

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ»
НАЦИОНАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА
«КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»

На правах рукописи

Дуюнова Виктория Александровна

**НАУЧНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ РАЗРАБОТКИ
ВЫСОКОПРОЧНЫХ ЖАРОПРОЧНЫХ ЛИТЕЙНЫХ МАГНИЕВЫХ
СПЛАВОВ НОВОГО ПОКОЛЕНИЯ С ПОВЫШЕННОЙ ПОЖАРНОЙ
БЕЗОПАСНОСТЬЮ**

2.6.1. – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

диссертация на соискание ученой степени

доктора технических наук

г. Москва – 2026 г.

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ	6
ГЛАВА 1. Современное состояние вопроса и требования к литейным магниевым сплавам нового поколения для изделий авиационной техники	16
1.1 Традиционные литейные магниевые сплавы и их применение в авиации	16
1.2 Жаропрочные литейные магниевые сплавы	18
1.3 Пожаробезопасные литейные магниевые сплавы	21
1.4 Влияние фазового состава и структуры на свойства	23
1.4.1 Промежуточные фазы в металлических системах	23
1.4.2 Основные характеристики редкоземельных элементов	25
1.4.3 Энергетическое состояние кристаллической решетки	28
1.4.4 Сила межатомной связи и электронной концентрации	31
1.4.5 Влияние дефектов	32
1.4.6 Влияние размера зерна	34
1.4.7 Распад пересыщенного твердого раствора	35
1.4.8 Влияние редкоземельных элементов	37
1.4.9 Влияние фазового состава и структурного состояния на огневые характеристики магниевых сплавов	39
1.5 Проблемы промышленного внедрения литейных магниевых сплавов	41
Выводы по главе 1	42
ГЛАВА 2 Объекты и методы исследований	44
2.1 Исследуемые материалы	44
2.2 Методы испытаний	46
2.2.1 Методика моделирования фазовых превращений	46
2.2.2 Методика проведения дифференциальной сканирующей калориметрии	47

2.2.3 Методика проведения исследований на растровом электронном микроскопе	48
2.2.4 Методика проведения исследований на просвечивающем электронном микроскопе	48
2.2.5 Методика проведения рентгеноструктурного анализа	49
2.2.6 Методика проведения механических испытаний	49
2.2.7 Методика проведения коррозионных испытаний	50
2.2.8 Методика проведения огневых испытаний	51
ГЛАВА 3. Исследование влияния состава и технологических параметров изготовления на структурное состояние и комплекс физико-механических, жаропрочных характеристик высокопрочных литейных магниевых сплавов	52
3.1 Исследование и выбор системы легирования литейного магниевых сплава системы Mg-PЗЭ-Zr с повышенной температурой воспламенения	52
3.2 Получение линейных зависимостей влияния основных редкоземельных легирующих элементов для разработки математических моделей прогнозирования свойств литейного магниевых сплава системы Mg-PЗЭ-Zr с повышенной температурой воспламенения	79
3.3 Разработка математической модели прогнозирования свойств сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr	84
Выводы по главе 3	114
ГЛАВА 4. Разработка состава, технологии изготовления и термической обработки нового высокопрочного жаропрочного литейного магниевых сплава	117
4.1 Компьютерное моделирование термодинамических процессов фазовых превращений опытного состава магниевых сплава с использованием специализированного программного комплекса	117
4.2 Экспериментальные исследования структуры и фазового состава опытного состава высокопрочного магниевых сплава	119

4.3 Экспериментальные исследования структуры и свойств в зависимости от параметров термической обработки	123
4.4 Экспериментальные исследования структуры и свойств сплава ВМЛ_оп при пережоге	161
4.5 Оценка поведения сплава ВМЛ_оп при проведении огневых испытаний	169
4.6 Исследование прочностных свойств и структуры пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26 после эксплуатационных нагревов	184
Выводы по главе 4	195
ГЛАВА 5. Промышленное опробование высокопрочного магниевого сплава выбранного состава	199
5.1 Разработка технологии изготовления отливок из высокопрочного магниевого сплава выбранного состава	201
5.1.1 Разработка технологических параметров выплавки магниевых сплавов в индукционных печах с использованием защитной газовой среды	201
5.1.2 Разработка технологии выплавки магниевого сплава ВМЛ26 с использованием фильтрации на индукционной плавильной установке.	208
5.1.3 Разработка технологии исправления литейных дефектов методом газодинамического напыления применительно к отливкам и деталям	225
Выводы по главе 5	236
ГЛАВА 6. Расширение научной концепции комплексного легирования магниевых сплавов на многокомпонентные системы Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr	238
6.1 Предварительный выбор системы легирования, оценка его свойств и структуры	238
6.2 Исследование влияния введения добавок кадмия в жаропрочный литейный магниевый сплав, легированный РЗЭ, на его структуру и свойства	251

