

УДК 669.018.8

З. Май Суан<sup>1</sup>, [А.И. Гневко<sup>1</sup>], Ю.А. Пучков<sup>1</sup>**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ КРИОГЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА ОСТАТОЧНЫЕ НАПРЯЖЕНИЯ И СВОЙСТВА АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА Д16**

DOI: 10.18577/2071-9140-2020-0-2-25-31

Приведены результаты исследования влияния термической обработки деформируемого алюминиевого сплава Д16, включающей закалку в воде, восходящую закалку (охлаждение закаленного сплава в жидком азоте, выдержку и нагрев в горячем минеральном масле), а также естественное или искусственное старение, на твердость и коррозионные свойства сплава Д16. Методом сверления отверстий определено влияние режимов этой термической обработки на остаточные напряжения. Методом акустической эмиссии исследовано локальное разрушение поверхностной зоны металла при анодной поляризации. Даны рекомендации о применении восходящей закалки для снижения остаточных напряжений и коробления изделий из термически упрочняемого алюминиевого сплава Д16.

**Ключевые слова:** термическая обработка, криогенная обработка, восходящая закалка, алюминиевые сплавы, сплав Д16, остаточные напряжения, коробление, механические и коррозионные свойства.

D. Mai Xuan<sup>1</sup>, [A.I. Gnevko<sup>1</sup>], Yu.A. Puchkov<sup>1</sup>**STUDY OF CRYOGENIC TREATMENT INFLUENCE ON RESIDUAL STRESSES AND PROPERTIES OF D16 ALUMINIUM ALLOY**

The paper presents the results of heat treatment of wrought D16 aluminium alloy including the influence of quenching in water, uphill quenching (cooling in the liquid nitrogen, holding and heating in hot mineral oil) and natural or artificial aging on hardness and corrosion properties of the D16 alloy. The hole-drilling strain-gage method was used to study the effect of heat treatment on the residual stresses hardness and corrosion properties. The acoustic emission method was used to study local corrosion during the anodic polarization. The recommendations concerning the usage of the uphill quenching for reducing the residual stresses and buckling of alloy D16 are given.

**Keywords:** heat treatment, cryogenic treatment, uphill quenching, aluminum alloys, alloy D16, residual stresses, buckling, mechanical and corrosion properties.

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет) [Bauman Moscow State Technical University (National Research University of Technology)]; e-mail: bauman@bmstu.ru

**Введение**

Благодаря низкой плотности, высоким механическим и технологическим свойствам алюминиевые сплавы занимают важное место среди конструкционных материалов, применяемых в авиастроении и других областях техники [1, 2]. Термическая обработка (закалка и старение), а также термомеханическая обработка [3] значительно повышают конструкционную прочность термически упрочняемых алюминиевых сплавов, однако эти процессы сопровождаются появлением нежелательных напряжений как во время обработки, так и после нее. Напряжения приводят к упругой и пластической деформации, короблению, уве-

личению припусков и объема механической обработки, снижению точности обработки и стабильности размеров обрабатываемых изделий, а также снижают их прочность, надежность и долговечность [4–6]. Для того чтобы обеспечить выполнение множества этих требований, выбирают охлаждающие закалочные среды и их температуру [7]. Хороших результатов при этом добиваются, применяя теорию закалочного фактора, для реализации которой необходимо определение режимов охлаждения в различных точках изделия (например, применяя программный комплекс ANSYS), наличие диаграммы изотермического распада обрабатываемого сплава

и специального программного обеспечения [8–12]. Дальнейшим этапом в совершенствовании технологии упрочнения алюминиевых сплавов является еще недостаточно изученная технология, включающая восходящую закалку [13–16]. По этой технологии детали после закалки в воде охлаждают до низких температур (например, погружением в жидкий азот), а затем быстро нагревают в кипящей воде, высокоскоростном паре или горячем масле. Показано [14], что остаточные напряжения, возникающие при обработке этим методом, могут быть уменьшены на 90%, по сравнению с обычной термической обработкой. При этой обработке происходит снижение остаточных напряжений и коробления, так как при восходящей закалке направление напряжений и деформации противоположно направлению напряжений и деформации, возникающим при предшествующей ей закалке в воде. При этом восходящая закалка является разновидностью поверхностного упрочнения, позволяющего повысить конструкционную прочность изделия. Такая закалка может применяться для труб [17] и ряда высокоточных фасонных крупногабаритных изделий – например, вафельных конструкций, платформ инерционных систем позиционирования, крупногабаритных зеркал телескопов [4] и т. д.

