представление научного доклада: основные положения

Данная работа посвящена исследованию упрочняющих фаз в термически упрочняемых алюминиевых сплавах при импульсной сварке трением с перемешиванием, а также влиянию параметров импульса на структуру и механические свойства сварных стыковых соединений. При помощи металлографических исследований были выявлены изменения макро- и микроструктуры в различных зонах сварного шва под действием импульсов различной силы и частоты. Было показано влияние данных параметров на механические свойства сварного соединения. Методами рентгеновского энергодисперсионного элементного анализа, растровой и просвечивающей электронной микроскопии, а также дифференциальной сканирующей калориметрии исследована эволюция упрочняющих фаз в исследуемых алюминиевых сплавах

после сварки трением с перемешиванием и импульсной сварки трением с перемешиванием при различных параметрах. На основании полученных результатов были сформулированы взаимосвязи между микроструктурой, эволюцией упрочняющих фаз и механическими свойствами сварных соединений.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

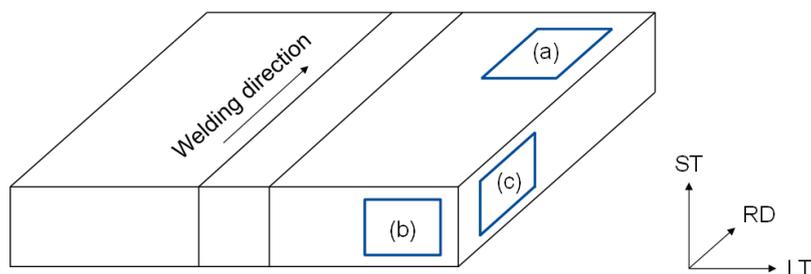
Объекты, (предмет) и методы исследования

В качестве основного материала в данной работе был выбран алюминиевый сплав системы Al-Mg-Si EN AW 6082 (аналог АД35) в состоянии Т6 (закален и искусственно состарен) в листах толщиной 2 мм размером 125×400 мм. Алюминиевый сплав 6082 относится к термически упрочняемым алюминиевым сплавам. Химический состав сплава представлен в Табл. 1. Фактическое содержание химических элементов было получено с помощью сканирующей (растровой) электронной микроскопии на растровом электронном микроскопе с использованием приставки рентгеноспектрального анализа.

Таблица 1 - Химический состав сплава AA6082 Т6

Si	Mg	Cu	Mn	Fe	Al
0.89	1.18	0.31	0.4	0.4	Бал.

Структура основного материала в состоянии поставки представлена на Рисунке 1. Структура основного материала имеет выраженную строчную структуру вследствие пластического деформирования.



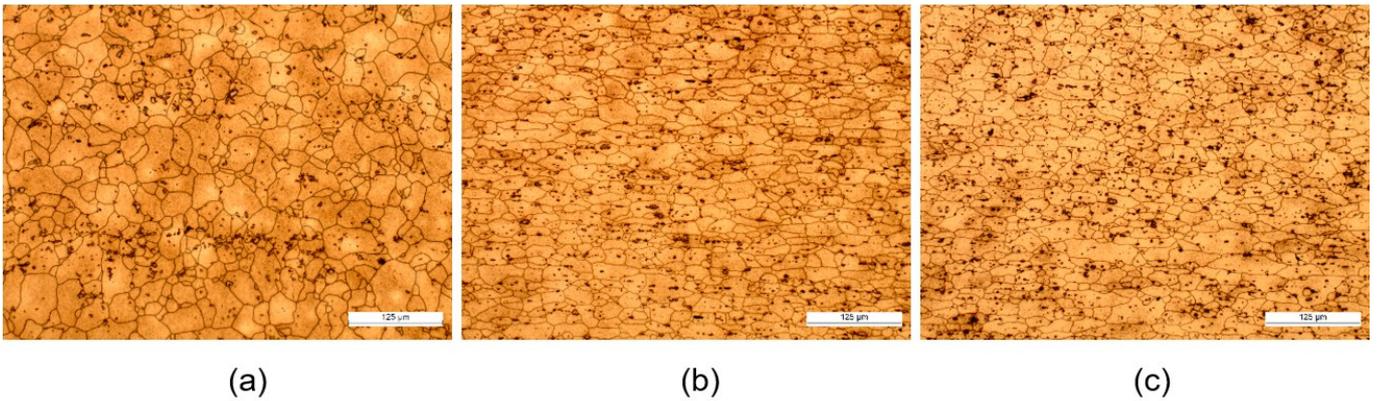


Рисунок 1 – Структура основного материала в различных направлениях

Для осуществления дополнительных импульсов в вертикальном направлении во время сварки была переоборудована трехосная CNC-фрезерная машина фирмы UNITECH. Она оснащена специальным инструментом и гидравлической системой, которая делает возможным вращение инструмента при одновременном производстве механических импульсов.

Для проведения экспериментов по СТП и ИСТП был выбран инструмент с длиной рабочей части инструмента 1,8 мм, резьба отсутствует. Диаметр наконечника - 4 мм, диаметр плоского заплечика – 12,5 мм. Угол наклона инструмента составлял 2° . Глубина погружения наконечника во время сварки варьировалась в зависимости от параметров импульса от 1,75 до 1,82 мм. Сварные листы зажимались стальными пластинами без зазора перед сваркой. Процесс сварки осуществлялся параллельно направлению прокатки листов с постоянной скоростью вращения 710 об/мин и поступательной скоростью сварки 200 мм/мин. Параметры импульса варьировались в соответствии с таблицей 2. Частота импульсов выражалась в количестве импульсов на одно вращение.

Таблица 2 – Матрица сварочных испытаний

Скорость вращения [об/мин]	Скорость сварки [мм/мин]	Частота импульса [Гц]	Сила импульса [кН]			
			0	2	4	6
710	200	0	0			
		3		1	5	9
		6		2	6	10
		9		3	7	11
		10		4	8	12

Схема отбора образцов для исследований представлена на рисунке 2.

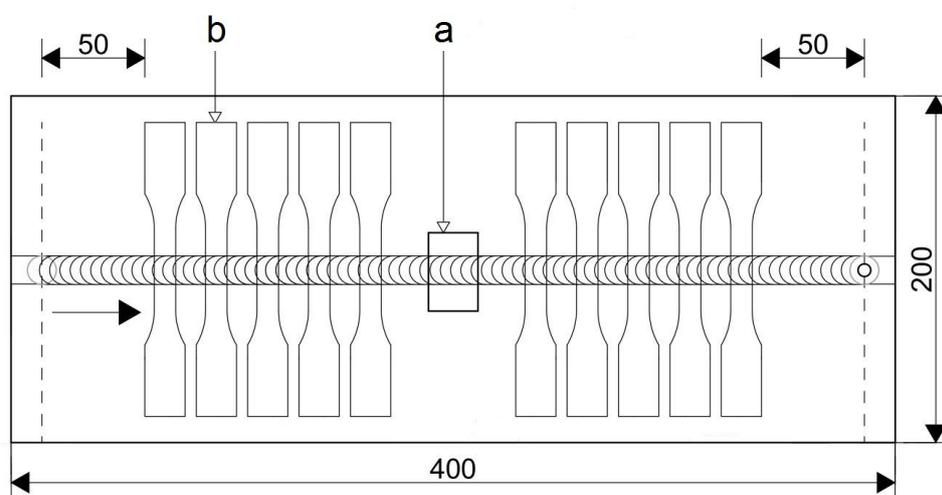


Рисунок 2 – Отбор образцов (а) для микроскопии и измерения твердости, (б) для испытаний на растяжение

Для металлографического анализа была разработана методика травления, позволяющая выявить зоны сварного шва и микроструктуру в каждой зоне. После многоступенчатой шлифовки и полировки было проведено цветное травление с использованием реактива Векка (4 г $KMnO_4$, 1 г $NaOH$, 100 мл H_2O). Микротвердость по Виккерсу измеряли вдоль центральной линии поперечного сечения сварного шва с нагрузкой 0,980 Н (HV 0,1) в течение 10 с через несколько недель после сварочных испытаний. Размер зерна оценивали методом подсчета пересечений границ зерен отрезками прямых с определением среднего условного диаметра. Характеристика частиц вторичной фазы была выполнена с использованием сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) TESCAN MIRA II

(Брно, Чешская Республика). Предел обнаружения для определения их размера - 0,5 мкм. Испытания на растяжение проводили на оборудовании Walter + bai AG (Löhringen, Швейцария) при скорости растяжения 10 мм/мин при комнатной температуре. Испытания проводились до разрыва испытанных образцов. Механические свойства сварного шва (предел прочности при растяжении, предел текучести и относительное удлинение) определяли путем усреднения результатов испытания десяти образцов из одного сварного шва. Фрактографический анализ поверхностей разрушения после испытаний на растяжение был выполнен непосредственно после испытаний с помощью СЭМ, оборудованного детектором для энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии.

Результаты и их обсуждение

Макроструктура сварных соединений

В данном пункте приводятся результаты исследования формирования структуры сварных соединений. На панорамных снимках поперечного сечения сварных соединений (Рис. 3-5) из-за различия подвода теплоты и степени пластической деформации можно хорошо различить области ЗП, ЗТМВ и ЗТВ, а также влияние импульса на их форму. Можно заметить, что ЗП при ИСТП значительно уже, чем у СТП образца. Следовательно, можно предположить, что ширина всей ЗТВ меньше при ИСТП, что указывает на факт, что генерация теплоты рабочим инструментом больше в ИСТП по сравнению с традиционной СТП.

На снимках поперечного сечения всех образцов можно хорошо различить наличие остаточного оксидного слоя, перемещенного рабочим инструментом в область ЗП. Данный дефект, берущий свое начало в нижней части сварного шва, проходящий через ядро шва и достигающий противоположной верхней поверхности сварного шва, является типичным для СТП соединений. В зарубежной литературе данный вид дефекта обозначается «remnant oxide layer» - остаточный оксидный слой.

