

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Золоторевский В. С., Белов Н. А. *Металловедение литейных алюминиевых сплавов.* — М. : МИСИС, 2005. — 376 с.
2. Бочвар А. А. *Металловедение.* — М. : Metallurgizdat, 1956. — 495 с.
3. *Плавка и литье алюминиевых сплавов. Справочник / под ред. В. И. Добаткина.* — М. : Metallurgiya, 1983. — 351 с.
4. Лившиц Б. Г., Крапошин В. С., Линецкий Я. Л. *Физические свойства металлов и сплавов.* — М. : Metallurgiya, 1980. — 320 с.

## DEVELOPMENT OF THE TECHNIQUE OF DETERMINATION OF GASEOUS POROSITY IN SHAPE CASTINGS FROM AK12 ALLOY

Yu. A. Kleimenov, N. V. Okladnikova, E. N. Prikhod'ko, V. S. Biront,  
A. A. Pereboeva

The methods of estimation of porosity in large size aluminium castings are presented. These methods allow to provide direct and indirect control for meeting the established requirements. Relationship between porosity and density in aluminium castings is determined. Porosity scale for practical usage at production facilities has been developed.

**Key words:** aluminium alloy, large size castings, porosity scale, density, statistical analysis.

ЦМ

# Оценка качества микроструктуры тиксотропных материалов (часть 1)

УДК 621.7.011

© А. А. Казаков, Е. И. Казакова, Г. В. Геллер\*

## Введение

Обработка сплавов в полутвердом состоянии (ОСПТС) — это прогрессивно развивающаяся преимущественно за рубежом технология получения легковесных высокопрочных изделий сложной геометрии с высоким качеством поверхности. Технология ОСПТС основана на явлении, обнаруженном впервые в Массачусетском технологическом институте (Massachusetts Institute of Technology, MIT) профессором М. Флемингом в начале 1970-х гг. [1, 2]: при исследовании вязкости затвердевающих доэвтектических расплавов срезающие силы, возникающие при механическом перемешивании таких расплавов, резко снижают вязкость до значений, сравнимых с вязкостью полностью жидкого расплава, несмотря на то что изучаемые расплавы были наполовину твердые.

Такие свойства полутвердевшего сплава наблюдаются тогда, когда в результате разрушения формирующихся дендритов под действием срезающих сил, возникающих при перемешивании, а также частичного оплавления фрагментов дендритов по механизмам остальдовского созревания или в зонах с более высокой температурой, твердая  $\alpha$ -фаза приобретает фор-

му розеток. В таком состоянии сплав представляет собой жидко-твердую кашеобразную металлическую смесь (slurry). Течение такой смеси можно представить как свободное перемещение твердых округлых частиц  $\alpha$ -фазы вместе с жидкой матрицей, состоящей преимущественно из эвтектики, и оно описывается законами реологии. Известно, что жидкотекучесть подобных смесей определяется количеством, формой и размерами твердых частиц, поэтому именно от этих параметров частиц зависит успешное формообразование сплавов в полутвердом состоянии. В ходе дальнейших исследований было установлено [3], что низкая эффективность фрагментации растущих дендритов при механическом перемешивании не обеспечивает достаточной дисперсности структуры сплава в готовых отливках и тем самым не позволяет использовать такую технологию в промышленном масштабе. Кроме того, мешалки, погруженные в агрессивную с физико-химической точки зрения среду, подвергались эрозии, что существенно сокращало срок их службы, а также приводило к загрязнению металла.

Эти недостатки были преодолены в технологии (предложенной Дж. Данзигом (J. Danzig) в начале 1980-х гг.) с магнитогидродинамическим перемешиванием расплава (МГД-литье). Сначала МГД-литье использовали в промышленной двухступенчатой технологии реолия (Rheocasting) для подготовки жидко-твердой кашеобразной металлической смеси перед

\* А. А. Казаков, проф., зав. каф., e-mail: kazakov@thixomet.ru;  
Е. И. Казакова, вед. инж. каф.; Г. В. Геллер, асп. каф. СиС, СПбПУ.

ее последующей формовкой. Эффективная фрагментация растущих дендритов на фронте кристаллизации и в объеме твердожидкой смеси обеспечивалась за счет интенсивного перемешивания расплава под действием бегущего электромагнитного поля. В результате такой обработки  $\alpha$ -фаза сплава приобретала форму достаточно мелких огрубленных фрагментов разрушенных дендритов. Однако угловатая и все еще достаточно разветвленная морфология этой твердой фазы не была идеальной для обеспечения таких реологических свойств, которые необходимы для качественного формообразования сплава. Поэтому для сфероидизации фрагментированных дендритов перед формовкой начали использовать дополнительную стадию: повторный нагрев сплава. Такой процесс ОСПТС, названный тиксоформовкой (thixoforming), состоит из трех последовательных стадий: подготовки полупродукта с фрагментированной дендритной структурой методом МГД-литья; повторного нагрева заготовки из полупродукта до твердожидкого состояния для сфероидизации фрагментов, разрушенных на первой стадии дендритов, и формовки заготовки в полутвердом состоянии.

Несмотря на широкое использование в промышленности, дальнейшее развитие трехступенчатой технологии тиксоформовки сдерживается из-за следующих обстоятельств [3–6]:

- кавитационные явления, возникающие при МГД-литье, провоцируют выделение газов, которые захватываются затвердевающим расплавом и вызывают повышенную пористость полупродукта;

- при МГД-литье формируется неблагоприятная морфология фрагментов дендритов в виде разветвленных розеток, что при последующем повторном нагреве приводит к изоляции части эвтектики внутри этих розеток, а возникающий из-за этого недостаток жидкости при формовке снижает реологические свойства сплава и приводит к браку на завершающей стадии формирования изделия;

- структурная и химическая неоднородность МГД-полупродукта является причиной неравномерного распределения жидкости по сечению заготовки при ее повторном нагреве, поэтому эвтектика вытекает из заготовки, нарушая оптимальное соотношение жидкость–твердое при последующей формовке, что приводит к браку из-за плохого заполнения формы и трещинам в готовых изделиях.

Перечисленные недостатки тиксоформовки стимулировали разработку новых методов ОСПТС. В результате этих исследований были предложены несколько аналогов МГД-литья [7–9], а также ряд новых перспективных двухступенчатых технологий, построенных на совершенно ином принципе формирования структуры. В отличие от рассмотренных выше технологий, основой которых было разрушение разветвленных дендритов с развитыми осями первого и более высоких порядков, в новых двухступенчатых технологиях создавались такие условия обработки расплава (и его охлаждения), при которых дендритный рост ограничивался только зародышеобразованием и формированием мелких равноосных кристаллов.