Цель данной работы – исследование влияния восходящей закалки на остаточные напряжения, твердость и коррозионные свойства сплава Д16 после естественного и искусственного старения. Для этого применяли вырезанные перпендикулярно оси пресованных прутков кольцевые образцы с внешним диаметром 60 мм, внутренним диаметром 40 мм и толщиной 10 мм.

Химический состав (содержание элементов) образцов из сплава Д16, определенный на атомно-эмиссионном спектрометре с лазерным возбуждением «ЛАЭС», следующий, % (по массе):

	Al	Cu	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Cr	Ti
Основа	4,35	1,50	0,60	0,50	0,50	0,10	0,16	0,07	

Термическую обработку проводили в шахтных печах. Последовательность и режимы термической обработки приведены в табл. 1 и на рис. 1.

Для поддержания температуры в солевой и масляной ваннах использовали аттестованные хромель-копелевые термопары и микропроцессорный измеритель-регулятор температуры 2ТРМ1-Щ2.У.РР. В качестве рабочей среды солевой ванны использовали смесь солей: 55% NaNO<sub>3</sub>+45% NaNO<sub>2</sub>, масляной ванны – Термойл 26. Температура масла (175 °С) выбрана близкой к рекомендуемой температуре старения сплава Д16 с учетом возможностей используемого масла. Для выравнивания температуры внутри ванн их содержимое тщательно перемешивали. Образцы, обработанные по режимам 1 и 3 подвергали искусственному старению в камерной печи BINDER ED-23, по режимам 2 и 4 – естественному старению.

Определение остаточных напряжений в образцах выполняли методом сверления по стандарту ASTM E837-08 [5–7], используя тензодатчики типа В (рис. 2). Сверление перпендикулярно внешней цилиндрической поверхности на глубину 2 мм выполняли конической торцевой пальчиковой фрезой диаметром 1,8 мм (рис. 2). Мостовая схема, используемая при определении остаточных напряжений, приведена на рис. 3. Остаточные максимальное и минимальное напряжения  $\sigma_{max}$  и  $\sigma_{min}$  рассчитывали, используя следующее уравнение:

$$\sigma_{max}, \sigma_{min} = \frac{E}{2(1-\mu^2)} [(1+\mu)(\epsilon_a + \epsilon_c) \pm (1-\mu)\sqrt{2\{(\epsilon_a - \epsilon_b)^2 + (\epsilon_b - \epsilon_c)^2\}}],$$

где  $\epsilon_a, \epsilon_b, \epsilon_c$  – измеренные деформации в направлениях  $a, b$  и  $c$ ;  $\mu$  – коэффициент Пуассона;  $E$  – модуль упругости.

Микротвердость сплавов измеряли на твердомере EMCO-TEST Durascan 20 по

Таблица 1

Режимы термической обработки образцов из сплава Д16

Условный номер режима термической обработки	Стадия режима термической обработки		
	закалка	восходящая закалка	старение
1	Нагрев в солевой ванне до 495±2 °С и выдержка 20 мин с последующим охлаждением и выдержкой 5 мин в воде с температурой 40±1 °С	Охлаждение и выдержка 5 мин в жидком азоте до -196 °С, нагрев с этой температуры и выдержка 5 мин в масле при 175±2 °С	При 190±1 °С продолжительностью 12 ч
2			При 20±2 °С продолжительностью 100 ч
3		Не проводили	При 190±1 °С продолжительностью 12 ч
4			При 20±1 °С продолжительностью 100 ч