6.3 Проведение испытаний и сравнительного анализа прочностных характеристик серийных жаропрочных и новых литейных магниевых сплавов с повышенной температурой воспламенения	266
Выводы по главе 6	272
Основные выводы по работе	273
Разработанная нормативная документация	276
Список сокращений и условных обозначений	278
Нормативные ссылки	280
Список литературы	283

Введение

Одним из ключевых направлений реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» является разработка и применение материалов пониженной плотности. К традиционным для авиационной отрасли широко распространенным в настоящее время легким конструкционным металлическим материалам можно отнести алюминиевые и титановые сплавы. Ввиду их высоких удельных характеристик они успешно применяются практически в 90-% воздушного транспортного средства при изготовлении обшивки, внутреннего набора, системе рулевого управления, элементов двигателя [1-6].

Однако повсеместное использование указанных материалов ведет к формированию ключевой проблемы современного авиастроения - переутяжелению воздушного судна, поиск решения которой должен быть направлен на использование материалов, обеспечивающих весовую эффективность при сохранении ресурса, надежности и безопасности эксплуатации [7-12].

В связи с этим при проектировании новых и модификации серийных изделий в качестве материалов все чаще начали рассматривать магниевые сплавы, повсеместно замененные в 90-ые на алюминиевые ввиду таких недостатков, как невысокая прочность и жаропрочность, коррозионная стойкость, технологические сложности при плавке, воспламеняемость.

В сравнении с алюминиевыми сплавами применение магниевых сплавов обеспечивает меньшую удельную массу и более высокие удельные прочностные характеристики, и при замене деталей из алюминиевых сплавов приводят к повышению весовой эффективности до 30 %. Однако дальнейшее их распространение сдерживается некоторыми недостатками, а именно высокая способность магния и большинства сплавов на его основе к воспламенению, недостаточно высокие прочностные и жаропрочные характеристики, низкая температура эксплуатации, высокая склонность к коррозионным поражениям [13-16]. Указанные недостатки ограничивают применение магниевых сплавов в авиационной технике, в большей степени применяясь при изготовлении

конструктивных элементов вне зон с повышенной пожарной опасностью, а также в ненагруженных или средненагруженных узлах, работающие в широком диапазоне температур – от криогенных (от минус 196 °С), до высоких (плюс 400 °С) в зависимости от системы легирования.

Например, на протяжении длительного времени применение магниевых сплавов в пассажирских кабинах воздушных судов находилось под запретом. Техническим стандартом TSO C127 предусматривалось только применение материалов, соответствующих требованиям AS 8049, разработанного Международным обществом автомобильных инженеров, пунктом 3.3.3 которого регламентировался запрет на применение магниевых сплавов. При этом под магниевыми сплавами понимались твёрдые материалы, содержащие не менее 10 % магния.

Одним из факторов, ограничивающих применение магниевых сплавов в авиационной технике, является их склонность к воспламенению. Несмотря на сравнительно невысокую теплоту сгорания магния (25 кДж/г) по сравнению с алюминием (31,087 кДж/г), в реальных условиях пожара алюминиевые изделия, как правило, лишь плавятся, тогда как магниевые способны инициировать интенсивное горение с формированием очага температурой свыше 2500 °С. Причина такого различия заключается в особенностях строения оксидных пленок. Оксид алюминия формирует плотный барьерный слой, препятствующий дальнейшему окислению металла. Оксид магния, напротив, имеет рыхлую и газопроницаемую структуру, облегчающую доступ кислорода к металлической основе и способствующую развитию реакции [17-22, 233].

Получение возможных весовых преимуществ в случае применения магниевых сплавов взамен алюминиевых инициировало проведение работ, как в России, так и за рубежом, в области разработки систем легирования, благоприятно влияющих как на повышение основных служебных характеристик, так и способствующих повышению порога воспламеняемости и рабочей температуры эксплуатации [23-28]. Таким образом, актуальность настоящей работы определяется необходимостью разработки принципиально новых отечественных

литейных магниевых сплавов, технологий их производства и термической обработки, соответствующих современным требованиям безопасности, обладающих требуемым уровнем свойств и превосходящих по минимальным значениям серийные и зарубежные сплавы-аналоги.