Как следует из краткого описания существующих технологий ОСПТС, их успешная реализация возможна только при оптимальных объемном содержа-

нии, размере и морфологии  $\alpha$ -фазы. Поэтому для описания качества структуры сплава использовали различные параметры  $\alpha$ -фазы раствора [9–14], однако ни один из них не смог адекватно описать все многообразие структур тиксотропных материалов.

В связи с этим целью настоящей работы является разработка методики адекватной оценки качества структуры тиксотропных сплавов для совершенствования существующих, а также разработки и исследования новых технологий ОСПТС.

### Методика эксперимента

Для исследований использовали промышленные заготовки из сплава А356 (аналог отечественного сплава АК7) ведущих производителей полупродуктов из Германии, США и Франции. Обозначим их условно как поставщик № 1, 2 и 3 соответственно.

Химический состав сплава АК7 (в %): Al — основа; Si — 7,00; Cu — 0,90; Mg — 0,11; Zn — 0,40; Fe — 0,78; Mn — 0,12; Ni — 0,15; Ti — 0,02.

Образцы для исследования были вырезаны из центральной зоны, 1/2 радиуса, 2/3 радиуса и поверхности поперечного темплета заготовки.

Для исследования процессов, протекающих в сплаве при повторном нагреве, использовали установку, состоящую из электрической печи сопротивления, тиристорного блока питания и блока управления на базе персонального компьютера с использованием высокочувствительной карты ввода/вывода Advantech PCL-818HG под управлением программного Windows-приложения Fuse.

Методика повторного нагрева образцов, изготовленных из полупродуктов, была следующая: нагрев образцов до температуры 585–600 °С со скоростью 200 °С/мин, изотермическая выдержка при этой температуре в течение 7 мин и закалка в воду для фиксации микроструктуры сплава, достигнутой в полутвердом состоянии.

После опытов образцы запрессовывали в фенольную смолу с помощью прессы Simplimet 1000 для последующего приготовления шлифов на автоматизированных станках фирмы Buehler. Шлифподготовку проводили с использованием оборудования и расходных материалов фирмы Buehler по стандартной методике этой фирмы для алюминиевых сплавов. Для выявления структуры использовали реактив, состоящий из H<sub>2</sub>O (95 мл), HNO<sub>3</sub> (3 мл) и HF (2 мл).

Металлографический анализ исследуемых образцов проводили при 100-кратном увеличении на оптическом микроскопе Nikon Epiaphot, оснащенный анализатором изображения Thixomet. Этот анализатор изображения позволяет производить панорамные исследования структуры материалов. Панорама изготавливается прецизионной склейкой «на лету» сколь угодно большого числа смежных полей зрения. Панорамные исследования минимизируют ошибку по краевых эффектов, возникающих при обычных металлографических исследованиях, проводимых на отдельных полях зрения [15]. Эта особенность панорамных исследований особенно актуальна для тиксотропных материалов, часто имеющих разветвленную структуру, простирающуюся вдоль нескольких обычных полей зрения.

Для описания микроструктуры тиксотропных материалов были выбраны следующие параметры:

- 1 — объемный процент  $\alpha$ -фазы на основе алюминия ( $V_\alpha$ );
- 2 — максимальный диаметр конгломерата  $\alpha$ -фазы по Фере ( $D_{\max}$ ) (рис. 1, а);
- 3 — фактор компактности конгломерата  $\alpha$ -фазы ( $F_\alpha$ ), рассчитанный из площади круга с диаметром, равным  $D_{\max}$  (см. рис. 1, а);

$$F_\alpha = A_F/A_m, \quad (1)$$

где  $A_m$  — площадь конгломерата  $\alpha$ -фазы;  $A_F$  — площадь круга с диаметром, равным  $D_{\max}$ ;

- 4 — отношение фактического к выпуклому периметру конгломерата  $\alpha$ -фазы ( $p/c$ ), рис. 1, б);

- 5 — коэффициент смежности глобул ( $C_\alpha$ , рис. 1, в), из которых состоит конгломерат  $\alpha$ -фазы, рассчитанный с помощью метода случайных секущих [16]:

$$C_\alpha = \frac{2m_{\alpha\alpha}}{2m_{\alpha\alpha} + m_{\alpha\beta}}, \quad (2)$$

где  $m_{\alpha\alpha}$  — среднее число пересечений случайных секущих с границами соседних глобул  $\alpha$ -фазы ( $\alpha-\alpha$ );  $m_{\alpha\beta}$  — среднее число пересечений случайных секущих с межфазными границами  $\alpha$ -фазы и эвтектики ( $\alpha-\beta$ ).

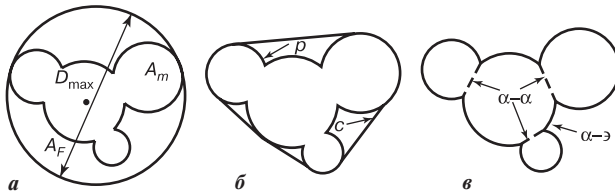


Рис. 1. К определению параметров  $\alpha$ -фазы

Для расчета вышеназванных параметров изготавливали панорамы, состоящие из шести полей зрения. Такой размер панорамы обеспечивает не менее 250–300 конгломератов  $\alpha$ -фазы, необходимых для проведения расчетов методом случайных секущих.

Изучено 52 панорамы тиксотропных структур: 40 панорам модельных структур были получены различными способами обработки сплавов в полутвердом состоянии и использованы для разработки комплексного критерия качества структуры тиксотропных материалов; 12 панорам структур получены из образцов МГД-заготовок ведущих мировых производителей полупродуктов из тиксотропных материалов для сравнительного анализа качества структуры этих полупродуктов.

### Обсуждение и результаты

Успешная реализация любой технологической схемы зависит от эффективности ОСПТС на всех этапах процесса, при этом особое значение в ОСПТС имеет этап повторного нагрева, поэтому исследование особенностей формирования структуры сплава именно на этой стадии требует отдельного изучения. Рассмотрим процессы, протекающие в сплаве при повторном нагреве и формовке.

Из исследований [17] следует, что кривая (для сплава АК7: Al — основа; Si — 7,00 %; Cu — 0,05 %; Mg — 0,55 %) зависимости доли жидкости от температуры в интервале затвердевания (рис. 2) может служить основой для прогнозирования перспективных составов сплавов для их обработки в полутвердом состоянии, однако та же кривая может стать и фундаментальной основой для описания эволюции структуры сплава в полутвердом состоянии. Эту кривую можно получить как экспериментальными методами дифференциальной сканирующей калориметрии, так и термодинамическим моделированием фазообразования в сплавах с учетом неравновесности процесса затвердевания [17].