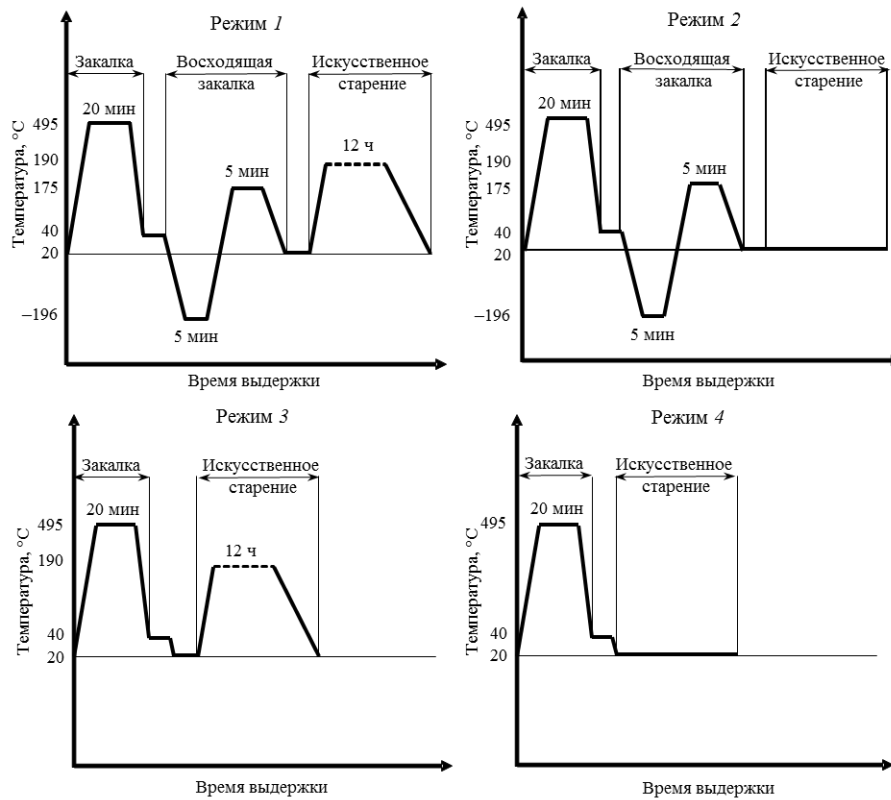


Рис. 1. Схемы термообработки образцов из сплава Д16 по режимам 1–4 (см. табл. 1)

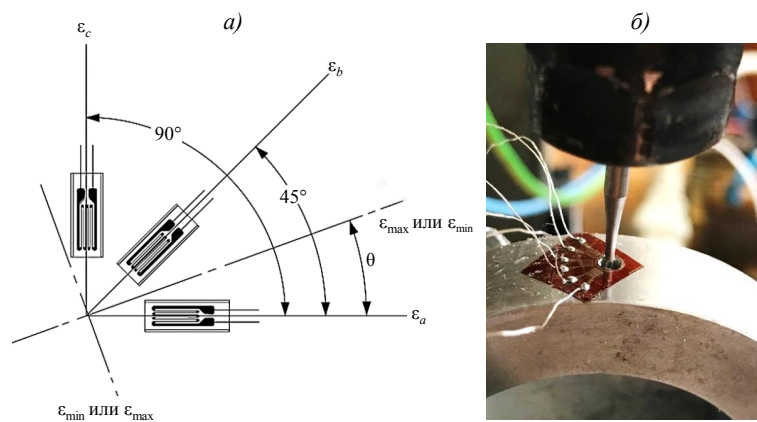


Рис. 2. Схема тензодатчика типа В (а) и образец с наклеенным тензодатчиком в процессе сверления (б)

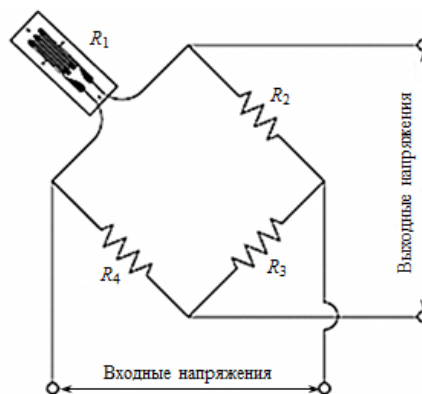


Рис. 3. Мостовая схема для определения остаточных напряжений

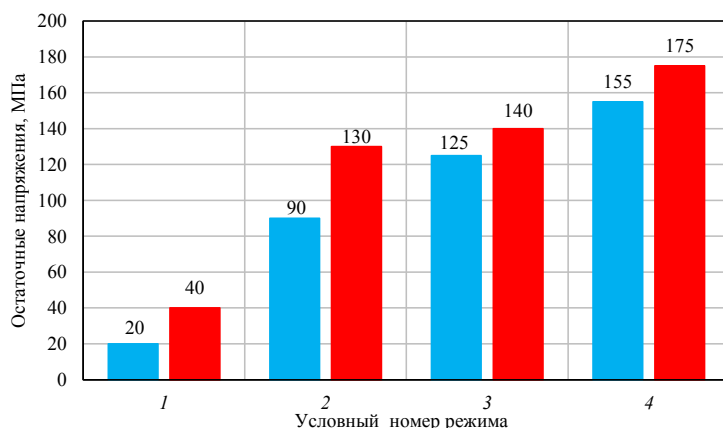


Рис. 4. Минимальные (■) и максимальные (■) остаточные напряжения в кольцевых образцах, термообработанных по режимам, приведенным в табл. 1