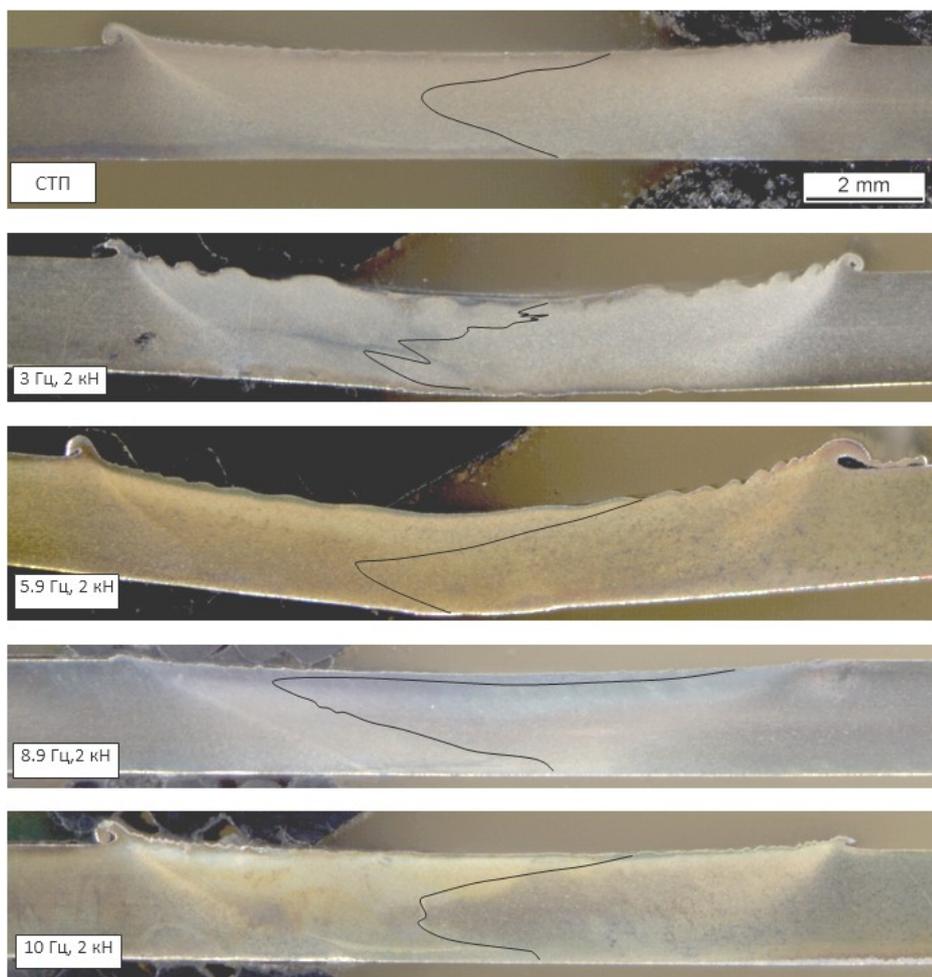


Рисунок 3 – Макроструктура ИСТП соединений, сила импульса - 2 кН

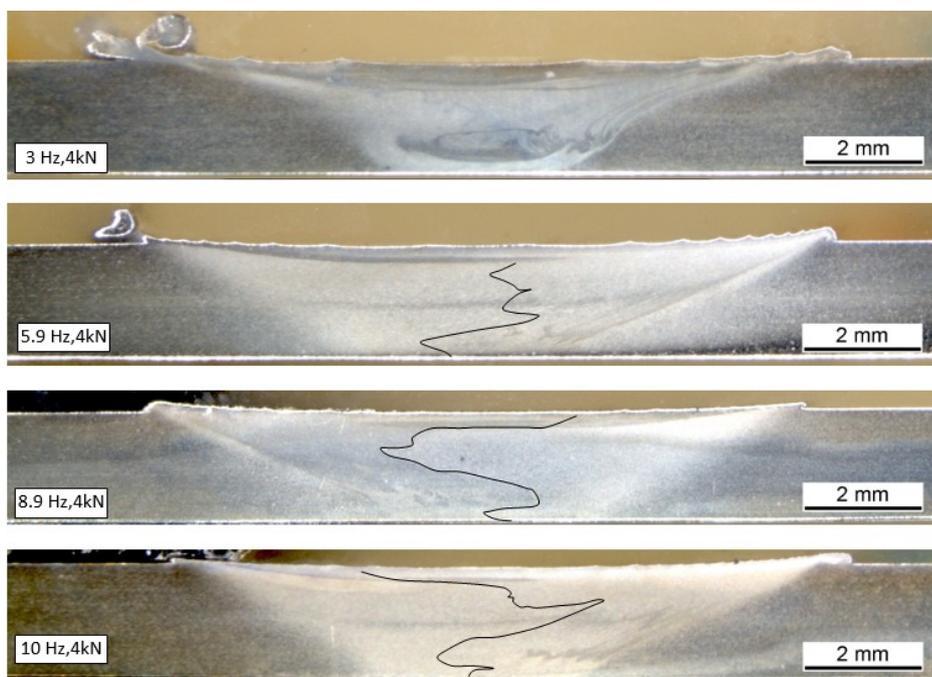


Рисунок 4 – Макроструктура ИСТП соединений, сила импульса - 4 кН

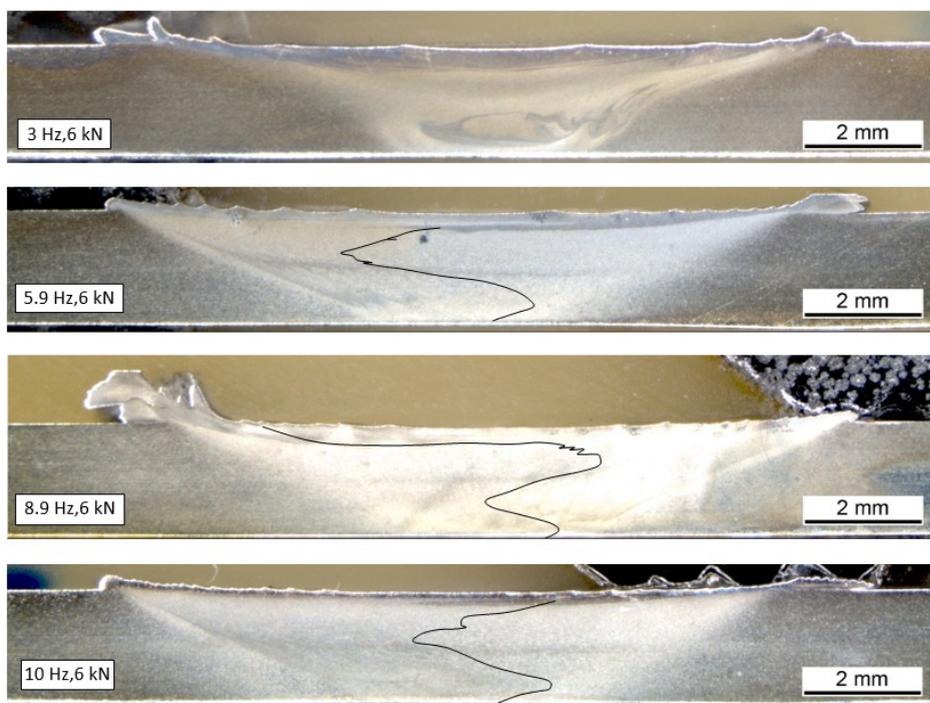


Рисунок 5 – Макроструктура ИСТП соединений, сила импульса - 6 кН

Сравнивая влияние импульса на формирование структуры сварного соединения, можно отчетливо заметить, что остаточный оксидный слой в ЗП перемещивается интенсивнее в зоне перемешивания СТП, при этом меняя свою форму на «ломаную линию», в отличие от стандартной СТП, где линия оксида имеет ярко выраженную строчную форму. Можно предположить, что «ломаная линия» оксидного слоя в ИСТП соединениях получает такую форму вследствие особенностей течения материала под действием циклического импульса, что может оказать положительное влияние на прочностные свойства соединений, так как такая форма будет являться препятствием для распространения трещины при нагружении образца.

Микроструктура сварных соединений

Как было отмечено ранее, поперечное сечение СТП соединения может быть разделено на различные зоны в зависимости от степени влияния температуры и деформации, и, соответственно, сформировавшейся структуры, Рис. 6. В ЗП исходная структура быстро нагревается и начинает испытывать значительную пластическую деформацию, заставляя микроструктуру эволюционировать в

равноосные зерна главным образом через механизм динамической рекристаллизации. Область ЗТМВ характеризуется вытянутыми по направлению деформации зернами со размерами. По сравнению с ЗП, область ЗТМВ в меньшей степени испытывает пластическую деформацию, однако характеризуется вытянутыми по направлению деформации зернами. В области ЗТВ, в отличие от ЗТМВ и ЗП, свариваемый металл, не подвергается влиянию пластической деформации, он испытывает только тепловое воздействие. Микроструктура в ЗТВ не отличается существенно от структуры в ОМ.

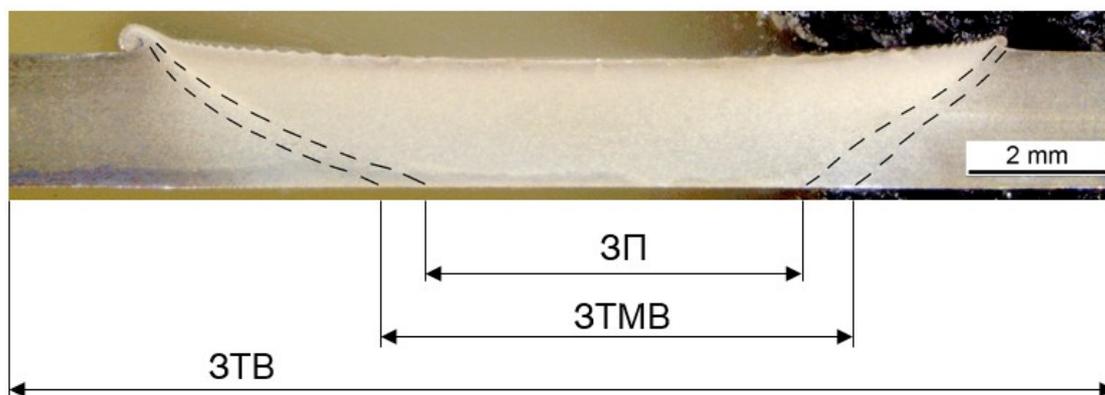


Рисунок 6 – Поперечное сечение СТП соединения

При анализе микроструктуры в разных зонах сварных соединений можно заметить, что наибольшее отличие микроструктуры, образовавшейся под воздействием импульсов, наблюдается в ЗТМВ и в ЗП. Как видно на Рис. 7, в случае СТП как на стороне отставания (СО), так и на стороне набегания (СН) наблюдается плавное изменение размера зерна между динамически рекристаллизованной структурой, и структурой ЗТВ. Под влиянием импульсов ЗТМВ становится более ярко выраженной, зерна в ней деформируются сильнее, причем чем выше сила импульса, тем более сильнее деформируются зерна, что выражается в степени их вытянутости, Рис. 8.

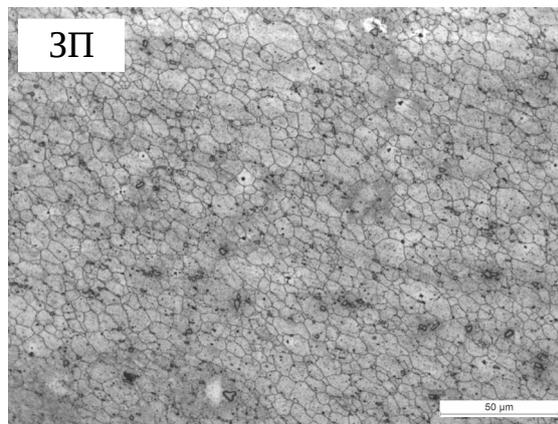
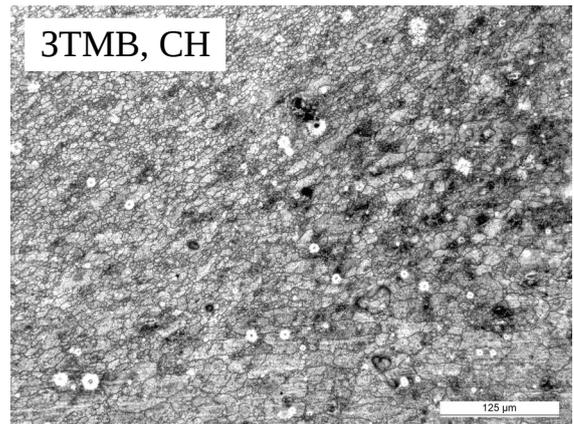
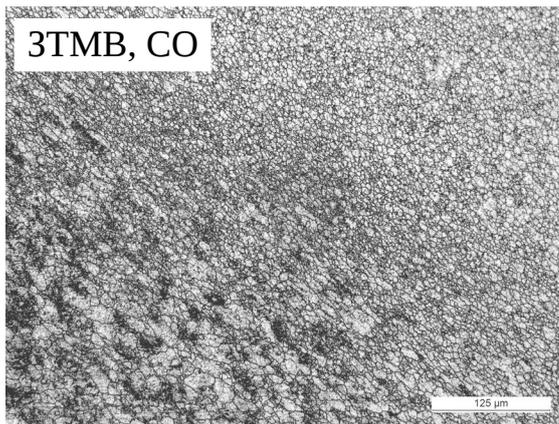
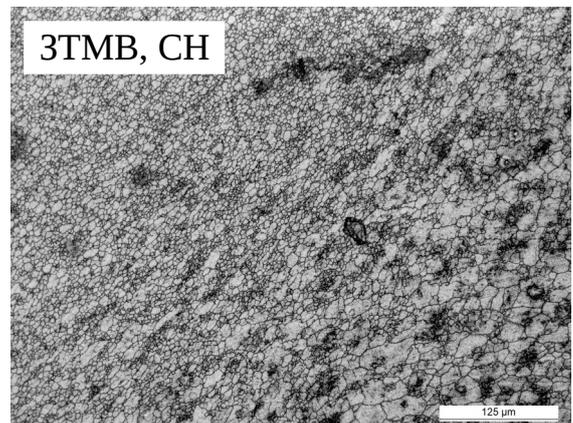
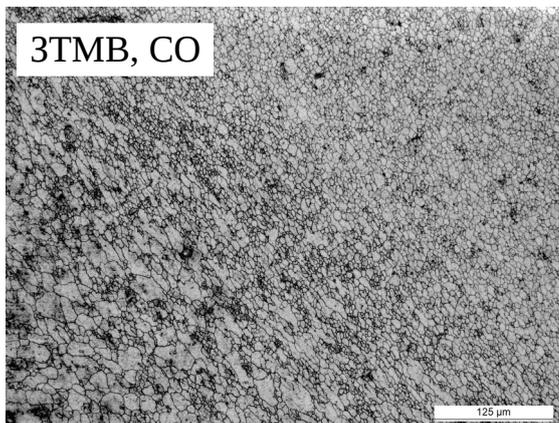


Рисунок 7 – Микроструктура СТП соединения



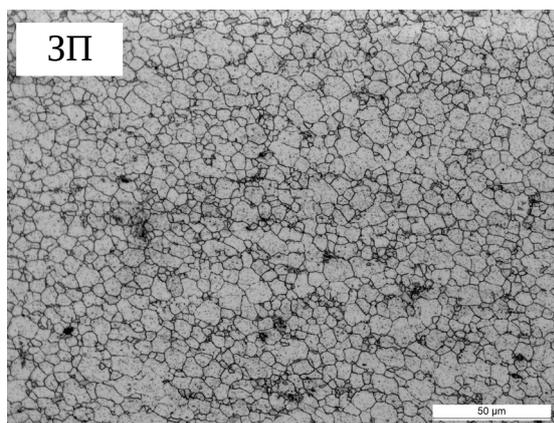


Рисунок 8 – Микроструктура ИСТП соединения (4 кН, 6 Гц)

На Рис. 9 изображена диаграмма, демонстрирующая средний размер зерна в ЗП исследуемых сварных соединений. Как видно из представленных диаграмм, средний размер зерна при ИСТП ниже чем при СТП, причем при некоторых параметрах импульса происходит значительное измельчение зерна до 2 раз по сравнению с традиционной СТП. При низкой силе импульса (2 кН) измельчение происходит при увеличении частоты до 9 Гц, потом же зерно становится крупнее, что может быть связано с повышением температуры процесса. При высоких же силах импульса наименьший размер зерна может быть достигнут при низких частотах (3-6 Гц), что свидетельствует о значительном влиянии силы импульса на температуру процесса. Таким образом, учитывая влияние импульсов на измельчение зерна в ЗП, можно предположить повышение механических свойств благодаря зернограничному упрочнению.