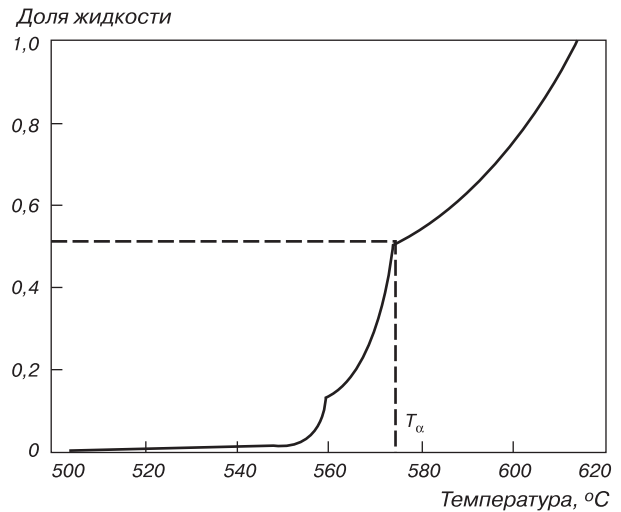


Рис. 2. Кривая зависимости «доли жидкости» от температуры

Ключевым параметром этой кривой является температура начала плавления  $\alpha$ -фазы ( $T_\alpha$ ). В точке  $T_\alpha$  завершается плавление эвтектики и начинается растворение в ней  $\alpha$ -фазы.

Перегрев относительно  $T_\alpha$  определяет кинетику процессов структурообразования при изотермической выдержке сплава при повторном нагреве. Движущей силой этих процессов, названных оствальдовским созреванием, служит самопроизвольное стремление системы к минимуму свободной энергии на межфазной поверхности раздела жидкое — твердое [11, 18–21]. В результате оствальдовского созревания сглаживаются сильно искривленные участки межфазной поверхности  $\alpha$ -фазы и эвтектики, мелкие глобулы растворяются, а крупные растут [18, 19]. Массоперенос осуществляется через жидкую эвтектику перекристаллизацией  $\alpha$ -фазы от растворяющихся участков поверхности к растущим.

Одновременно с оствальдовским созреванием в сплаве при повторном нагреве наблюдаются столкновение и коагуляция  $\alpha$ -фазы. Между соприкасающимися глобулами  $\alpha$ -фазы образуются перемычки, сводящие их в единый твердый скелетон, который удерживает жидкую эвтектику и сохраняет форму заготовки. Перемычки, образовавшиеся между глобулами  $\alpha$ -фазы при коагуляции, постепенно утолщаются

по оствальдовским механизмам, приводя к слипанию и сфероидизации глобул [11, 20, 21].

Приложение срезающих сил к тиксотропной заготовке в процессе формообразования сплава приводит к разрушению твердого скелетона  $\alpha$ -фазы, и жидко-твердая кашеобразная металлическая смесь устремляется в полость формы.

Известно, что реологические свойства жидко-твердых смесей определяются объемной долей, размером и формой твердой фазы, поэтому качество тиксотропной структуры, а также успешное формообразование сплава в полутвердом состоянии будут зависеть от этих характеристик  $\alpha$ -фазы [22, 23].

### Оценка тиксотропной структуры сплава

Влияние температурно-временных параметров повторного нагрева на тиксотропную структуру сплавов может быть изучено на образцах, закаленных из твердожидкого состояния после проведения изотермической выдержки. При этом наиболее точное описание пространственного строения тиксотропной структуры может быть получено при трехмерной реконструкции структуры сплава методом последовательных сечений.

Этот метод заключается в последовательной шлифовке поверхности образца на строго определенную глубину, фиксации структуры на каждом шаге и, наконец, восстановлении трехмерного изображения по отдельным плоским сечениям [25, 26]. Такая методика является чрезвычайно трудоемкой и поэтому не может быть использована в производственных условиях. Целесообразно применять методы стереологической металлографии, которые позволяют описать пространственное строение структуры сплава с помощью простых измерений, производимых на плоскости шлифа.

Таким образом, для создания экспресс-методики оценки качества тиксотропной структуры необходимо выбрать такие ее параметры, которые могут адекватно описать все многообразие структур, формирующихся за счет различного температурно-временного воздействия при повторном нагреве заготовки с учетом качества полупродукта.

Как показали исследования [26], вся  $\alpha$ -фаза в структуре тиксотропного материала объединена в единый трехмерный твердый скелетон вследствие одновременного протекания процессов оствальдовского созревания и коагуляции в отсутствие перемешивания при повторном нагреве. Идеальная тиксотропная структура представляет собой мелкодисперсную глобулярную  $\alpha$ -фазу, связанную в единый трехмерный скелетон [3]. Скелет должен быть достаточно прочный, чтобы обеспечить постоянство формы заготовки при повторном нагреве, однако не настолько прочный, чтобы создавать проблемы с его разрушением при формовке. Известно [24], что возможности промышленных прессов для тиксоформовки позволяют разрушить любой скелетон, однако очевидно, что в зависимости от его прочности будут меняться размер и морфология вновь образующейся твердой фазы, а значит, и реология течения полутвердого сплава при заполнении формы. Слишком продолжительная выдержка сплава при повторном нагреве приводит к

чрезмерному развитию процессов коагуляции и оствальдовского созревания, поэтому прочность скелетона увеличивается, что приводит к огрублению морфологии вновь образующейся твердой фазы и, как следствие, к снижению реологических свойств жидко-твердой кашеобразной металлической смеси.

Для однозначности понимания того, о какой твердой фазе, принадлежащей трехмерному скелетону и попавшей в случайное сечение плоскости шлифа, идет речь введем понятия глобулы, конгломерата и розетки.

*Глобула* — это изолированный компактный фрагмент  $\alpha$ -фазы, попавший в случайное сечение плоскости шлифа.

*Конгломерат* — это совокупность глобул  $\alpha$ -фазы, объединенных на случайной плоскости шлифа общей границей.

*Розетка* — это совокупность изолированных соседних глобул или конгломератов  $\alpha$ -фазы, имеющих общую кристаллографическую направленность.