методу Виккерса с нагрузкой 100 г и выдержкой 10 с в соответствии с ГОСТ Р ИСО 6507-1–2007.

Исследование процессов коррозии выполняли с использованием потенциостата IPC-ProMF и анализатора частотного отклика FRA-2. Для проведения потенциодинамических коррозионных исследований использована электрохимическая ячейка с хлорсеребряным электродом (х.с.э) сравнения и вспомогательным платиновым электродом. Исследования выполнены в подкисленном соляной кислотой 3%-ном водном растворе NaCl с pH=3,5. После формирования на поверхности образца стабильного потенциала коррозии снимали катодную и анодную поляризационные кривые со скоростью развертки потенциала 1 мВ/с. Значения потенциалов пересчитаны по отношению к стандартному водородному электроду по соотношению  $E_{с.в.э} = E_{х.с.э} + 0,222$  В. Для определения поляризационного сопротивления  $R_p$  использовали стандарт ASTM G102, а статистическую обработку результатов проводили для 20 точек поляризационной диаграммы, отличающихся на 10–20 мВ от потенциала коррозии [8]. Для расчета плотности коррозионного тока использовали уравнение Тафеля.

Исследование коррозии сплава при его поляризации также выполнено методом акустической эмиссии с использованием двухканального переносного прибора ПОИСК-2М, в котором импульсы акустической эмиссии, возникающие на поверхности корродирующего материала, воздействуют на пьезоэлектрический виброизмерительный преобразователь. Измерения проводили при частотном диапазоне, равном 1, коэффициенте усиления  $K_y=50$  и уровне дискриминации, равном 3. Работоспособность прибора проверяли источником, имитирующим сигналы акустической эмиссии (имитатор Су–Нильсена).

### Результаты и обсуждение

На рис. 4 приведены результаты определения методом сверления остаточных напряжений. Термическая обработка, включающая охлаждение образцов в жидком азоте с последующим нагревом в минеральном масле до температуры 180 °С, уменьшает максимальные остаточные напряжения в образцах после искусственного старения – со 140 до 40 МПа, т. е. на 71%, а после естественного старения – со 175 до 130 МПа, т. е. на 26%. Причиной снижения остаточных напряжений при нагреве с температуры жидкого азота -196 °С до температуры нагретого до 180 °С масла является появление градиента температур и развитие пластической деформации.

На рис. 5 и в табл. 2 приведены результаты измерения микротвердости, изменяющейся по параболическому закону, на боковой поверхности кольцевого образца. Максимальная твердость наблюдается вблизи внешней и внутренней цилиндрических поверхностей кольца, минимальная – в центре боковой поверхности. Указанное распределение твердости после старения, вероятно, связано с пластической деформацией и увеличением при восходящей закалке плотности дислокаций, которые служат центрами образования мелкодисперсных упрочняющих выделений при старении.

На рис. 6, а приведены результаты коррозионных исследований потенциодинамическим методом. Скорость общей коррозии в данной среде определяется скоростью катодного процесса  $O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$ , протекающего медленнее анодного процесса ионизации металла  $Me \rightarrow Me^{n+} + ne^-$ . Такой вывод можно сделать, анализируя данные расчета, приведенные в табл. 3, где показано, что поляризационные сопротивления катодных