Работа выполнена в соответствии со стратегическими направлениями развития материалов и технологий для авиационной промышленности до 2030 года – 8.4 «Высокопрочные коррозионностойкие свариваемые магниевые и литейные алюминиевые сплавы для изделий авиакосмической техники нового поколения» и 10.10 «Энергоэффективные, ресурсосберегающие и аддитивные технологии изготовления деформированных полуфабрикатов и фасонных отливок из магниевых и алюминиевых сплавов.

Цель работы

Разработка научно-технологических основ разработки высокопрочных жаропрочных литейных магниевых сплавов нового поколения с повышенной пожарной безопасностью, работоспособных при температурах до 350 °С.

Для достижения указанной цели в работе необходимо было решить следующие задачи:

- определить и научно обосновать концентрационные области легирования редкоземельными элементами Y, Nd, Gd литейных высокопрочных жаропрочных магниевых сплавов с повышенной пожарной безопасностью;

- разработать технологические параметры плавки новых литейных магниевых сплавов и литья из них деталей с равномерным распределением легирующих элементов;

- разработать температурно-временные параметры термической обработки, обеспечивающие формирование в структуре литейных магниевых сплавов нанодисперсных метастабильных упрочняющих фаз;

- определить закономерности изменения свойств литейных магниевых сплавов после воздействия длительных (100, 500 и 1000 ч) эксплуатационных нагревов;

- разработать методики испытаний и определить огневые характеристики литейных магниевых сплавов нового поколения;

- провести общую квалификацию (паспортизацию) литейных магниевых сплавов нового поколения.

Научная новизна

1. Научно обоснована концепция комплексного легирования новых литейных магниевых сплавов системы Mg-PЗЭ-Zr, предусматривающая целенаправленное соотношение концентраций редкоземельных элементов цериевой и иттриевой подгрупп, технологических режимов изготовления, включая термическую обработку, для управляемого формирования структурно-фазового состояния и обеспечения одновременного повышения характеристик кратковременной прочности, длительной прочности и температуры воспламенения.

2. Установлены закономерности формирования пересыщенного твердого раствора и его распада в многокомпонентных магниевых сплавах системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr в зависимости от природы редкоземельных элементов и параметров термической обработки. Показано, что элементы иттриевой подгруппы обеспечивают более выраженное твердорастворное упрочнение и формирование термостабильных интерметаллидных фаз по сравнению с элементами цериевой подгруппы.

3. Установлено, что снижение интенсивности дифракционных линий упрочняющей интерметаллидной фазы β_1 ($Mg_3(Zn, PЗЭ)$) в термически обработанных литейных магниевых сплавах обусловлено переходом значительной части выделений этой фазы в наноразмерное (рентгеноаморфное) состояние. Показано, что данный параметр может использоваться как интегральный критерий оценки степени дисперсионного упрочнения магниевых сплавов.

4. Установлена последовательность распада пересыщенного твердого раствора в магниевом сплаве системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr с образованием комплекса метастабильных фаз $\beta_T \rightarrow \beta' \rightarrow \beta_1$ и пластинчатых γ' и γ'' фаз, формирующихся в объеме и по границам зерен. Экспериментально установлены

ориентационные соотношения β_1 -фазы с матрицей α -Mg (ORI \rightarrow ORII) и механизм их эволюции при росте и изменении состава выделений этой фазы. Показана роль интерметаллидов циркония (Zr_3Zn_2 , Zr_2Zn , $ZrMn_2$) как центров гетерогенного зарождения β_1 -фазы, определяющих кинетику распада и формирование зон, свободных от выделений.

5. Установлено, что максимальный упрочняющий эффект литейных магниевых сплавов достигается при старении в интервале температур 220-250 °C в случае легирования с преобладанием тяжелых РЗЭ и в интервале 190-210 °C при легировании с преобладанием элементов цериевой подгруппы. Показано, что распад пересыщенного твёрдого раствора в магниевых сплавах носит диффузионно-контролируемый характер и сопровождается различной скоростью выделения интерметаллидных фаз, сдвигом температур начала выделения фаз и различной их термической стабильностью.