Розетки можно идентифицировать при исследовании анодированной структуры образца в поляризованном свете или методами трехмерной реконструкции [25, 26, 30]. Как структурно изолированные объекты розетки в виде огрубленных дендритов  $\alpha$ -фазы встречаются только в структуре полупродукта. Известно, что образование общей границы между  $\alpha$ -фазой зависит от локального баланса поверхностных энергий границ между  $\alpha$ -фазой ( $\gamma_{\alpha-\alpha}$ ) и межфазной границы жидкое — твердое ( $\gamma_{\alpha-\beta}$ ). Образование общей границы между  $\alpha$ -фазой становится возможным только в случае, когда  $\gamma_{\alpha-\alpha} < 2\gamma_{\alpha-\beta}$ . Кроме того, как следует из исследований [20],  $\gamma_{\alpha-\alpha}$  и  $\gamma_{\alpha-\beta}$  являются функциями кристаллографического направления  $\alpha$ -фазы. В исследованиях [25] установлено, что вероятность образования границ между вырожденными дендритами с сильной кристаллографической разориентацией составляет всего 3–4 %. Поэтому наиболее энергетически вероятно образование общих границ либо между слабозориентированными огрубленными дендритами, либо между огрубленными дендритами с одним и тем же кристаллографическим направлением [25]. Установлено, что разница в разориентации между глобулами в розетке составляет не более  $10^\circ$  [25]. Таким образом, при МГД-перемешивании коагуляция  $\alpha$ -фазы протекает только между фрагментами дендритов с минимальной кристаллографической разориентировкой относительно друг друга. В связи с этим розетки  $\alpha$ -фазы с собственным кристаллографическим направлением можно встретить только в структуре полупродукта.

Рассмотрим наиболее распространенные параметры, описывающие содержание, размеры и форму твердой фазы.

1. *Объемная доля  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ )* является определяющим параметром тиксотропной структуры сплавов [14, 17, 27]. Содержание  $\alpha$ -фазы при заданной температуре зависит от состава сплава и может быть найдено с помощью кривой зависимости доли жидкости от температуры (см. рис. 2).

Плотность глобул в эвтектической матрице при прочих равных условиях определяется содержанием  $\alpha$ -фазы, что влияет на кинетику коагуляции  $\alpha$ -фазы при повторном нагреве. Изменяя посредством состава объемную долю  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ) и выбирая перегрев отно-

сительно  $T_\alpha$ , можно управлять ее коагуляцией и остальдовским созревaniem. Оптимальное сочетание этих процессов обеспечивается при  $V_\alpha = 0,4-0,6$  и гарантирует достаточную сфероидизацию при незначительной коагуляции и росте  $\alpha$ -фазы. Именно при таком содержании твердой фазы реализуется большинство процессов ОСПТС.

2. *Объемная доля эвтектики, захваченной в теле  $\alpha$ -фазы ( $V_e^{en}$ )*, определяет количество жидкости, исключенной из процесса формовки [11, 14]. Процессы округления структуры сплава по-разному влияют на  $V_e^{en}$ . Остальдовское созревание увеличивает объемную долю жидкости за счет освобождения захваченной эвтектики при растворении  $\alpha$ -фазы. При коагуляции смежных ветвей разрушенных дендритов  $\alpha$ -фазы происходит захват жидкой эвтектики в тело  $\alpha$ -фазы, при этом объемная доля жидкости сокращается.

3. *Средний диаметр глобулы ( $D_\alpha$ )* определяет размер возможных отдельных элементов движения при формовке, а значит, влияет на реологию течения полутвердого материала [9–12].

4. *Максимальный диаметр по Фере  $\alpha$ -фазы ( $D_{max}$ )* также определяет размер отдельных возможных элементов движения, образовавшихся из нескольких глобул в конгломерате [28].

5. *Фактор формы*, рассчитанный через фактический периметр, наиболее часто применяется для описания формы глобул как отдельных возможных элементов движения  $\alpha$ -фазы [3, 9, 12, 14]:

$$F_p = \frac{4\pi A_m}{p^2}. \quad (3)$$

6. *Фактор компактности конгломерата  $\alpha$ -фазы ( $F_\alpha$ )* [29] оценивает морфологию отдельных возможных элементов движения  $\alpha$ -фазы, образованных из нескольких глобул в конгломерате: плотность их взаимного расположения в конгломерате.

7. *Морфологический фактор ( $F_g$ )* (morphological factor) описывает форму  $\alpha$ -фазы только в виде розеток [3, 10, 11]:

$$F_g = \frac{S_V^2}{6\pi V_\alpha N_A}, \quad (4)$$

где  $N_A$  — удельное количество розеток  $\alpha$ -фазы,  $S_V$  — удельная площадь межфазной поверхности  $\alpha$ - $\beta$ . Причем межфазная поверхность  $\alpha$ - $\beta$  представлена на плоскости шлифа в виде периметра  $\alpha$ -фазы в соответствии с принципом Кавальери—Акера—Глаголева или первым стереометрическим соотношением [16], поэтому на плоскости шлифа  $S_V$  является отношением периметра  $\alpha$ -фазы к ее площади [ $\text{мкм}^{-1}$ ].

Однако оценка морфологии  $\alpha$ -фазы с применением  $F_g$  позволяет установить только фактическое влияние технологических параметров в процессе подготовки полупродукта, а не повторного нагрева, поскольку в тиксотропной структуре невозможно определить значения  $N_A$  и  $S_V$ . Дело в том, что при повторном нагреве сплава в отсутствие перемешивания неограниченная коагуляция  $\alpha$ -фазы приводит к образованию единого твердого скелетона. Поэтому на случайной плоскости шлифа мы увидим двухмерный скелетон  $\alpha$ -фазы с различной кристаллографической

Расчетные значения параметров

Структура	$V_\alpha$	$V_e^{en}$	$D_\alpha$	$D_{max}$	$F_p$	$F_\alpha$	$p/c$	$C_\alpha$
№ 1	0,53	0,05	117	139	0,45	0,58	1,52	0,161
№ 2	0,64	0,05	149	159	0,37	0,53	1,90	0,188
№ 3	0,70	0,07	215	258	0,36	0,48	1,72	0,263

направленностью в виде конгломератов, а не розетки с собственным преимущественным кристаллографическим направлением.

8. *Отношение фактического периметра конгломерата к выуклому ( $p/c$ )* также оценивает характер взаимного расположения глобул в конгломерате, но в отличие от  $F_\alpha$  данный параметр характеризует боковую поверхность конгломерата и является характеристикой разветвленности  $\alpha$ -фазы [28].

9. *Коэффициент смежности глобул  $\alpha$ -фазы*, описывающий количество и толщину перемычек между глобулами в конгломерате, используется для оценки связанности тиксотропной структуры [16]. Данный параметр принято считать «степенью скелетонизации» тиксотропной структуры, характеризующей прочность скелетона [9].