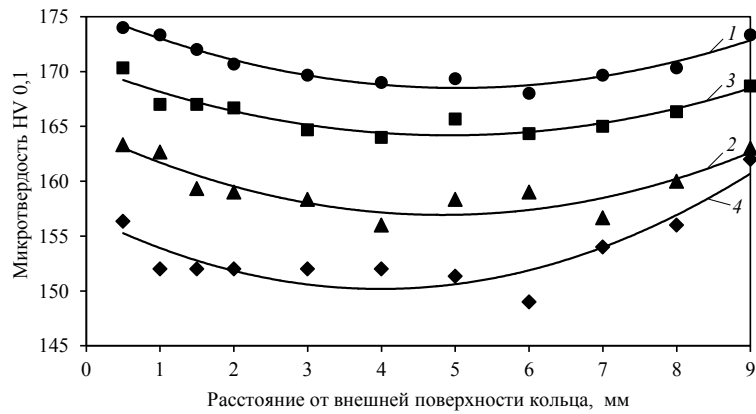


Рис. 5. Изменение микротвердости на боковой поверхности кольцевых образцов, термообработанных по режимам 1–4, приведенным в табл. 1

Таблица 2

**Зависимость микротвердости HV 0,1 от расстояния (x) до внешней поверхности кольца**

Условный номер термической обработки	Параболический закон для определения микротвердости HV 0,1	R <sup>2</sup>
1	$HV_{0,1} = 0,2767x^2 - 2,7873x + 175,53$	0,9456
2	$HV_{0,1} = 0,2582x^2 - 2,5406x + 170,44$	0,8514
3	$HV_{0,1} = 0,3266x^2 - 3,1507x + 164,53$	0,7989
4	$HV_{0,1} = 0,4186x^2 - 3,3372x + 156,83$	0,8206

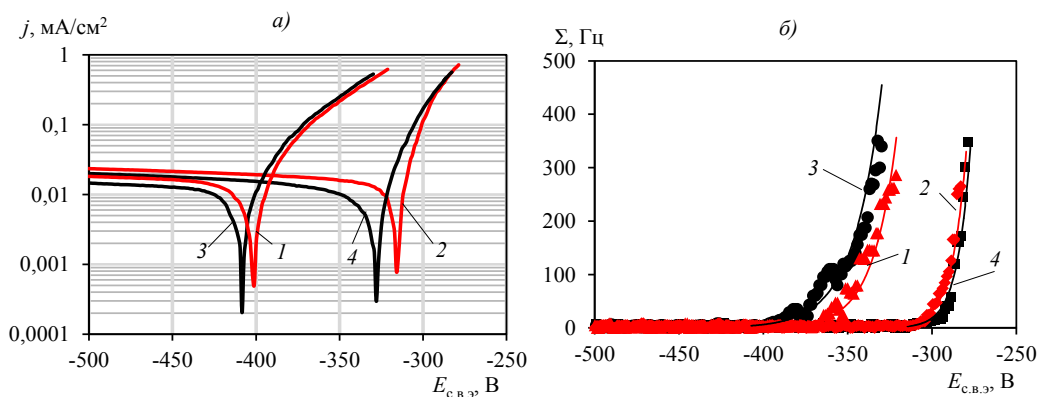


Рис. 6. Поляризационная (а) и акустическая (б) диаграммы образцов из сплава Д16, обработанных по режимам 1–4 (см. табл. 1). Измерения проведены в 3%-ном водном растворе NaCl с рН=3,5

Таблица 3

**Результаты потенциодинамического анализа образцов из сплава Д16 в 3%-ном водном растворе NaCl с рН=3,5**

Коррозионные характеристики	Условный номер режима обработки (см. табл. 1)			
	1	2	3	4
Потенциал коррозии E <sub>корр</sub> , мВ	-401	-316	-408	-328
Поляризационное сопротивление, Ом:	катодное	6260	7576	7365
	анодное	2740	1238	2397
Тафелевский наклон процесса, мВ:	катодного	-775	-491	-738
	анодного	38	46	–
Плотность тока коррозии i <sub>корр</sub> , мкА/см <sup>2</sup>	2,7	2,3	2,6	2,1
Линейный показатель коррозии, мм/год	0,030	0,025	0,028	0,022
Стойкость к коррозии, балл	4	4	4	4

процессов  $R_p$  и модули коэффициентов  $b_k$  в уравнениях Тафеля для катодных процессов больше модулей коэффициентов  $b_a$  для анодных процессов. Небольшое увеличение скорости коррозии у образцов, к которым применена восходящая закалка, вероятно, связан с увеличением дисперсности структуры, увеличением энергии и реакционной способности сплава. После всех четырех видов термической обработки сплав имеет 4 балла коррозионной стойкости, т. е. характеризуется в данной среде как стойкий.