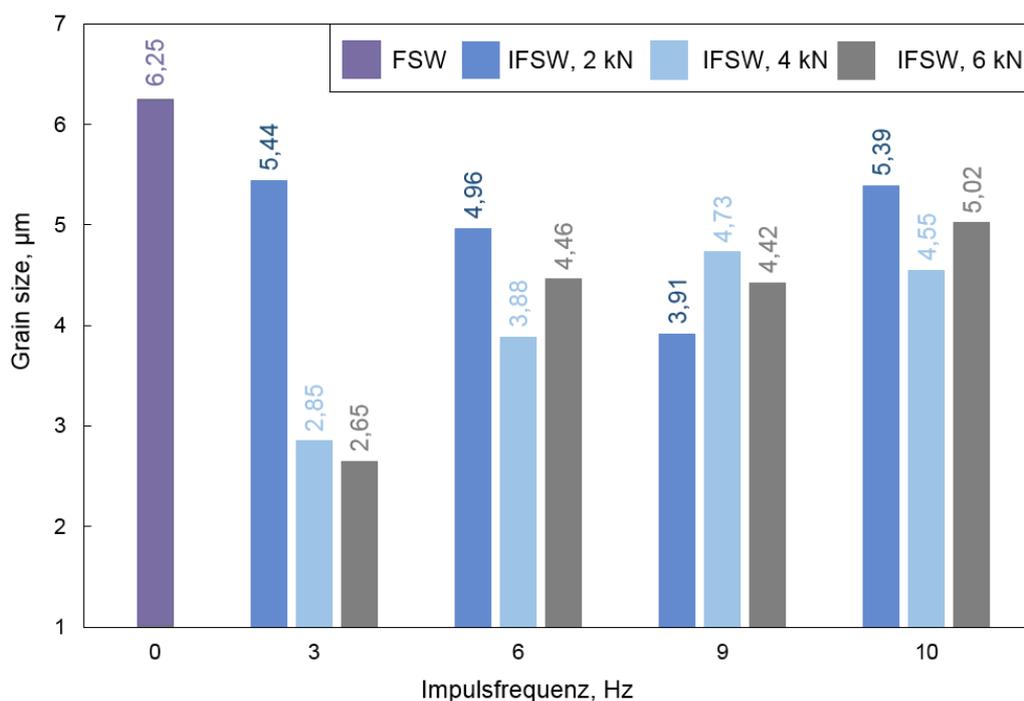


Рисунок 9 – Размер зерна в зоне перемешивания сварных СТП и ИСТП швов при различных параметрах импульса

Анализ вторичных фаз

Основной материал. Исходная микроструктура алюминиевого сплава 6082 в состоянии Т6 представляет собой α -матрицу (твёрдый раствор на основе алюминия) и вторичные упрочняющие фазы, вытянутые в направлении прокатки, Рис. 10. Эти фазы имеют относительно крупный размер (от 1 до 12 мкм), что позволяет исследовать их в оптическом микроскопе. Данные упрочняющие фазы некогерентны с матрицей. Как видно из оптических изображений, частицы вторичных фаз выделяются в основном по границам зерен, однако частицы размером до 3 мкм наблюдаются и внутри зерен.

Согласно результатам количественного энергодисперсионного анализа, частицы вторичных фаз могут быть идентифицированы как интерметаллидные включения двух типов:

1. Упрочняющие частицы светло-серого цвета, относительно крупные - от 0.5 до 10 мкм, неправильной округлой и вытянутой палочкообразной формы. Выделения упрочняющих фаз распределены в матрице равномерно, как внутри

зерен, так и по границам. Данные включения сложного состава, состоящие из Al, Fe, Mn и Si, являются предположительно интерметаллидами типа $AlFe(Mn)Si$, которые могут быть описаны стехиометрическим равенством $Al_{23}Fe_3MnSi_2$.

2. Включения вторичной фазы темно-серого цвета, размером до 12 мкм, вытянутой неправильной формы, состоят из Al, Mg и Si. Данные интерметаллидные включения типа $AlMgSi$ имеют примерный стехиометрический состав – Al_3MgSi .

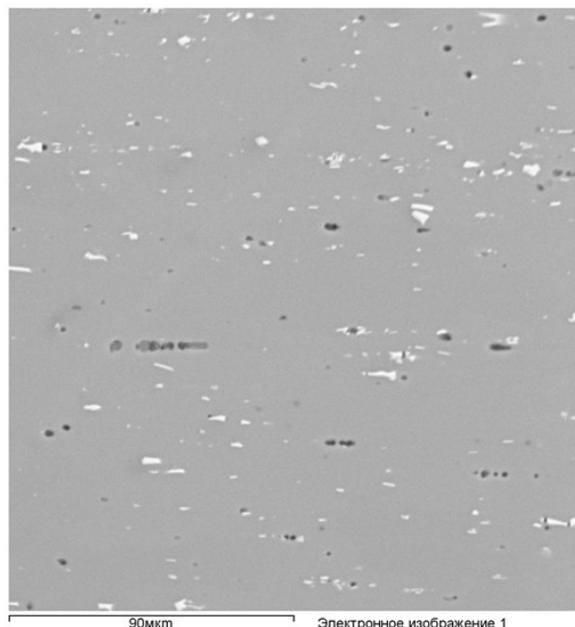


Рисунок 10 – Электронное изображение структуры ОМ

Таблица 3 – Химический состав матрицы и вторичных фаз в основном материале

	Al	Mg	Si	Cr	Mn	Fe	<u>Cu</u>	Ni	Предположительный состав
Матрица	94-98	0.32-0.53	0.76		0.22-0.58				
Частицы 1	66-68		6.55-6.74	0.19-0.21	6.21-6.19	17.70-19.06	0.67-0.74	0.20-0.24	$Al_{23}Fe_3MnSi_2$
Частицы 2	54.02	17.50	28.47						Al_3MgSi

Зона термического влияния. Микроструктура в зоне термического влияния, также как и в основном материале, представляет собой α -матрицу (твёрдый раствор на основе алюминия) и вторичные упрочняющие фазы, Рис. 11. Как видно из оптических изображений, частицы упрочняющих фаз выделяются в основном по границам зерен, однако частицы размером до 3 мкм наблюдаются и внутри зерен.

Упрочняющие частицы светло-серого цвета, относительно крупные - от 0.5 до 10 мкм, неправильной округлой и вытянутой палочкообразной формы. Выделения упрочняющих фаз распределены в матрице равномерно, как внутри зерен, так и по границам. Согласно результатам количественного энергодисперсионного анализа, частицы вторичных фаз могут быть идентифицированы как интерметаллидные включения типа $AlFe(Mn)Si$ с переменным стехиометрическим составом $Al_xFe_3MnSi_2$, где $x = 15-30$.

При сравнении распределения, формы и состава данных крупных вторичных упрочняющих фаз в основном материале и в зоне термического влияния можно сделать вывод, что интерметаллидные фазы являются стабильной фазой и по причине высокой температуры плавления (порядка $610^{\circ}C$), не достигаемой в процессе как СТП, так и ИСТП в зоне термического влияния, а также низкой растворимости Fe и Mn в α -алюминиевой матрице, не растворяются в процессе сварки и, как следствие, не вносят существенный вклад в процесс упрочнения материала.

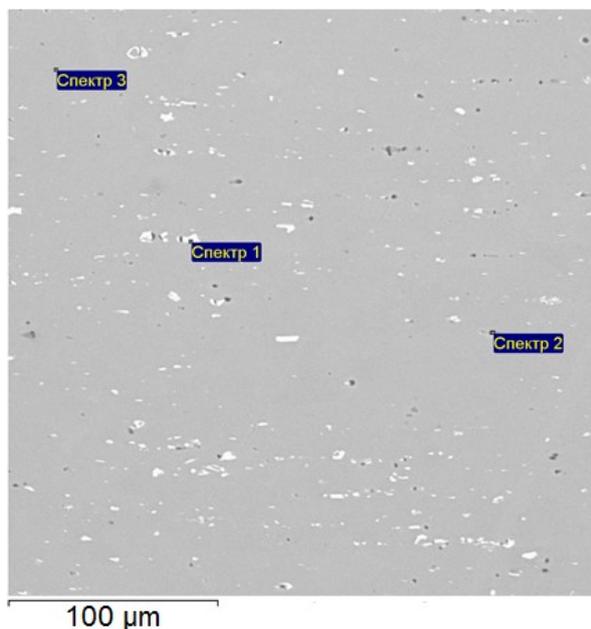


Рисунок 11 – Электронное изображение структуры в ЗТВ СТП соединения

Таблица 4 – Химический состав матрицы и вторичных фаз в ЗТВ

Образец		Al	Mg	Si	Cr	Mn	Fe	Cu	Ni	Предпол. состав
0	Матрица	97-98	0.36-0.56	0.73-1.10		0.28-0.73	0.0			
	Частицы 1	62-74		5.31-9.03	0.14-0.34	5.13-8.69	14.75-20.00	0.38-0.58	0.12	$Al_xFe_3MnSi_2$ $x = 15-30$
221	Матрица	98	0.39	0.6		0.32				
	Частицы 1	59.7		5.77		8.04	26.01	0.48		$Al_{16}Fe_3MnSi_2$
224	Матрица	98.37	0.40	0.72		0.52				
	Частицы 1	70.75		6.37	0.17	5.85	16.99	0.5	0.38	$Al_{27}Fe_3MnSi_2$

Зона перемешивания. Микроструктура в зоне перемешивания представляет собой α -матрицу (твердый раствор на основе алюминия) и вторичные упрочняющие фазы, Рис. 12. Частицы фаз распределены равномерно в структуре шва в основном по границам мелких рекристаллизованных зерен. Согласно результатам количественного энергодисперсионного анализа, частицы вторичных фаз могут быть идентифицированы как интерметаллидные включения двух типов:

1. Упрочняющие частицы светло-серого цвета, размером от 0.5 до 8 мкм, неправильной округлой формы. Данные включения также состоят из Al, Fe, Si и Mn, что позволяет сказать, что это интерметаллиды типа $AlFe(Mn)Si$ с переменным стехиометрическим составом $Al_xFe_3MnSi_2$, где $x = 17-28$.

2. Редкие включения темно-серого цвета, пластинчатой неправильной формы размером до 8 мкм, состоящие из Al, Mg, Si. Согласно химическому составу, могут быть определены как интерметаллиды типа $AlMgSi$, с примерным стехиометрическим составом Al_xMgSi , где $x = 1-3$.

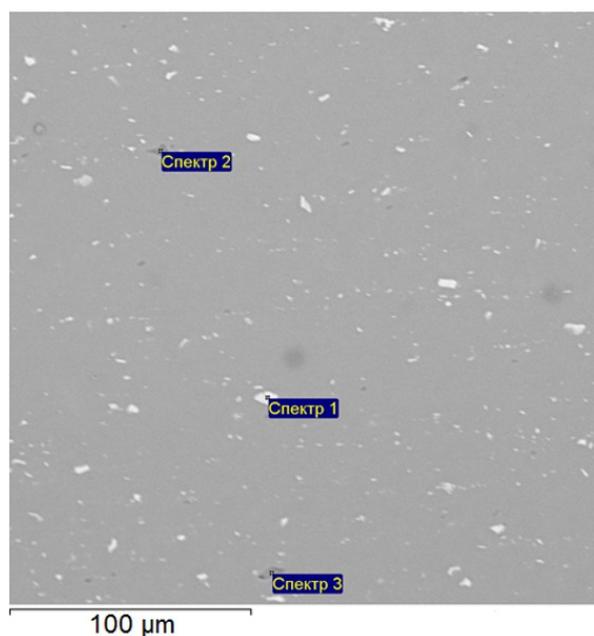


Рисунок 12 – Электронное изображение структуры в ЗП СТП соединения

Таблица 5 – Химический состав матрицы и вторичных фаз в зоне перемешивания

Образец		Al	Mg	Si	Cr	Mn	Fe	Cu	Ni	Предпол. состав
0	Матрица	92-98	0.41-0.63	0.64-0.73	0.02-0.08	0.31-0.40	0.0-0.13	0.10-0.19		
	Частицы 1	62		7.7-7.8	0.17-0.19	6.85-7.19	21.62-22.36	0.69		$Al_xFe_3MnSi_2$ $x = 20-28$
221	Матрица									
	Частицы 1	62		6.64	0.24	7.66	23.03	0.58	0.24	$Al_{17}Fe_3MnSi_2$
	Частицы 2	31-44	26-38	28-31						Al_3MgSi $x = 1-3$
224	Матрица	95-98	0.47-0.49	0.75-0.95		0.25-1.0	0.00-2.0			
	Частицы 1	64-67		6.4-6.6	0.21-0.33	6.28-7.55	18.63-19.93	0.58-0.60	0.16-0.24	$Al_{21}Fe_3MnSi_2$

Таким образом, микроструктура во всех зонах сварного шва представляет собой α -матрицу (твёрдый раствор на основе алюминия) и вторичные упрочняющие фазы, которые являются интерметаллидами переменного состава:

1. $Al_xFe_3MnSi_2$, где $x = 15-30$;
2. Al_xMgSi , где $x = 1-3$.