10. *Объемная связанность структуры ( $V_\alpha \cdot C_\alpha$ )* является критерием, с помощью которого сделана попытка объединить характер распределения глобул в конгломерате с содержанием  $\alpha$ -фазы в структуре сплава [12]. Однако данный параметр не является обобщающим критерием тиксотропной структуры, поскольку он не учитывает ни размера, ни морфологии  $\alpha$ -фазы.

Как следует из вышеприведенного анализа, морфологический фактор и объемная связанность не могут быть использованы для оценки тиксотропной структуры сплавов. Оценим оставшиеся восемь параметров на примере описания трех различных по качеству тиксотропных структур (рис. 3). В таблице приведены значения этих параметров, рассчитанных в соответствии с вышеописанной методикой.

Оценим приведенные структуры визуально. Наиболее предпочтительными с точки зрения качества тиксотропных материалов являются первые две (№ 1 и № 2) структуры (см. рис. 3, а, б), в которых глобулярная  $\alpha$ -фаза небольшого размера равномерно распределена в эвтектической матрице.

Минимальное содержание  $\alpha$ -фазы наблюдается в первой структуре (см. рис. 3, а). Это способствовало главным образом протеканию остальдовского созревания  $\alpha$ -фазы при ее незначительной коагуляции, поэтому  $\alpha$ -фаза представлена в основном в виде отдельных глобул и небольших конгломератов.

Минимальный размер глобул  $\alpha$ -фазы наблюдается во второй структуре (см. рис. 3, б). Однако повышенное содержание  $\alpha$ -фазы в сравнении с первой структурой стимулировало ее коагуляцию в конгломераты.

Наименее предпочтительной является третья структура, в которой  $\alpha$ -фаза представлена в виде крупных конгломератов (см. рис. 3, в). Перемычки между глобулами в конгломерате значительно толще в сравнении со второй структурой. Подобные структуры могут быть получены при чрезмерной изотермической выдержке сплавов, которая приводит к коагуляции и слиянию глобул при повторном нагреве.

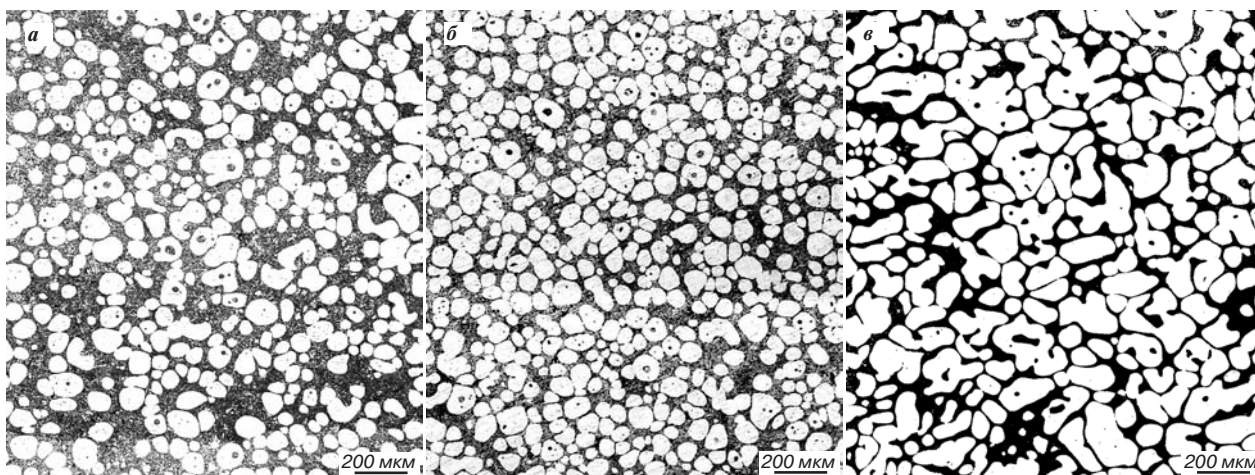


Рис. 3. Модельные тиксотропные структуры

Оценим визуально наблюдаемую картину с использованием выбранных параметров тиксотропной структуры. Следует отметить, что наиболее распространенная оценка размеров и морфологии глобул  $\alpha$ -фазы производится на основании того, что глобулы являются изолированными объектами, равномерно распределенными в эвтектической матрице. В действительности такой структурой сплав обладает только в процессе формообразования, находясь под внешним срезающим воздействием, разрушившим твердый скелетон. Поэтому описание размеров и морфологии глобул позволяет рассматривать только протекание остальдовского созревания  $\alpha$ -фазы, игнорируя при этом объединение глобул  $\alpha$ -фазы в результате коагуляции. Вследствие этого применение подобной оценки не дает возможности судить о влиянии коагуляции  $\alpha$ -фазы на образование единого твердого скелетона. Таким образом, адекватное описание эволюции тиксотропной структуры сплава может быть выполнено только при оценке конгломератов  $\alpha$ -фазы, представляющих собой двухмерный скелетон.

Оценим размеры и морфологию конгломератов  $\alpha$ -фазы с применением среднего диаметра ( $D_\alpha$ ) и фактора формы ( $F_p$ ).

При оценке линейных размеров конгломератов было установлено, что  $D_\alpha$  описывает изменения в структуре сплава. Однако форма конгломератов не всегда симметрична. Поэтому в случае вытянутой формы конгломерата измерение среднего диаметра может дать некорректную оценку его фактического размера. В силу этого исключаем  $D_\alpha$  из дальнейшего рассмотрения.

Оценка морфологии конгломератов с применением  $F_p$  показала, что форма конгломератов в структурах № 2 и 3 практически одинаковая ( $F_p = 0,37$  и  $F_p = 0,36$ ). Однако, как видно из рисунка (см. рис. 3), это не соответствует действительности. Причиной подобной ошибки, по-видимому, является то, что форма конгломерата не может быть сферической по определению, поскольку наличие перемычек между глобулами всегда будет искажать форму конгломерата. В силу этого исключаем данный параметр из дальнейшего рассмотрения.

Измерение захваченной в тело  $\alpha$ -фазы эвтектики обусловлено необходимостью контроля соотношения

жидкое — твердое для успешного формообразования сплава. Однако с появлением новых методов ОСПТС, основанных на механизме зародышеобразования и огрубления  $\alpha$ -фазы, полученные вырожденные дендриты сфероидизируются при изотермической выдержке без захвата эвтектики в тело  $\alpha$ -фазы. В связи с этим в таких структурах измерение количества захваченной эвтектики нецелесообразно. Как видно из рис. 3 и таблицы количество захваченной эвтектики принимает минимальные значения у всех трех рассмотренных структур. В силу этого также исключаем  $V_e^{en}$  из рассмотрения.