6. Впервые разработаны и экспериментально подтверждены математические модели прогнозирования механических характеристик при комнатной и повышенных температурах (250 и 300 °C) многокомпонентных магниевых сплавов системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr в зависимости от химического состава и соотношения редкоземельных элементов. Показано, что расхождение расчетных и экспериментальных данных не превышает 10-15 %, позволяя использовать модели для разработки составов сплавов с заданным уровнем свойств.

7. Раскрыт механизм повышения пожаробезопасности магниевых сплавов системы Mg-РЗЭ-Zr, заключающийся в формировании термостабильных РЗЭ-содержащих фаз и модификации структуры оксидной пленкой, обеспечивающей повышение температуры воспламенения до 800 °C и выше.

8. Экспериментально доказано, что в системе легирования многокомпонентных магниевых сплавов системы Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr происходит перераспределение вкладов твердорастворного и дисперсионного механизмов упрочнения без изменения принципиального характера структурообразования.

Достоверность полученных результатов обеспечивается использованием современного аттестованного оборудования и комплекса апробированных методов исследования, а также метрологическим обеспечением применяемых экспериментальных установок. Надежность результатов подтверждается большим объемом экспериментальных данных, их воспроизводимостью и проведением статистической обработки полученных результатов. Полученные зависимости и установленные закономерности согласуются с современными представлениями о структуре, фазообразовании и механизмах упрочнения жаропрочных литейных магниевых сплавов, легированных редкоземельными элементами, а также не противоречат результатам отечественных и зарубежных исследований, опубликованных в научно-технической литературе.

Практическая значимость

Полученные в работе результаты обеспечивают создание научно-технологической базы для разработки и промышленного применения высокопрочных жаропрочных литейных магниевых сплавов нового поколения с повышенной температурой воспламенения:

1. Разработаны и опробованы в серийном производстве АО «МКБ «Факел», НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, ПАО «Ил», ООО «ЛМЗ «АвиаЛит», литейные магниевые сплавы нового поколения систем Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr и Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr (ВМЛ27, ВМЛ26, ВМЛ25), обладающие повышенными по сравнению с серийными магниевыми сплавами прочностными характеристиками в 1,3 раза, жаропрочностью на 10-15 % и температурой воспламенения на 150 °С, и порошковые композиции для устранения литейных дефектов на отливках из магниевых сплавов с отношением прочности образцов с напылением к прочности основного материала не менее 0,86.

2. Разработаны технологические параметры плавки, литья и термической обработки многокомпонентных магниевых сплавов, обеспечивающие равномерное распределение редкоземельных элементов, снижение химической неоднородности и формирование мелкодисперсной структуры без образования избыточной эвтектики.

3. Разработаны методики проведения огневых испытаний литейных магниевых сплавов с повышенной температурой воспламенения, позволяющие оценивать устойчивость материала к воздействию пламени с температурой свыше 1000 °С, определять критерии самозатухания, оценивать пожаробезопасность по характеристике потери массы после воздействия пламени.

4. Выпущены патенты на разработанные высокопрочные жаропрочные литейные магниевые сплавы [228, 229, 236, 237], порошковую композицию для газодинамического напыления на изделия из магниевых сплавов [232], плавку и литье магниевых-циркониевых сплавов [238].

5. На новые литейные высокопрочные жаропрочные магниевые сплавы с повышенной температурой воспламенения марок ВМЛ26, ВМЛ25 выпущены паспорта, которые являются квалификационными документами, содержащими полный комплекс сведений о материалах, устанавливающие возможность использования разработанных материалов в конструкциях авиационной техники и их преимущества перед ранее разработанными материалами с указанием условий и областей их применения, а также технические условия (ТУ) на эти сплавы, технологические инструкции (ТИ) и рекомендации (ТР) на плавку сплавов, литье деталей из сплавов, термическую обработку деталей, методические материалы (ММ) на проведение огневых испытаний (паспорт на сплав – 2 шт.; ТУ- 5 шт., ТР – 5 шт., ТИ – 3 шт., ММ – 3 шт.).

Основные направления в работе, выполненные лично автором и вынесенные на защиту

1. Разработка научно-технологических основ комплексного легирования литейных магниевых сплавов системы Mg-PЗЭ-Zr на основе целенаправленного соотношения редкоземельных элементов (Nd, Ce, Y, Gd, Dy, Er), технологических режимов изготовления, включая термическую обработку, для управляемого формирования структурно-фазового состояния и обеспечения одновременного повышения прочности, жаропрочности и пожаробезопасности.