При сравнении крупных вторичных упрочняющих фаз в основном материале и в зоне перемешивания можно сказать, что распределение частиц вторичных фаз в зонах сварного шва неоднородно. Зона перемешивания характеризуется тем, что в ней присутствует меньше крупных частиц и больше мелких размером до 3 мкм. Это может свидетельствовать о том, что в зоне перемешивания во время сварки из-за воздействия высоких температур и деформаций происходит частичное растворение частиц маленького размера или их механическое разрушение в процессе перемешивания. Такие предположения выдвигались в ранее проведенных исследованиях. Выделения данных фаз могут служить местом зарождения частиц других упрочняющих фаз, а также сдерживать рост зерен в процессе рекристаллизации.

Микротвердость сварных соединений

На Рис. 13 – 15 представлены графики распределения микротвердости для каждого образца. Твёрдость основного металла составляет 112 HV. Для сварных соединений алюминиевых сплавов, упрочняемых термообработкой, полученных методом СТП характерны «W-образные» профили микротвердости из-за различного теплового и деформационного влияния инструмента на различные зоны сварного соединения. Наблюдается, что в твердость в ЗП ниже, чем в ОМ, по причине растворения упрочняющих фаз во время СТП и их неполного повторного выделения после СТП. Минимальные значения твердости характерны для ЗТВ, в которой происходит коагуляция упрочняющих фаз, что приводит к разупрочнению материала.

Влияние метода ИСТП при низком значении силы импульса на полученные значения микротвёрдости, главным образом сказывается на величину твердости в области ЗП. Видно, что добавления импульса повышает значения твёрдости, по сравнению с областью ЗП в образцах, полученные методом традиционной СТП. Это может указывать на то, что дополнительная деформация, вносимая импульсами, интенсифицирует выделение упрочняющих фаз, таких как зоны Гинье-Престона, которые могут повторно выделяться в термически упрочняемых алюминиевых

сплавах при комнатной температуре. Это также объясняет тот факт, что твердость в ЗП не достигает уровня ОМ, для структуры которого характерно наличие метастабильных фаз, таких как β'' - фазы, которые обеспечивают максимальное упрочнение сплава, но выделяются только в условиях искусственного старения.

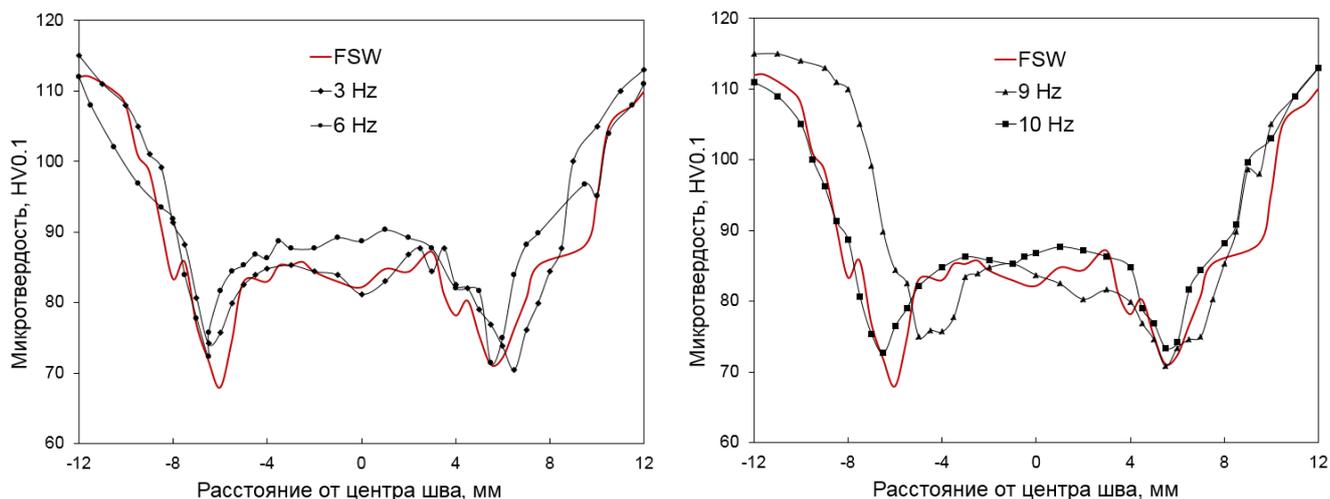


Рисунок 13 – Микротвердость ИСТП соединений (сила импульса - 2 кН)

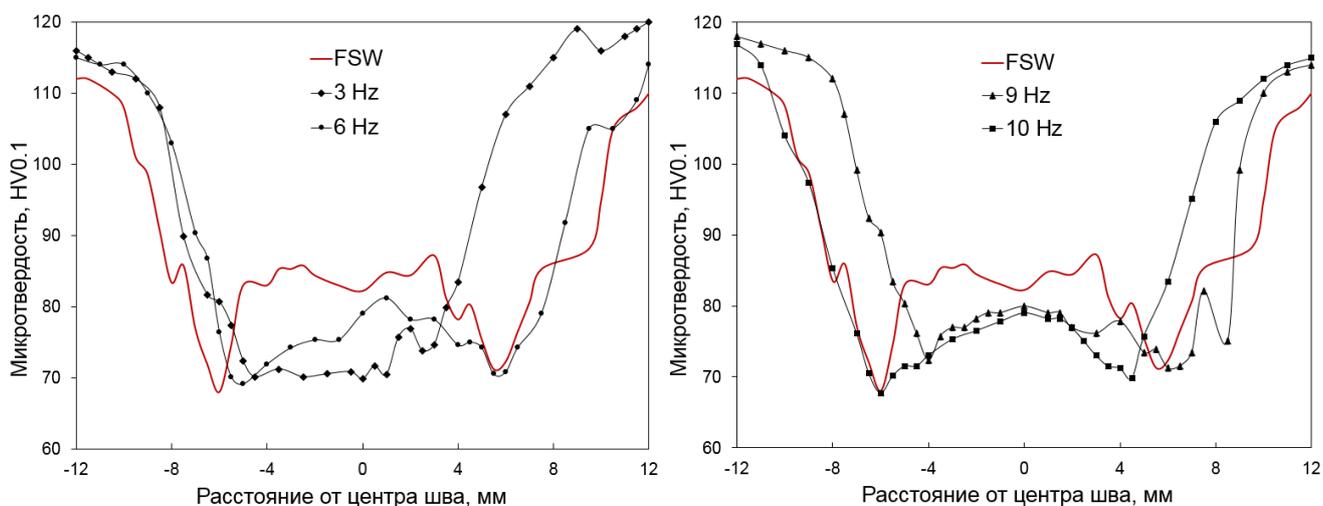


Рисунок 14 – Микротвердость ИСТП соединений (сила импульса - 4 кН)

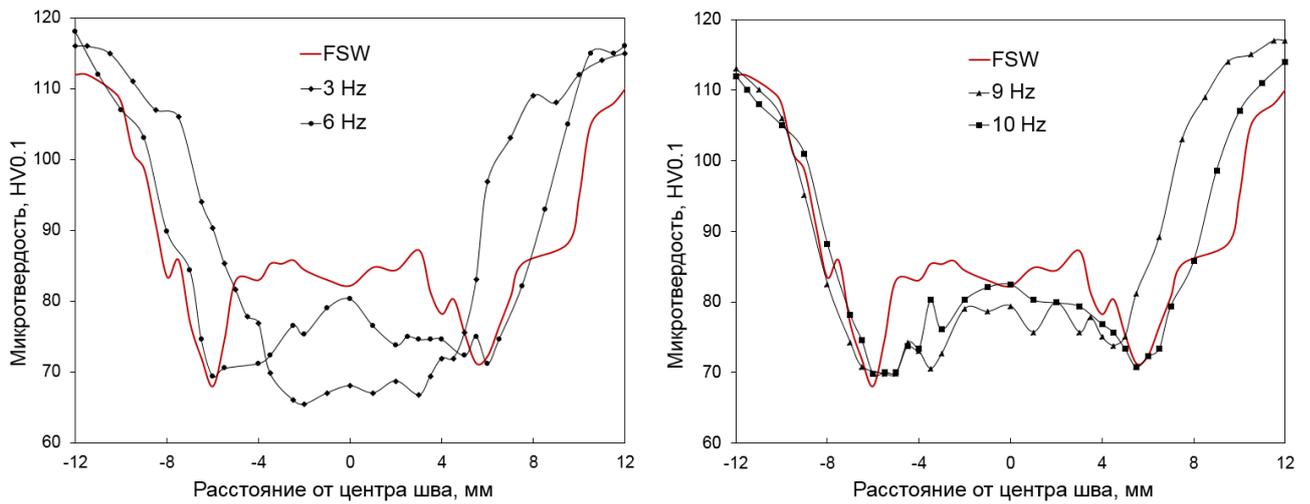


Рисунок 15 – Микротвердость ИСТП соединений (сила импульса - 6 кН)

Механические свойства сварных соединений

На рисунках 16 - 17 представлены результаты испытаний на растяжение сварных соединений, полученных методом СТП и ИСТП при 2 и 6 кН. По результатам испытаний можно сделать вывод, что импульсы оказывают положительное влияние на механические свойства только при низкой силе импульса (2 кН), при этом можно отметить особое влияние на относительное удлинение, которое выше при ИСТП при низких частотах импульса по сравнению с СТП соединением. При этом предел прочности и текучести остаются на уровне свойств традиционных СТП соединений.

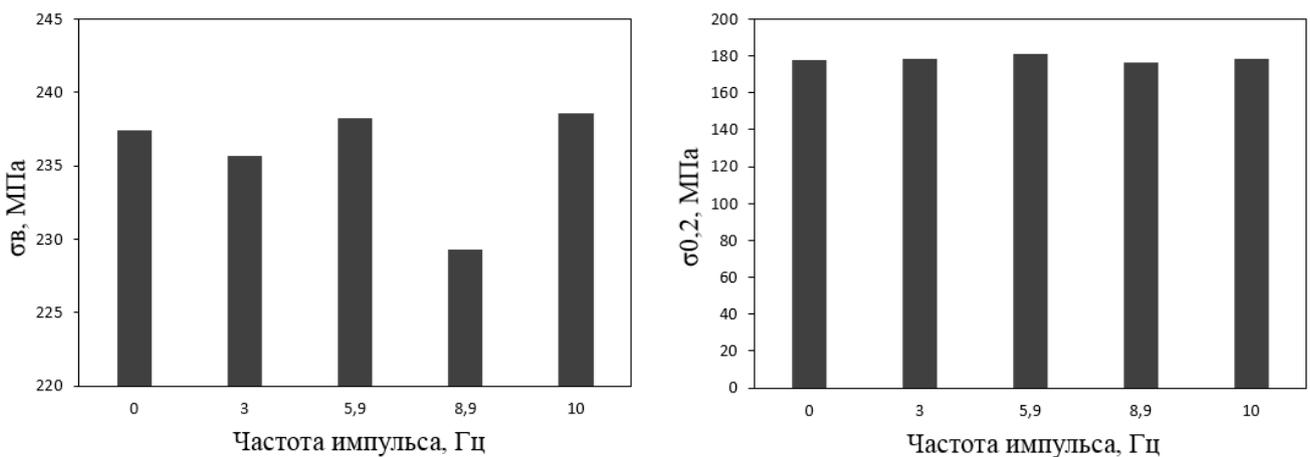




Рисунок 16 – Результаты испытания на растяжение ИСТП соединений
(сила импульса - 2 кН)