Объемная доля  $\alpha$ -фазы является ключевым параметром тиксотропной структуры в любом процессе ОСПТС. В двух первых структурах  $V_\alpha$  принимает значения 0,53 и 0,64 соответственно. В третьей структуре  $V_\alpha$  принимает значение 0,70, и это приводит к близкому расположению глобул относительно друг друга, что и стимулирует их коагуляцию в конгломераты.

При оценке линейных размеров конгломератов было установлено, что применение максимального диаметра по Фере определяет фактический размер конгломерата независимо от его формы. Значение  $D_{max}$  последовательно увеличивается с ростом  $V_\alpha$  от первой к третьей структуре (139–258) мкм.

При оценке формы конгломерата фактор компактности также установил изменение морфологии  $\alpha$ -фазы с увеличением ее содержания. По мере роста  $V_\alpha$  компактность конгломератов снижается от 0,58–0,48. Однако фактор компактности не оценивает взаимное расположение и форму глобул в конгломерате, а также число и толщину перемычек между ними. В связи с этим для наиболее полного описания морфологии конгломератов необходимо учесть эти характеристики  $\alpha$ -фазы.

Для оценки взаимного расположения, а также формы глобул установив разветвленность конгломератов ( $p/c$ ). Минимальное значение  $p/c$  соответствует структуре № 1 с изолированными компактными конгломератами. При увеличении  $V_\alpha$  стимулируются процессы коагуляции, о чем свидетельствует увеличение разветвленности структуры от 1,52 до 1,90. Однако в третьей структуре с ростом  $V_\alpha$  разветвленность снижается до 1,72, поскольку боковая поверхность конгломератов уменьшилась в результате слияния глобул.

Для оценки количества и толщины перемычек между глобулами, характеризующих связанность тиксотропной структуры или прочность твердого скелетона, определим коэффициент смежности  $\alpha$ -фазы. Установлено, что увеличение количества перемычек между глобулами в структуре № 2, а также их толщины в структуре № 3 приводит к увеличению связанности тиксотропной структуры, причем доминирующее влияние на связанность структуры имеет толщина перемычек между глобулами  $\alpha$ -фазы.

Таким образом, на основании критического анализа всего многообразия параметров, описывающих эволюцию тиксотропной структуры, нами было установлено, что только  $V_\alpha$ ,  $D_{\max}$ ,  $F_\alpha$ ,  $p/c$ ,  $C_\alpha$  наиболее полно отражают существо процессов, протекающих в структуре сплава при повторном нагреве.

### Критерий качества тиксотропной структуры

Ввиду того, что все процессы огрубления структуры сплава в течение повторного нагрева протекают одновременно, необходимо учитывать изменения всех характеристик  $\alpha$ -фазы. Из этого следует, что необходимо рассматривать все выбранные параметры  $\alpha$ -фазы одновременно. С этой целью опишем 40 различных тиксотропных структур, полученных при одинаковых условиях повторного нагрева, с использованием номограмм (рис. 4, 5).

Увеличение содержания  $\alpha$ -фазы стимулирует ее коагуляцию, что приводит к увеличению размеров и более разветвленной форме конгломератов. Это закономерно, поскольку с увеличением объемной доли  $\alpha$ -фазы расстояния между изолированными глобулами уменьшаются, глобулы объединяются в конгломераты. В связи с этим, как видно из рис. 4, увеличение объемной доли  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ) приводит к увеличению размеров конгломератов ( $D_{\max}$ ) и снижению компактности их формы ( $F_\alpha$ ). Кроме того, при коагуляции количество перемычек между глобулами в конгломератах непрерывно увеличивается. Это при-

водит к увеличению поверхности конгломератов, которая на плоскости шлифа может быть оценена периметром конгломератов. Отсюда следует, что с ростом фактического периметра конгломератов увеличивается отношение  $p/c$ . Поэтому увеличение объемной доли  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ) сопровождается повышением разветвленности конгломератов ( $p/c$ ) и увеличением связанности глобул ( $C_\alpha$ ) (см. рис. 5).

В результате проведения количественного металлографического анализа тиксотропных материалов было установлено, что выбранные метрические и морфологические параметры  $\alpha$ -фазы ( $D_{\max}$ ,  $F_\alpha$ ,  $p/c$ ,  $C_\alpha$ ) являются функцией объемной доли  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ) (см. рис. 4, 5). Из приведенных номограмм видно, что в диапазоне  $V_\alpha = 0,40-0,60$  наблюдаются мелкодисперсные глобулярные, неразветвленные тиксотропные структуры с умеренной связанностью, о чем свидетельствуют минимальные значения  $D_{\max}$ ,  $p/c$ ,  $C_\alpha$  и максимальные значения  $F_\alpha$ . Тем не менее морфология и связанность  $\alpha$ -фазы могут быть различными даже в оптимальном диапазоне  $V_\alpha = 0,40-0,60$ , что подтверждает наличие незначительного разброса относительных средних значений  $F_\alpha$  и  $C_\alpha$  (рис. 4, 5). При дальнейшем увеличении объемной доли  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha > 0,60$ ) наблюдается резкое увеличение разброса относительно средних значений всех четырех параметров ( $D_{\max}$ ,  $F_\alpha$ ,  $p/c$ ,  $C_\alpha$ ). Наличие такой существенной разницы в структурах тиксотропных материалов, полученных при одинаковых условиях повторного нагрева, говорит о значительном влиянии предьстории получения этих материалов, а именно процесса подготовки полупродукта. Таким образом, качество тиксотропной структуры сплава определяется не только объемной долей  $\alpha$ -фазы и перегревом относительно  $T_\alpha$  при повторном нагреве, но и во многом зависит от качества структуры полупродукта. Из этого следует, что даже оптимальное содержание  $\alpha$ -фазы не гарантирует ее благоприятную морфологию и размер. В связи с этим для адекватной оценки тиксотропной структуры необходимо одновременно рассматривать содержание