На рис. 6, б приведена зависимость активности акустической эмиссии  $\Sigma$  – числа зарегистрированных импульсов акустической эмиссии за единицу времени, формирующихся на поверхности образцов, от величины электродного потенциала  $E_{с.в.э}$  сплава. Эта зависимость, как и зависимость плотности тока от потенциала (рис. 6, а) имеет экспоненциальный характер. Анодная поляризационная кривая (рис. 6, а) гладкая, что свидетельствует о том, что потенциал питтингообразования меньше потенциала коррозии. Поэтому звуковые сигналы, связанные с процессами коррозии на поверхности сплава, вызваны, вероятно, локальным повреждением защитной пленки в результате расpassивания, образованием и ростом питтингов. Применение криогенной обработки перед искусственным старением (рис. 6, кривые 1 и 3) увеличивает потенциалы коррозии и потенциалы, при которых начинается резкое увеличение акустических сигналов. Активность акустической эмиссии растет быстрее плотности анодного тока (рис. 7), что свидетельствует о высокой чувствительности метода акустической эмиссии [18] при исследовании коррозии. Более быстрый параболический рост активности акустической эмиссии связан с ростом питтингов (язв), площадь поверхности которых увеличивается пропорционально квадрату их радиуса  $r$ . Плотность тока  $i_a$  анодного процесса описывают уравнением Фольмера

$$i_a = k_a \exp \left[ \frac{\beta z F (E - E_p)}{RT} \right],$$

где  $k_a$  – коэффициент;  $z$  – степень окисления металла;  $\beta$  – коэффициент переноса;  $F$  – постоянная Фарадея;  $E$  – электродный потенциал;  $E_p$  – обратимый потенциал;  $R$  – универсальная газовая постоянная;  $T$  – температура.

Активность акустической эмиссии можно описать уравнением  $i_a = k_a r^2 \exp \left[ \frac{\beta F (E - E_p)}{RT} \right]$ .

На поздних стадиях развития методами акустической эмиссии возможно определение также размеров и положения язв [19].

### Заключения

Предлагаемая термическая обработка, включающая охлаждение исследованных образцов из сплава Д16 после закалки в воде с последующими охлаждением в жидком азоте до  $-196$  °С и нагревом в масле до  $180$  °С, уменьшает максимальные остаточные напряжения в образцах после естественного старения со 175 до 130 МПа, т. е. на 26%, а после искусственного старения – со 140 до 40 МПа, т. е. на 71%.

Восходящая закалка увеличивает твердость в поверхностной зоне изделия и практически не влияет на коррозионную стойкость сплава после старения. Отмеченные изменения свойств являются, вероятно, следствием пластической деформации, сопровождающей восходящую закалку.

Показано, что для исследования коррозии наряду с потенциодинамическим методом может быть использован метод акустической эмиссии. Установлена связь частоты акустических сигналов с электродным потенциалом металла и плотностью тока анодной поляризации. Звуковые сигналы связаны с процессами локального повреждения защитной пленки на поверхности сплава при его расpassивании – образовании и росте питтингов. Показаны высокая чувствительность метода акустической эмиссии при изучении коррозии и его возможности для оценки степени опасности коррозионных повреждений металлических конструкций различных размеров и сложности, в том числе крупногабаритных.

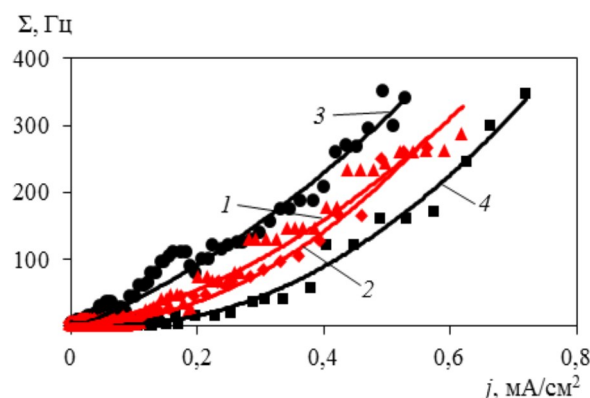


Рис. 7. Зависимость активности акустической эмиссии  $\Sigma$  от плотности тока анодной поляризации  $j$  для сплава Д16 в 3%-ном водном растворе NaCl с pH=3,5. Режимы термообработки 1–4 приведены в табл. 1