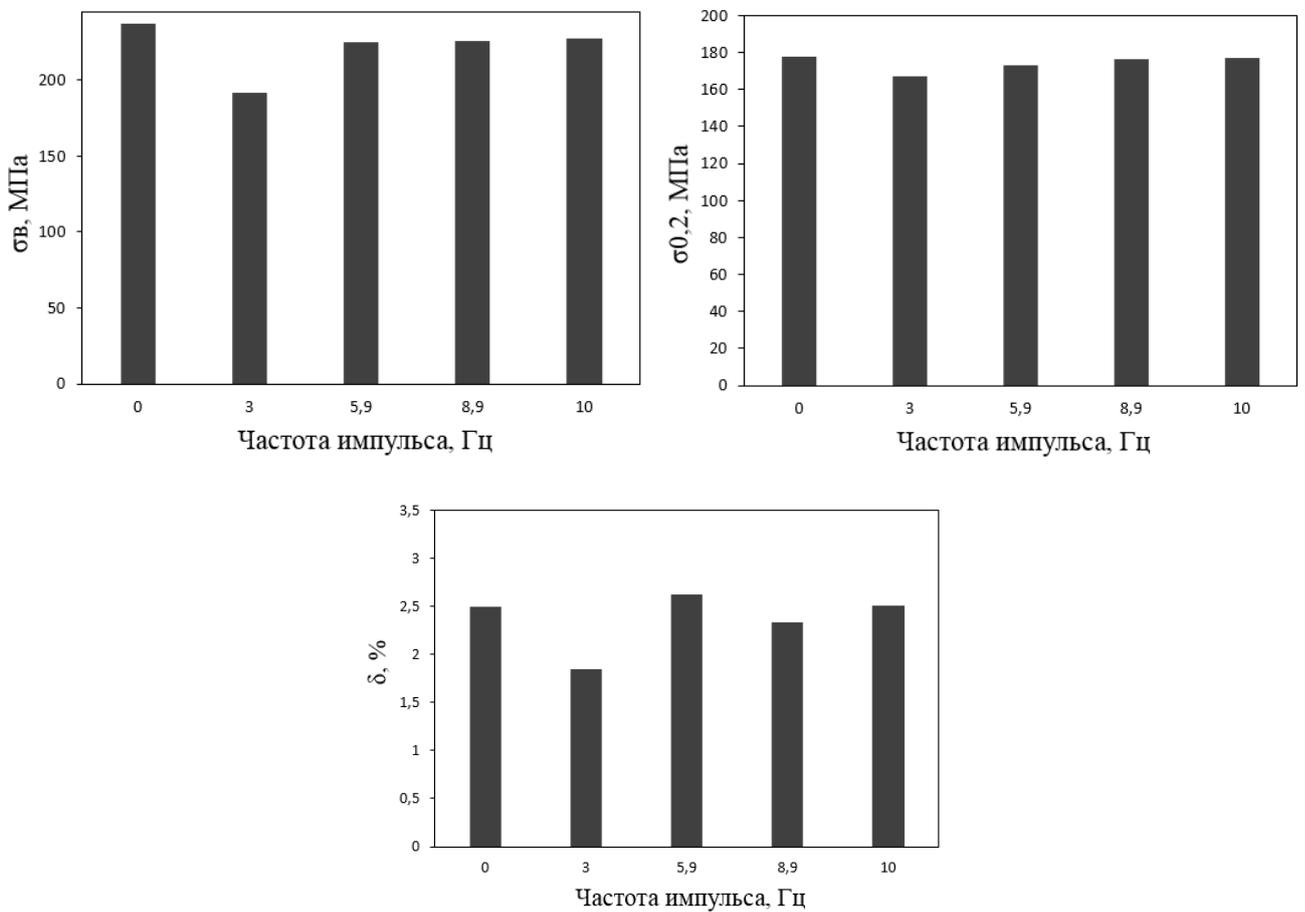


Рисунок 17 – Результаты испытания на растяжение ИСТП соединений
(сила импульса - 6 кН)

95% испытанных СТП и ИСТП образцов разрушились в ЗТМВ, где было зафиксировано минимальное значение микротвердости, Рис. 18. Место разрушения в ЗТМВ типично для термически упрочняемых сплавов, лишь 5% образцов разрушились в ЗП, когда влияние оксидного слоя велико. На Рис. 19 представлено изображение поверхности, демонстрирующей морфологию разрушения традиционного СТП соединения. При исследовании места разрушения СТП соединения был сделан вывод, что для данного образца характерно вязкое разрушение, так как поверхность состояла в основном из большого количества мелких ямок, указывающих преимущественно на вязкий вид излома. Образование ямок было инициировано частицами второй фазы по механизму роста пор под возрастающей нагрузкой испытания. В результате этого на поверхности разрушения частицы второй фазы расположены на дне ямок. Результаты рентгеноспектрального анализа подтвердили, что интерметаллидные частицы Al-Fe-Mn-Si выступали в качестве центров зарождения ямок. Более мелкие, равномерно распределенные частицы приводят к образованию равноосных ямок небольшого размера, в то время как крупные частицы размером до 5 мкм являются причиной прерывистого разрушения ямок и образованию граней, что является причиной снижения пластичности материала. Тем не менее, поверхность, состоящая из ямок, говорит о пластичном поведении материала до разрушения. Аналогичные поверхности разрушения характерны для ИСТП соединений.



Рисунок 18 – Место разрушения СТП и ИСТП соединений

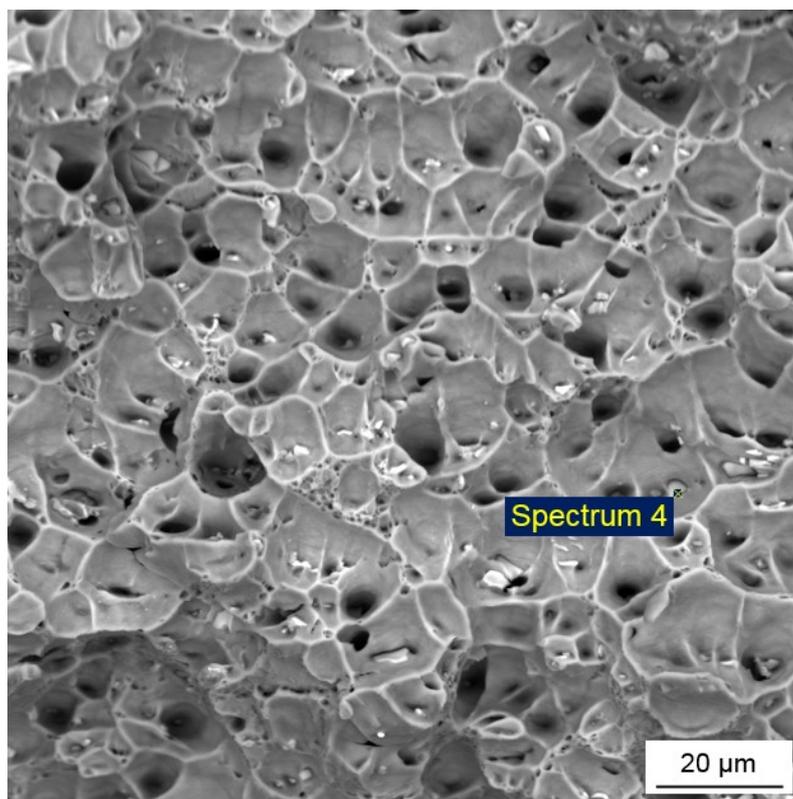


Рисунок 19 – Поверхность разрушения СТП соединения

Приняв во внимание тот факт, что в ЗП происходит более интенсивное дробление частиц интерметаллидной фазы, а также то, что данные частицы являются концентратором напряжений при растяжении образца, можно сказать, что более высокое относительное удлинение ИСТП образцов по сравнению с СТП соединения может быть связано с уменьшением размера интерметаллидных частиц, что приводит к повышению вязкости матрицы.

Эволюция упрочняющих фаз

Дифференциальная сканирующая калориметрия. Как было указано ранее, процесс распада пересыщенного твердого раствора в алюминиевых сплавах системы Al-Mg-Si по мере повышения температуры или времени выдержки соответствует следующей схеме:

$\alpha_{\text{пересыщ}}$ → зоны Гинье-Престона → β'' (игольчатая форма, когерентна) → β' (игольчатая форма, частично когерентна) → β (пластинчатая форма, не когерентна).

Максимальное упрочнение сплава достигается за счет выделения когерентной с матрицей фазы β'' . Благодаря методу компьютерного моделирования было определено, что в процессе СТП в ЗП достигается температура 520°C, в процессе ИСТП несколько выше – порядка 550°C. С учетом температуры растворения β'' , которая присутствует в структуре ОМ, можно заключить, что выделения этой фазы полностью растворяются в процессе СТП. Вопрос об их повторном выделении в процессе ИСТП /после ИСТП остается открытым. Для решения этой задачи были проведены исследования образцов, отобранных из ЗП сварных СТП и ИСТП соединений, при помощи метода дифференциальной сканирующей калориметрии.

На Рис. 20 представлена Кривая ДСК образца, взятого из ЗП традиционного СТП соединения. На данной кривой были зарегистрированы 4 пика:

1. Эндотермический пик (140-180°C) – соответствует растворению зон ГП
2. Экзотермический пик (230-280°C) – соответствует выделению β'' фазы
3. Экзотермический пик (280-340°C) – соответствует выделению β' фазы
4. Эндотермический пик (430-470°C) – соответствует растворению β' фазы

Анализ пиков позволяет сделать следующее предположение: растворение зон ГП после сварки говорит о том, что они произошли их выделение после процесса сварки при комнатной температуре. Анализируя профиль твердости, который был получен после 1 дня, 3 и 7 дней после сварки, их выделение произошло в течение 3 дней, так как по прошествии указанного периода не было зарегистрировано дальнейшее повышение твердости. Пик, соответствующий выделению β'' фазы свидетельствует о том, что ее повторного выделения после сварки не произошло. Причиной этому стало недостаточное количество времени при повышенной температуре, т.е. скорость охлаждения сварного шва при СТП достаточно высока.

Кривые ДСК образцов ИСТП соединений, полученных при разных параметрах импульса, содержат аналогичные пики примерно в тех же температурных интервалах, Рис. 21. При этом стоит отметить, что площадь под пиком 2, который соответствует выделению β'' фазы, гораздо меньше по сравнению с аналогичным пиком СТП соединения. Это свидетельствует о том, что в данном случае произошло

растворение меньшей доли β'' фазы, что подразумевает ее частичное выделение после ИСТП. Учитывая высокую чувствительность метода дифференциальной сканирующей калориметрии, были проведены исследования с применением просвечивающего электронного микроскопа.

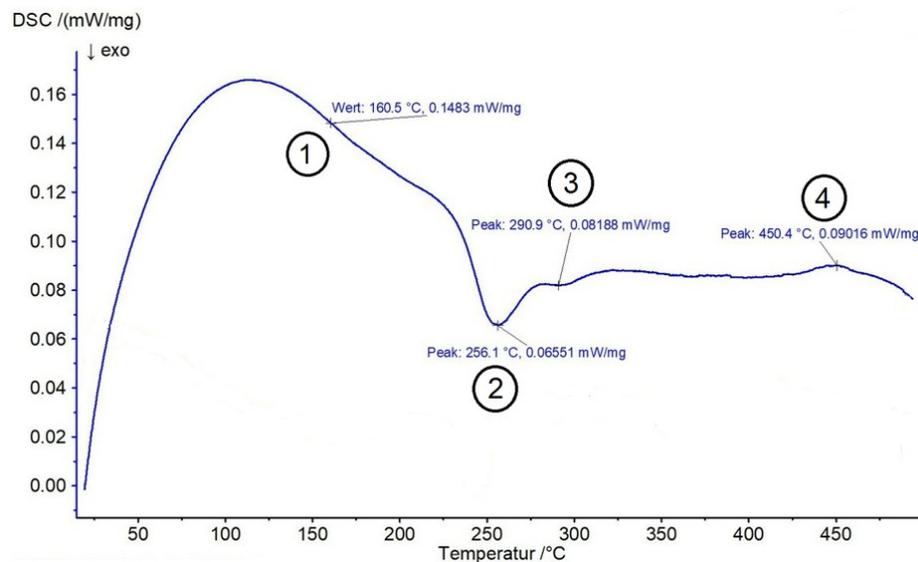


Рисунок 20 – Кривая ДСК образца из СТП соединения

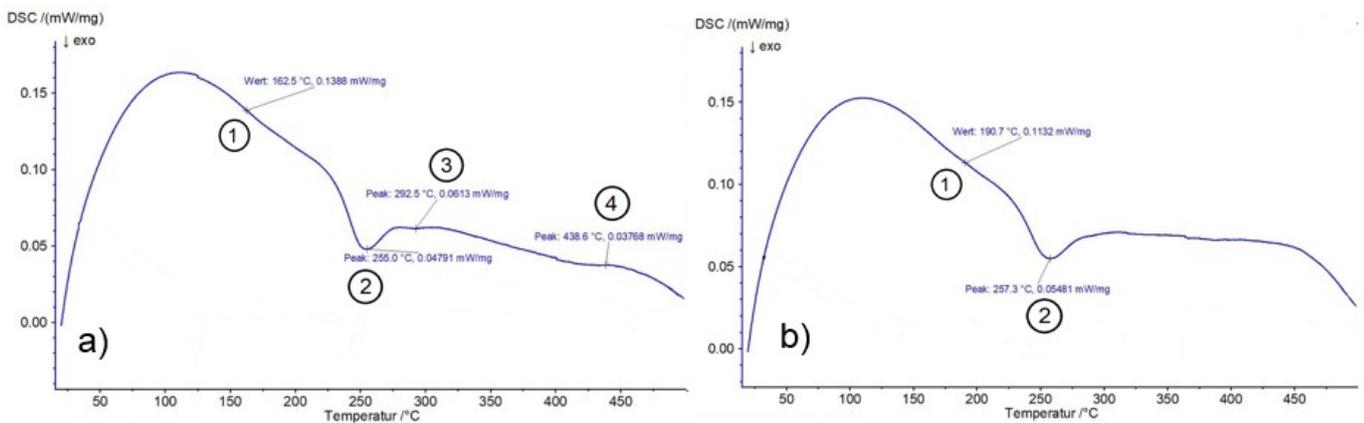


Рисунок 21 – Кривые ДСК образцов из ИСТП соединений: 2 кН, 3 Гц (слева); 2 кН, 10 Гц (справа)

Просвечивающая электронная микроскопия. На Рис. 22 и 23 представлены электронные изображения структуры в ЗП СТП и ИСТП соединения, соответственно.