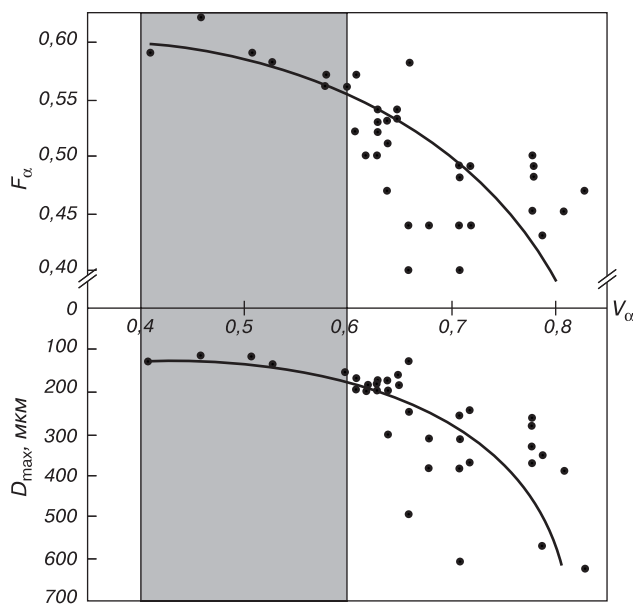


Рис. 4. Влияние объемной доли  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ) на компактность ( $F_\alpha$ ) и размер конгломератов ( $D_{\max}$ )

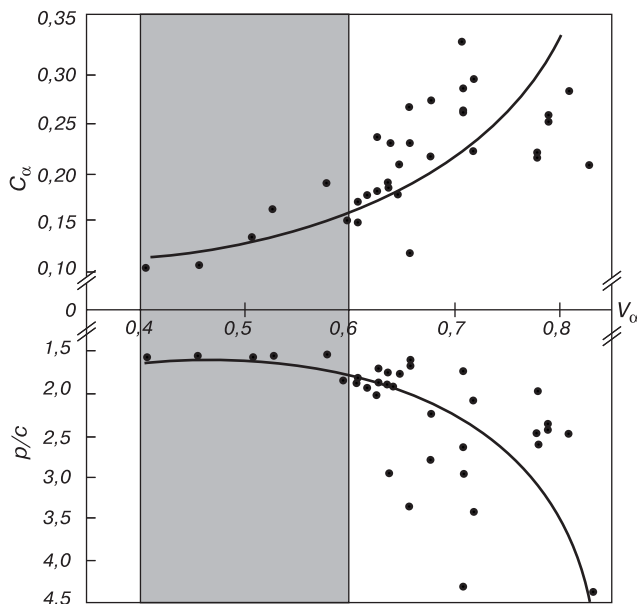


Рис. 5. Влияние объемной доли  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ) на связанность глобул ( $C_\alpha$ ) и разветвленность конгломератов ( $p/c$ )

$\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ), размер ( $D_{\max}$ ) и морфологию конгломератов ( $F_\alpha$ ,  $p/c$ ), а также связанность глобул в конгломератах ( $C_\alpha$ ). Поэтому требуется комплексная оценка всех пяти параметров с учетом того, что их значения изменяются в различных диапазонах. Нами предложен один из вариантов подобной оценки тиксотропной структуры с применением нормированных пиктограмм.

В результате исследований тиксотропных материалов было установлено, что глобулярной мелкодисперсной, неразветвленной тиксотропной структуре с умеренным содержанием и связанностью  $\alpha$ -фазы (рис. 6, а) соответствует корончатая форма нормированной пиктограммы (рис. 6, б), вершины которой соответствуют значениям  $V_\alpha$  (0,65),  $F_\alpha$  (0,54),  $C_\alpha$  (0,207), а минимумы —  $D_{\max}$  (164 мкм),  $p/c$  (1,96). Такую структуру впоследствии будем называть благоприятной тиксотропной структурой.

### Выводы

*Разработан комплексный критерий тиксотропной структуры в виде нормированных пиктограмм, представляющий совокупность объемной доли  $\alpha$ -фазы ( $V_\alpha$ ), размера ( $D_{\max}$ ) и морфологии конгломератов ( $F_\alpha$ ,  $p/c$ ), а также связанности глобул в конгломератах ( $C_\alpha$ ). Форма нормированной пиктограммы позволяет описать одновременное изменение всех характеристик  $\alpha$ -фазы в результате ее огубления при повторном нагреве сплава и тем самым может характеризовать качество тиксотропной структуры.*

*Применение предложенного критерия для оценки качества тиксотропной структуры с целью оптимизации промышленной технологии ОСПТС будет рассмотрено в следующей части статьи.*

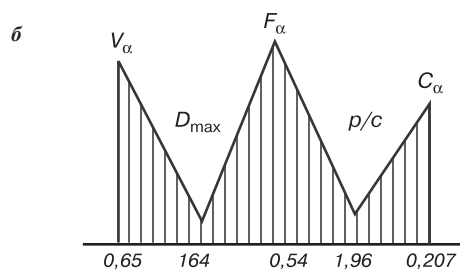
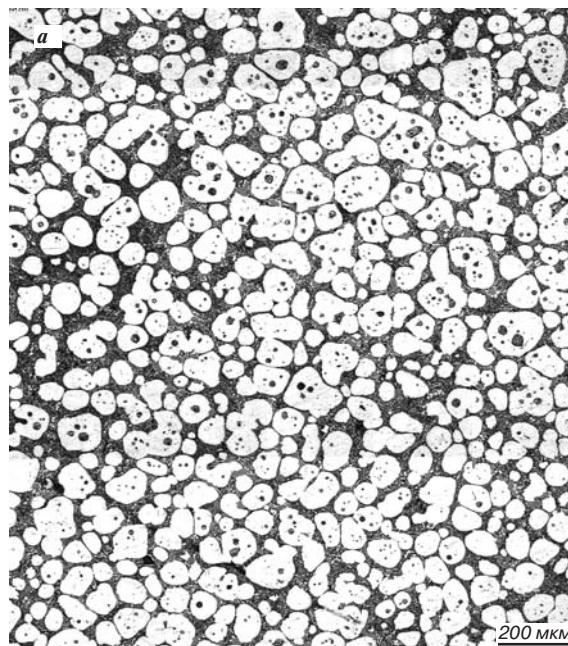


Рис. 6. Тиксотропная структура сплава АК7 (а) с соответствующей пиктограммой (б)