2. Разработка и экспериментальная верификация математических моделей прогнозирования механических и жаропрочных характеристик многокомпонентных магниевых сплавов системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr в зависимости от их химического состава и соотношения редкоземельных элементов.

3. Механизмы повышения пожаробезопасности магниевых сплавов, основанные на формировании термостабильных РЗЭ-содержащих фаз и модификации структуры оксидной пленки, обеспечивающей повышение температуры воспламенения.

4. Разработка технологических режимов изготовления и параметров термической обработки многокомпонентных магниевых сплавов, обеспечивающих формирование дисперсной термостабильной структуры и устойчивость прочностных характеристик при эксплуатационных нагревах.

Личный вклад автора

Диссертационная работа является обобщением научных изысканий и результатов многолетних исследований в области разработки магниевых сплавов с повышенной температурой воспламенения, обладающих повышенным комплексом прочностных и жаропрочных характеристик. Основная часть экспериментальных и аналитических исследований выполнена лично автором либо при его непосредственном участии с участием сотрудников и аспирантов лаборатории «Магниевые и литейные алюминиевые сплавы» и лабораторий ИЦ НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ.

Личный вклад автора состоит в определении направлений исследований, подготовке плана проведения работ, обобщении, систематизации и анализе результатов экспериментальных исследований и испытаний, решении задач по разработке нового поколения литейных магниевых сплавов с повышенными прочностными и жаропрочными характеристиками, работоспособных при температурах до 350 °С и обладающих повышенной температурой воспламенения, равной не менее 800 °С. Автором разработаны составы исследуемых

многокомпонентных сплавов, обоснованы параметры плавки, литья и режимы термической обработки.

Апробация результатов работы

Результаты и основные положения диссертационной работы представлены на научно-технических конференциях:

- III Международный Форум новых материалов, химии и технологий AMTEXPO 2026 (г. Москва);

- Международная научно-техническая конференция «Новые материалы и технологии глубокой переработки сырья – основа инновационного развития экономики России», приуроченная к знаменательной дате – 90-летию со дня основания федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2022;

- III Всероссийская научно-техническая конференция «Современные достижения в области создания перспективных легких сплавов и покрытий для авиационной и космической техники», посвященная Дню космонавтики, г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2022;

- V Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий авиационной и космической техники», г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2021;

- VII Всероссийская научно-техническая конференция «Роль фундаментальных исследований при реализации стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года», г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2021;

- Всероссийская научно-техническая конференция «Современные достижения в области создания перспективных легких сплавов и покрытий для авиационной и космической техники», г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2021;

- V Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий авиационной и космической техники», г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2021;

- VI Всероссийская научно-техническая конференция «Роль фундаментальных исследований при реализации стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года», г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2021;

- Всероссийская научно-техническая конференция «Металловедение и современные разработки в области технологий литья, деформации и антикоррозионной защиты легких сплавов», г. Москва, НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, 2019.

Публикации

Результаты работы отражены в 24 публикациях, из них 16 - в журналах, входящих в перечень ВАК Минобрнауки России, и получено 6 патентов РФ, отражающих основное содержание работы.

Структура и объем работы.

Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, выводов, списка использованных источников, изложена на 319 страницах машинописного текста, включая 107 рисунков и 79 таблиц. Библиографический список включает 238 наименований.

ГЛАВА 1. Современное состояние вопроса и требования к литейным магниевым сплавам нового поколения для изделий авиационной техники

1.1 Традиционные литейные магниевые сплавы и их применение в авиации

Магниевые сплавы являются самым легким конструкционным металлическим материалом, по удельным характеристикам прочности и жесткости, превосходящим серийные алюминиевые, поэтому их применение особо актуально для обеспечения весовой эффективности изделий авиационной техники [29-38].

По своему назначению, характеристикам и условиям эксплуатации магниевые сплавы в соответствии с системой легирования делятся на высокопрочные (Mg-Zn-Zr), коррозионностойкие (Mg-Al-Zn) и жаропрочные (Mg-PЗЭ-Zr) (таблица 1.1). Типичными представителями данных групп являются получившие широкое серийное распространение в авиационной отрасли литейные магниевые сплавы МЛ5 (высокопрочный), МЛ5пч (высокопрочный коррозионностойкий), МЛ9, МЛ10 и МЛ19 (все – жаропрочные), основные характеристики которых в сравнении с зарубежными аналогами приведены в таблице 1.1.