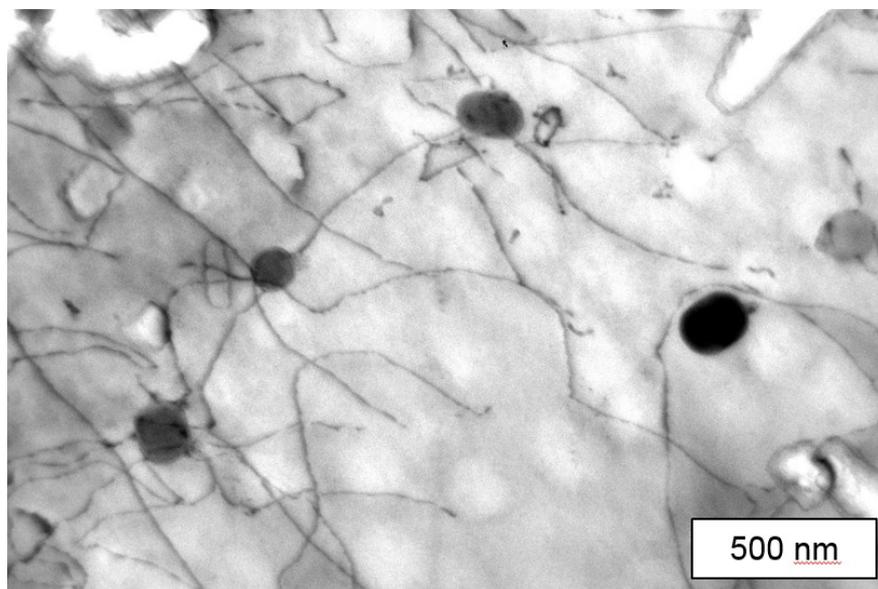


Рисунок 22 – ПЭМ изображение структуры в ЗП СТП соединения

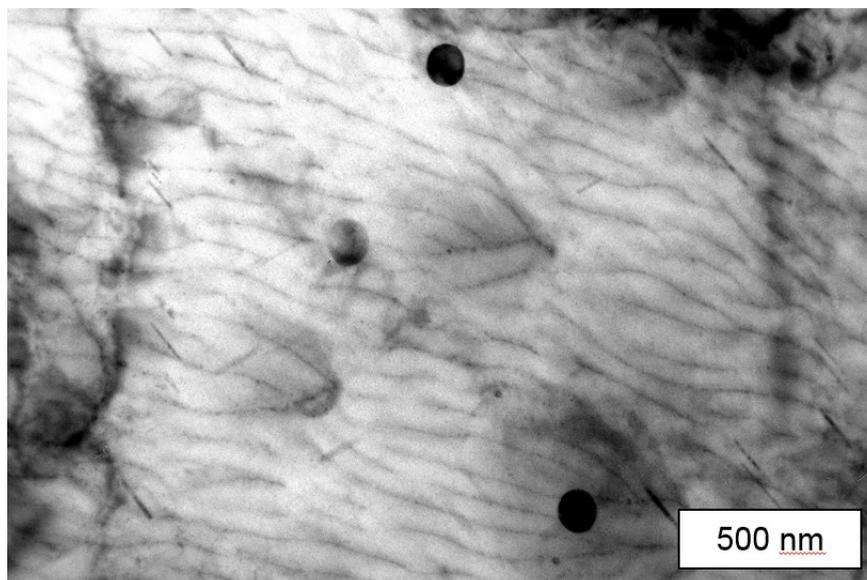


Рисунок 23 – ПЭМ изображение структуры в ЗП ИСТП соединения (2 кН, 10 Гц)

В структурах обоих швов присутствуют круглые выделения размером до 200 нм, которые являются предположительно дисперсными фазами состава Al-Mn-Si. Как известно, данные вторичные фазы не оказывают прямого действия на механические свойства матрицы, однако они могут служить местами зарождения

выделений упрочняющей фазы. Однако, на Рис. 22 отчетливо видно действие механизма Орована, выражающееся в том, что дисперсоидная частица является препятствием для движения дислокаций по механизму среза.

Главное же отличие между данными изображениями состоит в том, что в структуре ЗП после ИСТП присутствуют частицы β'' фазы (игольчатые выделения, расположившиеся в определенном направлении). Данный факт бесспорно свидетельствует о том, что в результате действия импульсов происходит повторное выделение упрочняющей β'' фазы. Таким образом, дополнительная пластическая деформация, вносимая импульсами, поддерживает процесс выделения упрочняющей фазы даже при комнатной температуре. Это объясняет более высокую твердость в ЗП ИСТП соединения по сравнению с традиционным СТП соединением.

Импульсная сварка трением с перемешивание

Эксперименты по ИСТП были выполнены на горизонтальной портальной пяти осевой установке с постоянным вертикальным усилием, изготовленной фирмой Mates, Германия. Ее отличительной особенностью по сравнению с установкой UNITECH является постоянное усилие, которое берется за основу колебаний импульсной силы, является средним усилием для импульсов, как представлено на Рис. 24. Точка ВП на синусоиде соответствует верхнему положению инструмента, а точка НП – нижнему.

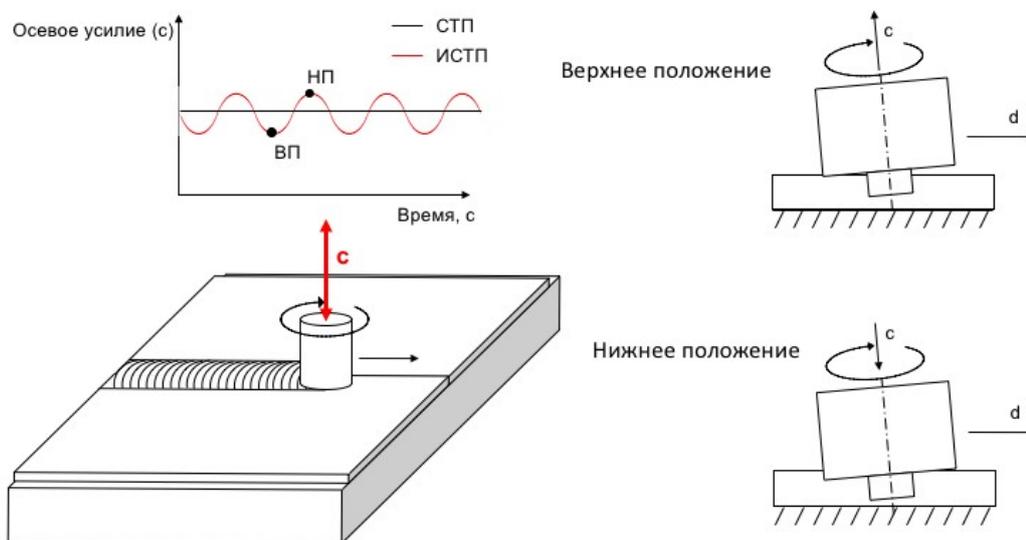


Рисунок 24 – Принципиальная схема ИСТП, реализуемая на установке Mates

ИСТП осуществлялась с использованием алюминиевых листов AA6082-T6 с теми же размерами, что и в первых испытаниях. Стыковые швы выполнялись с помощью инструмента, состоящего из гладкого заплечика диаметром 15 мм и гладкого цилиндрического наконечника диаметром 4 мм и длиной 1,85 мм. Угол наклона инструмента составлял 1,2°. Испытания проводились при постоянной скорости вращения 710 об/мин со скоростями сварки: 200 и 400 мм/мин. Постоянное усилие было установлено на уровне 6 кН, в то время как импульсная сила варьировалась в диапазоне от 2 до 6 кН. Параметры сварки представлены в Табл. 6.

Таблица 6 – Параметры ИСТП сплава AA6082, выполненной на установке Mates

Скорость вращения [об/мин]	Скорость сварки [мм/мин]	Частота импульса [Гц]	Сила импульса [кН]		
			0	2	6
710	200	0	Реф.	1	3
		2			
		6			
710	400	0	Реф.	5	7
		2			
		6			

Второй материал, выбранный для испытаний ИСТП, – термически упрочняемый алюминиевый сплав AA2024-T4 в листах толщиной 1.9 мм. Параметры сварки сплава AA2024 представлены в Табл. 7.

Таблица 7 – Параметры ИСТП сплава AA2024, выполненной на установке Mates

Скорость вращения [об/мин]	Скорость сварки [мм/мин]	Частота импульса [Гц]	Сила импульса [кН]		
			0	2	6
1000	300	0	Реф.	1	2
		2			
		6			

Микротвердость сварных соединений (сплав 6082-T6)

Результаты микротвердости сварных соединений, полученных на установке UNITECH показали, что при большой силе импульса (4 и 6 кН) тепловложение при ИСТП было недостаточно для получения качественного соединения. Твердость в зоне перемешивания ИСТП соединений была значительно ниже твердости в зоне перемешивания СТП соединений. На рисунках 25 - 28 представлены результаты измерения твердости соединений, полученных на установке Matec при разных скоростях сварки.

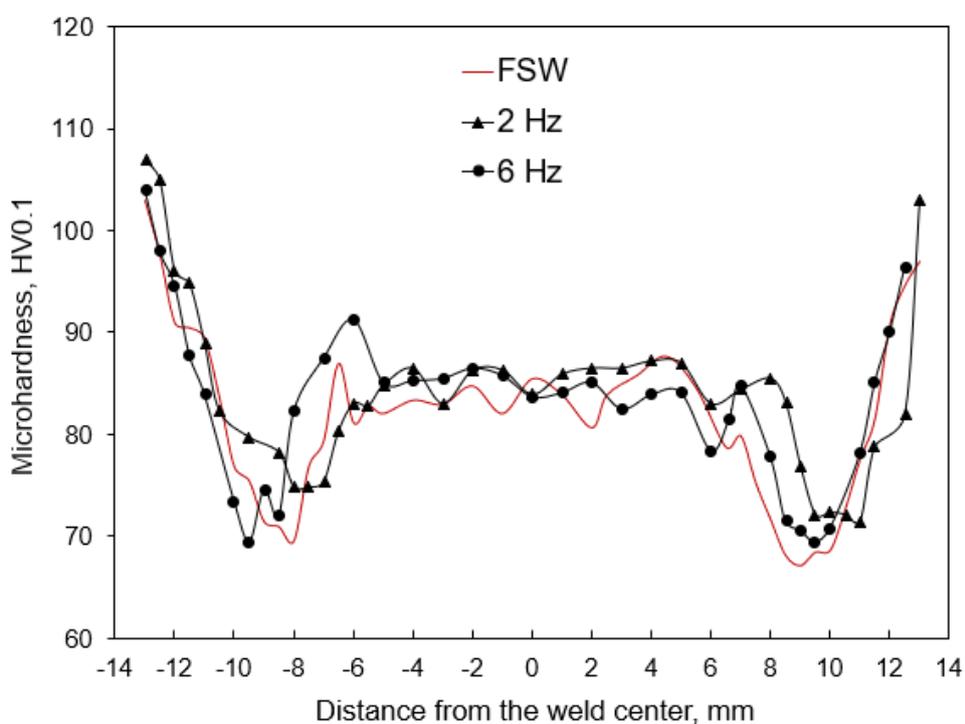


Рисунок 25 – Микротвердость ИСТП соединений (2 кН, 200 мм/мин)