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Spencer D. B., Mehrabian R., Flemings M. C. // Metall. Trans. 1972. Vol. 3. P. 1925–1932.
- Mehrabian R., Flemings M. C. // Trans. AFS Die Casting Eng. 1973. Vol. 80. P. 173–182.
- Fan Z. // Int. Mater. Rev. 2002. Vol. 47, N 2. P. 49–85.
- Flemings M. C. // Metall. Sci. Technol. 2000. Vol. 18, N 2. P. 3–4.
- Kapranos P. // SRI Cons. Business Intelligence, Business Opportunities in Technology Commercialization. 2001. March. P. 6–9.
- Flemings M. C., Riek R. G., Young K. P. // Mater. Sci. Eng. 1976. Vol. 25. P. 103–117.
- Rice C. S., Mendez P. F. // Adv. Mater. Processes. 2001. October. Vol. 159, N 10. P. 49–52.
- Yurko A. J., Martinez R. A., Flemings M. C. // Metall. Sci. Technol. 2003. June. Vol. 21, N 1. P. 10–15.
- Kaufmann H., Wabusseg H., Uggowitzer P. J. Metallurgical and Processing Aspects of the NRC Semi-Solid Casting Technol. // Die Casting and Technol. 2001. September.
- Wilson P. W., Kattamis T. Z., Siohara Y. // Mater. Sci. Eng. 1988. Vol. 131. P. 265–275.
- Salvo L., Suery M., Charentenary Y., Loue W. // Proc. of the 4th Intern. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites. — Sheffield. 1996. June. P. 10–15.
- Gullo G. C., Steinhoff K., Uggowitzer P. J. // Mater. Sci. Forum. 2000. Vol. 331–337. P. 325–340.
- Margarido M., Robert M. H. // J. Mater. Process. Technol. 2003. Vol. 133. P. 149–157.
- Nafisi S., Gromashchi R. // JOM. 2006. June. P. 24–30.
- Kazakov A. A., Andreeva S. V., Kazakova E. I. // 9th European Congr. on Stereology and Image Analysis and 7th Intern. Conf. on Stereology and Image Analysis in Mater. Science. — Zakopane (Poland). 2004. May. Vol. 2. P. 38–43.
- Салтыков С. А. Стереометрическая металлография. — М.: Металлургия, 1976. — 271с.
- Kazakov A. A. // Adv. Mater. & Processing. 2000. March. Vol. 3. P. 31–34.
- Lifshitz I. M., Slyozov V. V. // J. Phys. and Chem. Solids. 1961. Vol. 19. P. 35–50.
- Wagner, C. // Z. Elektrochem. 1961. Bd. 65, N 7/8. P. 581–592.
- Wan G., Sahn P. R. // Acta Metall. Mater. 1990. Vol. 38, N 6. P. 967–972.
- Tzimas E., Zavaliangos A. // Mater. Sci. and Eng. 2000. A 289. P. 228–240.



22. **Burgos G. R., Alexandrou A. N., Entov V.** // J. Mat. Processing Technol. 2000. June. P. 164–176.
23. **Atkinson H. V.** // Prog. mater. sci. 2004. Apr. P. 341–412.
24. **Liu T. Y., Atkinson H. V., Kapranos P.** et al. // Metall. and Mater. Trans. A. 2003. 34 A. P. 1545–1554.
25. **Niroumand B., Xia K.** // Mater. Sci. and Eng. Trans. A. 2000. P. 70–75.
26. **Kazakov A. A., Luong N. H.** // Mater. Characteriz. 2001. Vol. 46. P. 155–161.
27. **Tzimas E., Zavaliangos A.** // J. Mater. Sci. 2000. Vol. 35. P. 5319–5329.
28. **Bhadeshia D. H.** // Mater. Sci. & Metall. Pt 2. Metallography. P. 1–8.
29. **Vander Voort** // Presentation on seminar in SPSPU. February. — SPB., 2004. P. 10–12.
30. **Ito Y., Flemings M. C., Cornie J. A.** Nature and Properties of Semi-Solid Materials / ed. J. A. Sekhar, J. Dantzig. — Warrendale (Pa.): TMS, 1991. P. 3–17.

#### ESTIMATION OF MICROSTRUCTURE QUALITY OF THIXOTROPIC MATERIALS. PART 1.

**A. A. Kazakov, E. I. Kazakova, G. V. Geller**

Semi-Solid Metal Forming is considered as progressive technology, developing mainly abroad, for manufacture of light high-strength components with complicated geometrical shape and high quality of surface. Undertaken investigation presents developed techniques based on measurements with usage of Thixomet image analyzer and provided adequate quantitative description of structure A356 thixotropic.

**Key words:** thixoforming, rheocasting, feedstock material, reheating, thixotropic material, thixotropy, quality of thixotropic structure. 



## ООО Издательство «Олимпия»

предлагает Вам подарочные издания книг:

1. А. Дюма. **Большой кулинарный словарь**. Цена 1500 руб.
2. А. Леман. **Теория бильярдной игры**. Подарочное издание. Цена 1500 руб.  
Эксклюзивный вариант (в переплете из натуральной кожи, с серебряными инкрустациями, элементами оформления из кости мамонта). Цена 27 000 руб.
3. Первая книга из серии «**Библиотека русской охотничьей книги**». В коробе, кожаном переплете с серебряной накладкой. Тираж 31 экз. Цена 63 000 руб.
4. У. Шекспир. **Венецианский купец**.  
Подарочный вариант. Тираж 200 экз. Цена 7000 руб.  
VIP-вариант (кожаный переплет, футляр, ручная работа, тираж 50 экз.). Цена 12 000 руб.
5. Большая Олимпийская энциклопедия. В 2-х томах. Цена 1600 руб.
6. А. Моруа. **Три Дюма**. Романизированная биография Александра Дюма. Цена 330 руб.
7. Ал. Алтаев. **Впереди веков**. Романизированная биография Леонардо да Винчи. Цена 253 руб.
8. Жан Жюль-Верн. **Жюль Верн**. Биография известного французского писателя-фантаста, написанная его внуком. Цена 253 руб.
9. А. Скабичевский. **Жизнь и смерть Лермонтова**.  
Кроме документальной повести о жизни великого русского поэта в книге приводятся материалы уголовного дела о дуэли Лермонтова с Мартыновым. Цена 253 руб.
10. Братья Гримм. **Полное собрание сказок**. В 2-х томах. Подарочное издание с иллюстрациями немецких художников XIX в. Цена 1800 руб.

*Наши книги можно приобрести во всех центральных книжных магазинах Москвы, Санкт-Петербурга и других городов России.*

Вы можете также сделать заказ через наш сайт:

[www.olimppress.ru](http://www.olimppress.ru)

по электронной почте

[olimppress@yandex.ru](mailto:olimppress@yandex.ru)

либо по телефону: (495) 983-35-34(38),

а также непосредственно в издательстве по адресу:

117292, г. Москва, ул. Профсоюзная, д. 2, офис 1, 1-й этаж,  
метро «Академическая» (1-й вагон из центра).