## Библиографический список

1. Антипов В.В., Сенаторова О.Г., Ткаченко Е.А., Вахромов Р.О. Алюминиевые деформируемые сплавы // *Авиационные материалы и технологии*. 2012. №5. С. 167–182.
2. История авиационного материаловедения: ВИАМ – 75 лет поиска, творчества, открытий / под общ. ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука, 2007. 343 с.
3. Рабинович М.Х. Термомеханическая обработка алюминиевых сплавов. М.: Машиностроение, 1972. 169 с.
4. Буркин С.П., Шимов Г.В., Андрюкова Е.А. Остаточные напряжения в металлопродукции: учеб. пособие. Екатеринбург: Изд-во Урал. ун-та, 2015. 248 с.
5. Биргер И.А. Остаточные напряжения. М.: Машгиз, 1963. 223 с.
6. Чернышев Г.Н., Попов А.Л., Козинцев В.М. Полезные и опасные остаточные напряжения // *Природа*. 2002. №10. С. 1–10.
7. Райцес В.Б. Термическая обработка на металлургических заводах. М.: Металлургия, 1971. 248 с.
8. Пучков Ю.А., Ван Яньлун, Ампилогов А.Ю. и др. Исследование влияния скорости охлаждения при закалке на структуру и свойства сплава В91Т3 системы Al–Zn–Mg–Cu // *Технология металлов*. 2010. №8. С. 15–21.
9. Пучков Ю.А., Ван Яньлун, Полянский В.М. и др. Исследование распада переохлажденного твердого раствора алюминиевого сплава В91 системы Al–Zn–Mg–Cu // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2010. №8. С. 16–22.
10. Бенариев И., Пучков Ю.А., Клочков Г.Г., Лощинин Ю.В., Сбитнева С.В. Исследование влияния скорости охлаждения при закалке на структуру и свойства листов из высокотехнологичного сплава В-1341 системы Al–Mg–Si // *Материаловедение*. 2019. №7. С. 43–48.
11. Пучков Ю.А., Полянский В.М., Седова Л.А. Исследование влияния режимов изотермической закалки на структуру и свойства алюминиевого сплава В-1341Т // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2019. №2. С. 13–19.
12. Бенариев И., Пучков Ю.А., Клочков Г.Г., Лощинин Ю.В., Сбитнева С.В. Прогнозирование влияния режима закалки на механические свойства листов из термически упрочняемого алюминиевого сплава В-1341 // *Матер. IV Всерос. конф. «Роль фундаментальных исследований при реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года»*. М.: ВИАМ. 2018. С. 58–70.
13. Simencio E.C.A., Totten G.E., Canale L.C.F. Uphill quenching of aluminum: a process overview // *International Heat Treatment and Surface Engineering*. 2011. Vol. 5. Issue 1. P. 26–30.
14. Totten G.E., Mackenzie D.S. Aluminum quenching technology: a review // *Proceedings of Material Science Forum*. 2000. Vol. 331–337. P. 589–594.
15. Hill H., Barker R., Wiley L. The thermal mechanical method for relieving residual quench stresses in aluminum alloys // *Transactions of American Society of Mechanical Engineers*. 1959. Vol. 52. P. 657–671.
16. Lados D.A., Apelian D., Wang L. Minimization of residual stress in heat-treated Al–Si–Mg cast alloys using uphill quenching: Mechanisms and Effects on Static and Dynamic Properties // *Materials Science and Engineering: A*. 2010. Vol. 527. Issue 13–14. P. 3159–3165.
17. Hak-Jin Lim, Dae-Hoon Ko, Dae-Cheol Ko, Byung-Min Kim. Reduction of Residual Stress and Improvement of Dimensional Accuracy by Uphill Quenching for Al6061 Tube // *Metallurgical and materials transactions B*. 2014. Vol. 45. Issue 2. P. 472–481.
18. Гневко А.И., Казакова Н.А. Основы технического диагностирования объектов военной техники. М.: Воен. акад. РВСН им. Петра Великого, 2000. 232 с.
19. Бигус Г.А., Попков Ю.С. Определение глубины язвенной (питтинговой) коррозии и слежение за ее развитием методом акустической эмиссии // *Сварка и диагностика*. 2011. №3. С. 57–60.