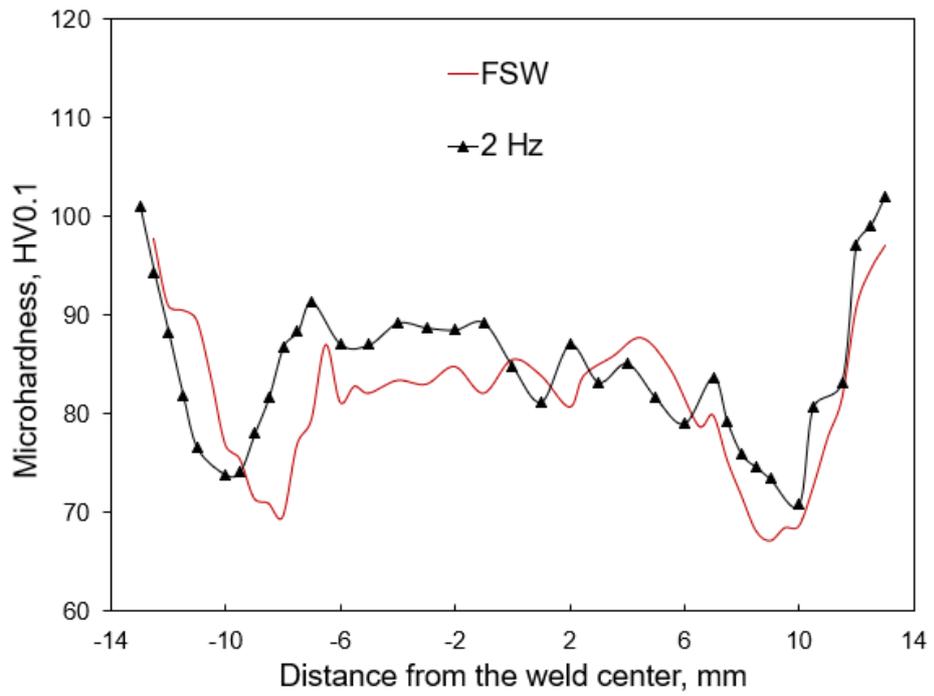


Рисунок 26 – Микротвердость ИСТП соединений (6 кН, 200 мм/мин)

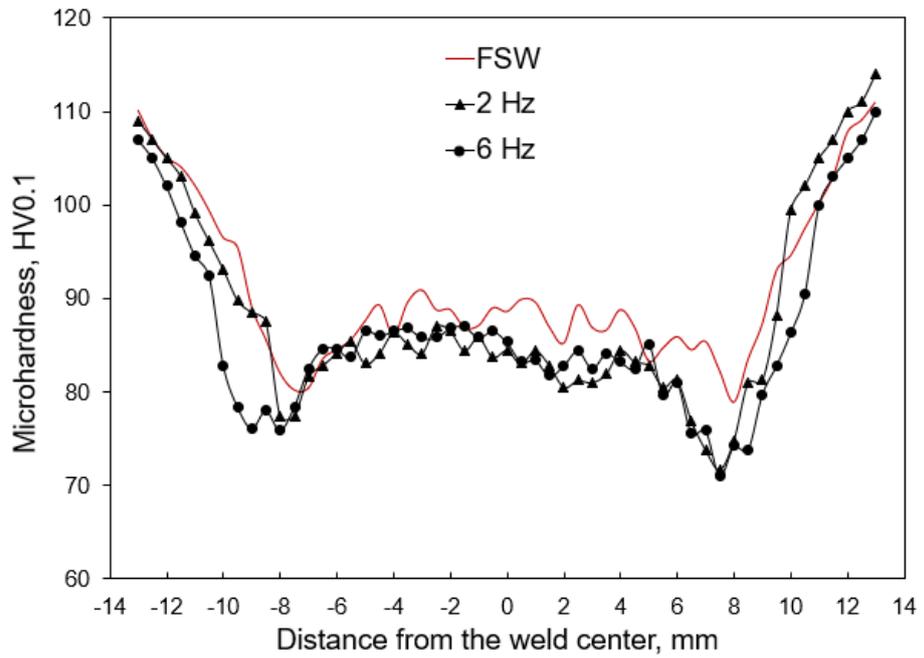


Рисунок 27 – Микротвердость ИСТП соединений (2 кН, 400 мм/мин)

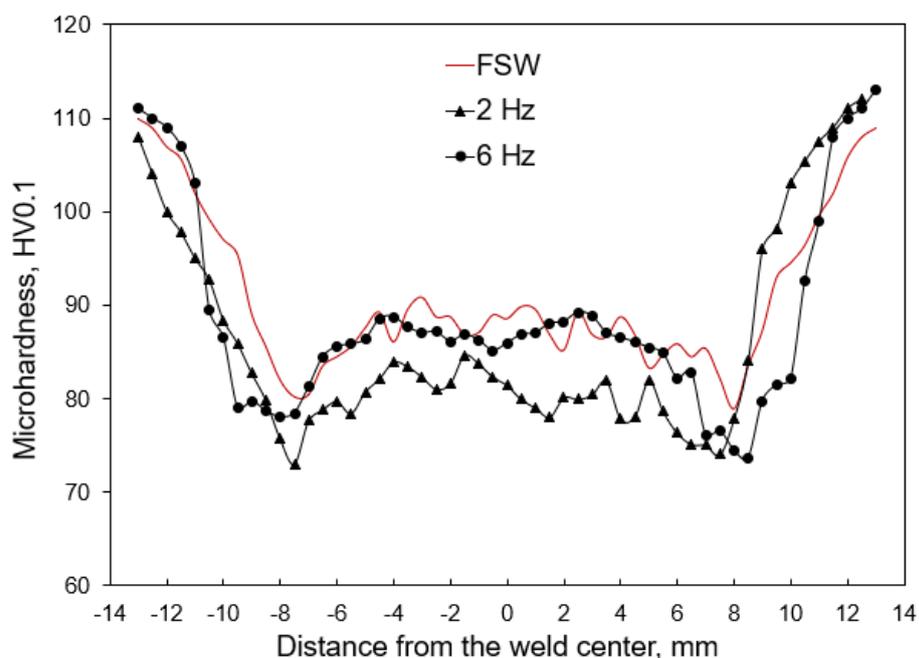


Рисунок 28 – Микротвердость ИСТП соединений (6 кН, 400 мм/мин)

Результаты измерения твердости вдоль сварного шва показали, что твердость ИСТП соединений сравнима с твердостью швов, полученных традиционной СТП. Это говорит о том, что тепловложение в обоих процессах было достаточно для получения бездефектных швов и соизмеримо для традиционной и импульсной СТП.

Профили твердости СТП и ИСТП соединений, полученных из сплава 2024-T4 при разных параметрах импульса, представлены на Рис. 29. Как видно из данных изображений, все профили твердости имеют стандартную для термически упрочняемых алюминиевых сплавов форму. Повышение твердости в ЗП по сравнению с уровнем ОМ, твердость которого равняется 145 HV, связана с измельчением зерна в результате процесса рекристаллизации. Однако стоит отметить, что отличительной особенностью ИСТП соединений является значительное повышение твердости в ЗТВ над уровнем как ЗП, так и ОМ. Данная тенденция наблюдается для всех соединений, причем чем ниже сила и частота импульса, тем значительнее выражено повышение твердости. Н-р, для соединения, сваренного при 2 кН и 2 Гц, твердость в ЗТВ достигла 163 HV, в то время как твердость в ЗП находилась на уровне 150 HV. Чтобы объяснить поведение течения твердости, необходимо провести анализ эволюции упрочняющих фаз в разных зонах сварных соединений.

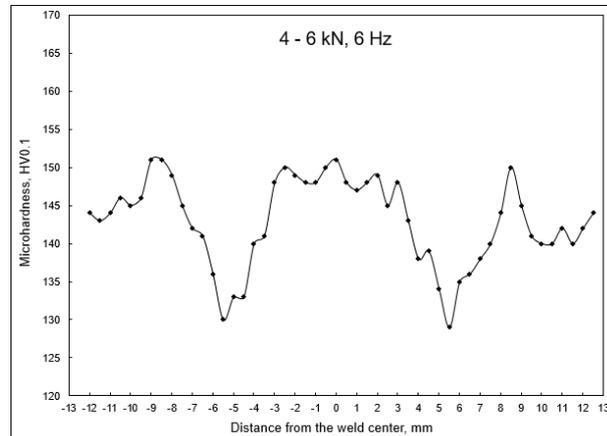
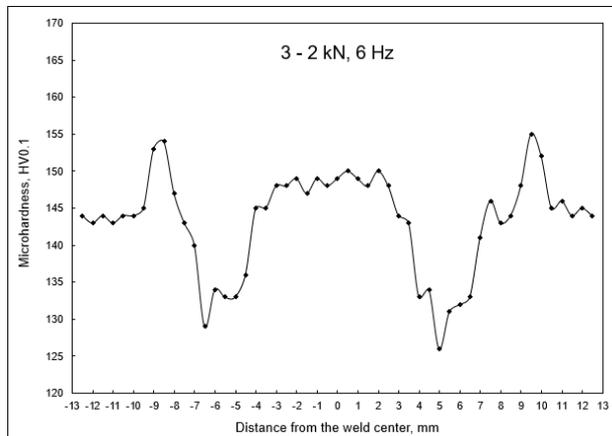
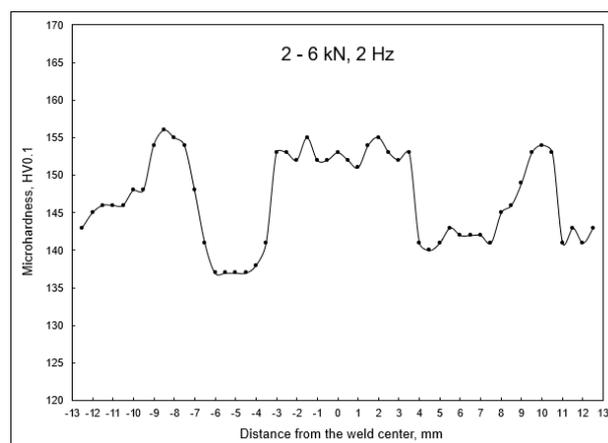
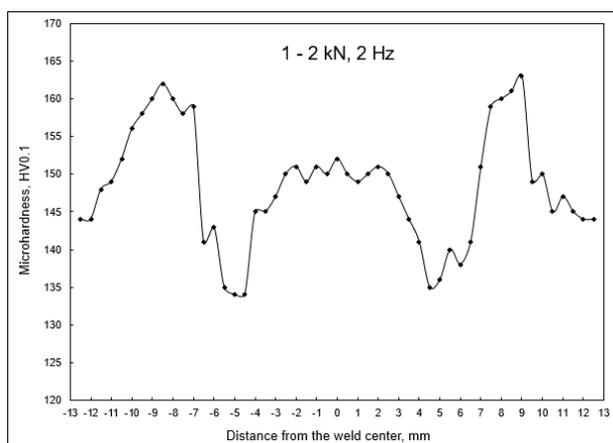
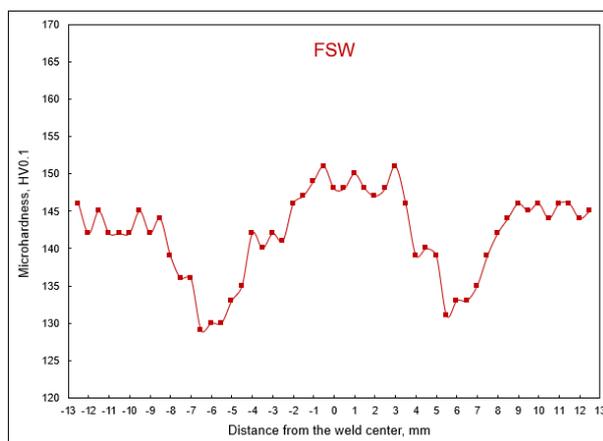


Рисунок 29 – Микротвердость СТП и ИСТП соединений сплава 2024-T4

Эволюция упрочняющих фаз в сплаве AA2024-T4 в процессе СТП

Для анализа наличия упрочняющих фаз и их идентификации были исследованы ЗП и ЗТВ двух соединений – безимпульсного и соединения, полученного при 6 кН и 6 Гц. На Рис. 30-33 изображены соответствующие электронные изображения.

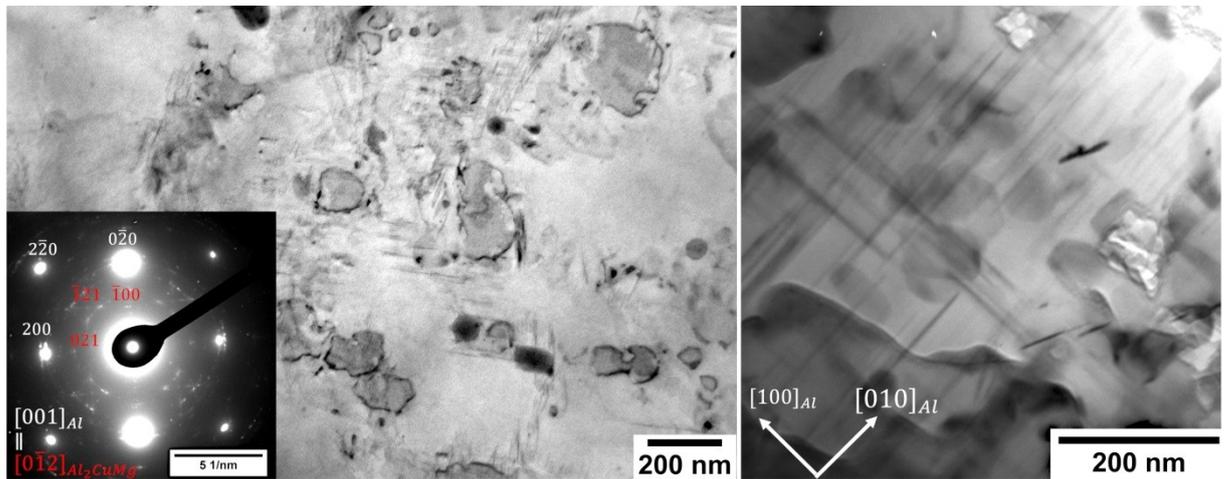


Рисунок 30 – Микроструктура в зоне перемешивания СТП соединения с соответствующим изображением электронной дифракции в светлом поле. Четко видимые диффузные полосы на дифрактограмме, указывающие на наличие ГП-зон. Наноразмерные частицы S-фазы (ширина в диапазоне 3-7 нм) в направлении [100]. ПЭМ, 150 кВ

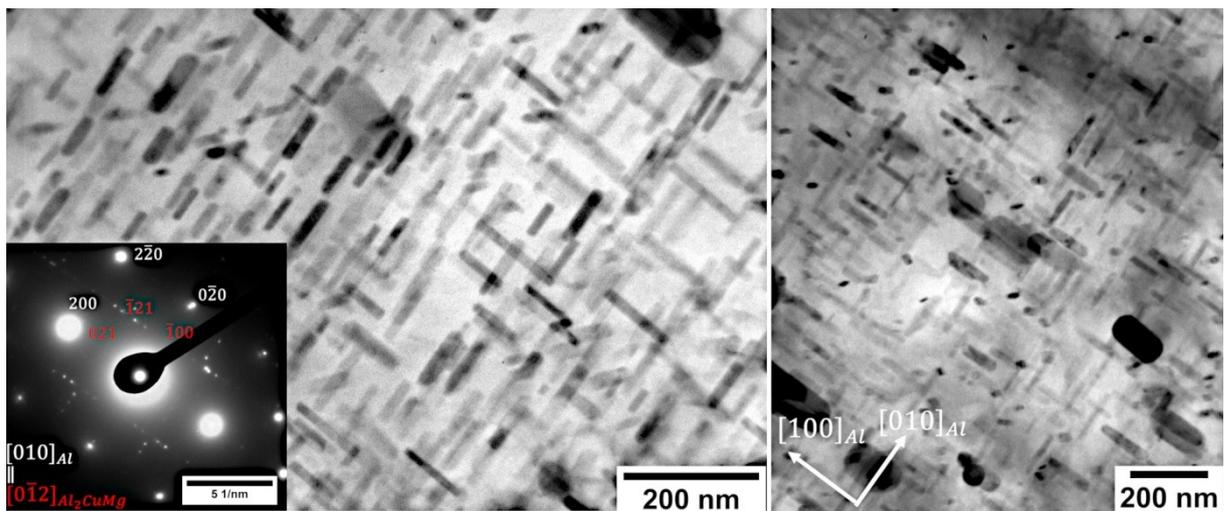


Рисунок 31 – Микроструктура в ЗТВ СТП соединения с соответствующим изображением электронной дифракции в светлом поле. Четко различимые выделения S'/S'' - фазы (Al_2CuMg) шириной 15-25 нм стержневой морфологии. Изображение в светлом поле выделений S'-фазы стержневого типа и выделений S-фазы круглого типа между случайно распределенными дисперсоидами в направлении [100]. ПЭМ, 150 кВ

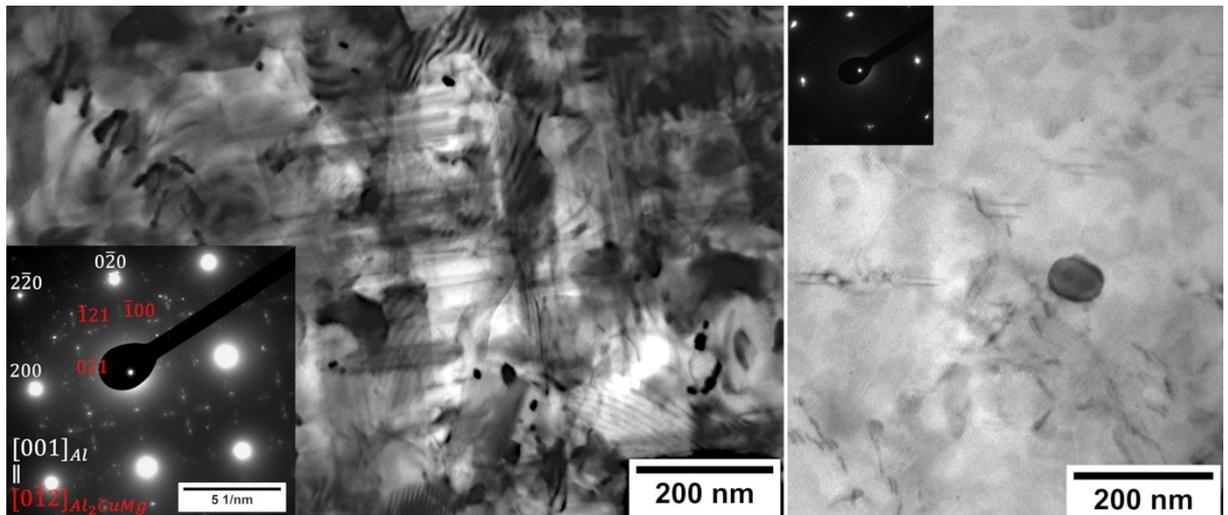


Рисунок 32 – Микроструктура в зоне перемешивания ИСТП соединения с соответствующим изображением электронной дифракции в светлом поле. Четко видимые диффузные полосы на дифрактограмме, указывающие на наличие ГП-зон. Видимые дислокации, поля напряжений и локально расположенные частицы нанометрового размера. ПЭМ, 150 кВ

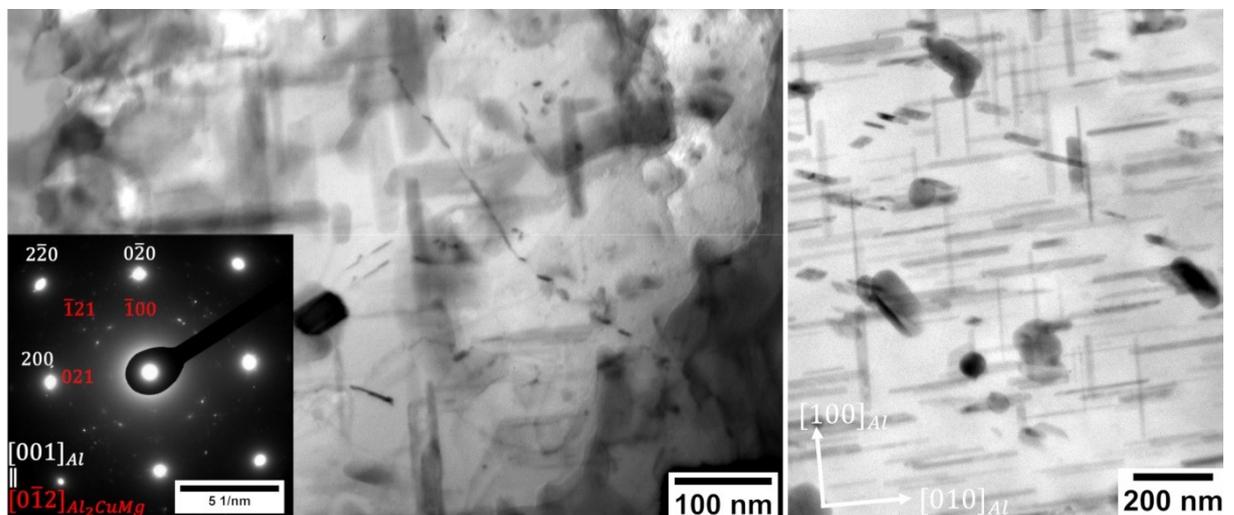


Рисунок 33 – Микроструктура в ЗТВ СТП соединения с соответствующим изображением электронной дифракции в светлом поле. Четко различимые выделения S'/S'' - фазы (Al_2CuMg) шириной 10-20 нм стержневой морфологии. Изображение в светлом поле выделений S'-фазы стержневого типа и выделений S-фазы круглого типа между случайно распределенными дисперсоидами в направлении [010]. ПЭМ, 150 кВ

Основной упрочняющей фазой сплава 2024-T4 является S – фаза, имеющая химический состав Al_2CuMg . Однако для сплава в состоянии T4 (естественное старение) таковой фазой являются зоны Гинье-Престона. Изображения в ЗП соединений, полученных с импульсом и без него, объединяет наличие зон Гинье-Престона, что свидетельствует от том, что после сварки в ЗП произошло повторное выделение этих зон в результате естественного старения. Как было сказано выше, повышение твердости в ЗП связано с измельчением зерна в результате протекания процесса рекристаллизации в соответствии с правилом Холла-Петча.

Для ЗТВ характерно укрупнение S – фазы в результате перестаривания сплава под действием повышенной температуры. На электронных изображениях S'-фаза, не полностью когерентная с матрицей, различима в виде стержней длиной до 25 нм. При сравнении изображений в ЗТВ СТП и ИСТП соединений (Рис. 31 и 33) можно отметить, что S'-фаза в СТП соединении имеет более крупный размер и объемную долю по сравнению с ИСТП соединением, что говорит о более полном протекании процесса перестаривания. Причины такой эволюции упрочняющих фаз и влияние импульса на данную трансформацию на данный момент не ясны.

Заключение

Исследования в области сварки трением с перемешиванием (СТП) преодолели множество трудностей и достигли значительного прогресса в обработке данным способом алюминиевых сплавов, упрочняемых термической обработкой. Однако проблема снижения твердости в зоне термического влияния является нерешенной проблемой по сей день. Импульсная сварка трением с перемешиванием (ИСТП) как модифицированный СТП метод обладает большим потенциалом для улучшения свойств свариваемых соединений из термически упрочняемых алюминиевых сплавов. В данной работе было исследовано влияние импульсов на структуру, в частности на трансформацию упрочняющих фаз в процессе сварки, а также механические характеристики получаемых соединений. По результатам работы были сделаны следующие выводы:

- (1) Под действием импульсов происходит более интенсивное

- перемешивание оксидного слоя в зоне перемешивания сварных швов
- (2) Под действием импульса высокой силы и низкой частоты происходит измельчение размера зерна по сравнению со структурой традиционного СТП соединения
 - (3) В процессе ИСТП происходит дробление частиц интерметаллидной фазы, что повышает вязкость матрицы
 - (4) Применение импульса в процессе СТП повышает значения твёрдости в зоне перемешивания по сравнению с традиционной СТП
 - (5) Импульсы низкой силы повышают относительное удлинение ИСТП соединений по сравнению с традиционной СТП, не ухудшая при этом прочностных характеристик
 - (6) Дополнительная пластическая деформация, вносимая импульсами, способствует процессу повторного выделения упрочняющей фазы в зоне перемешивания после сварки

Исследование процесса ИСТП будет проведено с использованием термически упрочняемого сплава системы Al-Cu-Mg. Предварительные испытания показали положительное влияние импульсов на механические свойства соединений. Для дальнейшего улучшения свойств сварных СТП соединений также будут проведены исследования процесса высокоскоростной СТП.

Список работ, опубликованных по теме научно-квалификационной работы (диссертации)

Публикации в изданиях, рецензируемых ВАК

Microstructure and Mechanical Properties of Welds of Al – Mg – Si Alloys After Different Modes of Impulse Friction Stir Welding, Kondrat'ev, S.Y., Morozova, Y.N., Golubev, Y.A., Naumov, A.A., Mikhailov, V.G., Metal Science and Heat Treatment, 2018, 59(11-12), с. 697-70

Публикации в других изданиях

Metallurgical and Mechanical Characterization of High-Speed Friction Stir Welded AA 6082-T6 Aluminum Alloy, Naumov, A., Morozova, I., Rylkov, E., Obrosof, A., Isupov, F., Michailov, V., and Rudskoy, A., Materials, 2019, 12, с. 1-16.

Numerical simulation and experimental investigation on impulse friction stir welding of 6082-T6 aluminum alloy, Golubev, I., Morozova, I., Naumov, A., Doynov, N., Michailov, V., Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2017, MS and T 2017, 2017, с. 987-994.

Temperature Influence on Microstructure and Properties Evolution of Friction Stir Welded Al-Mg-Si Alloy, Naumov, A., Morozova, I., Isupov, F., Golubev, I., Michailov, V., Key Engineering Materials, 2019, 822, с. 122-128.

Effect of the temperature of friction stir welding on the microstructure and mechanical properties of welded joints of an Al – Cu – Mg alloy, Metal Science and Heat Treatment, 2019, 60(11 – 12), с. 695-700.

Development of methodology to determine the temperature influence on microstructure evolution during friction stir welding, Naumov, Anton A., Isupov, Fedor Yu., Golubev, Iurii A., Morozova, Iuliia N., Spree, C., Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2018, MS and T 2018, 2018, с. 795-802.

Аспирант Морозова Юлия Николаевна