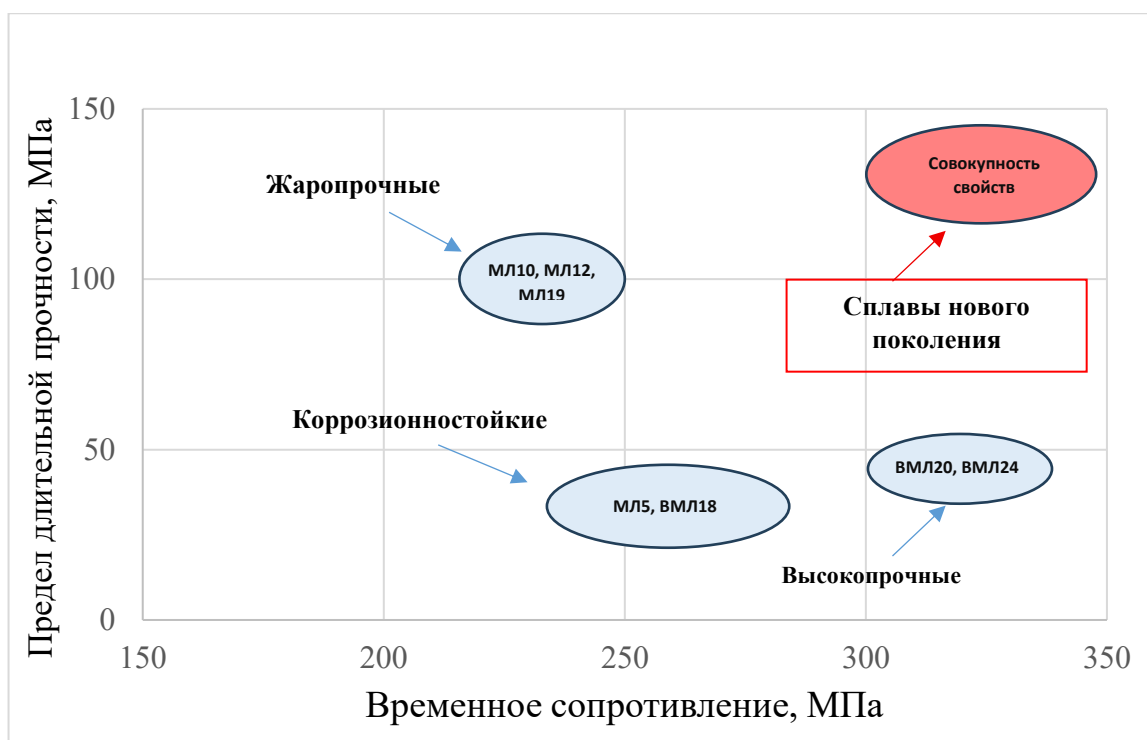


Рисунок 1.1. Общий уровень свойств отечественных литых магниевых сплавов в зависимости от классификации

Таблица 1.1. Основные характеристики серийных отечественных литых магниевых сплавов традиционных систем легирования [38-40].

Марка материала	Наименование характеристики							
	d/σ_B у.е.	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_{100}^{250} , МПа	σ_{100}^{300} , МПа	$T_{воспл.}$	$T_{экспл.}$ (кратковременно)	Коррозия $см^3/см^2$
МЛ5, МЛ5пч (РФ), система Mg-Al-Zn	13,6	235	90	44	-		175	5-12
МЛ9 (РФ), система Mg-P3Э-Zr	13,0	230	110	78,5	34		400	5-7
МЛ10 (РФ), система Mg-P3Э-Zr	13,0	230	140	69	24,5	≈ 700	350	
МЛ19 (РФ), система Mg-P3Э-Zr	12,5	220	120	113	59	≈ 700	400	

В настоящее время для создания нового поколения изделий авиационно-космической техники необходимы материалы с улучшенными эксплуатационными характеристиками, не уступающие зарубежным аналогам. Задача современных отечественных ученых, работающих в этой области, состоит не только в разработке перспективных сплавов на основе легких металлов, но и в создании применительно к ним технологий, позволяющих получить полуфабрикаты с пониженным удельным весом и повышенными прочностными характеристиками.

1.2 Жаропрочные литейные магниевые сплавы

Современной тенденцией развития магниевых сплавов является использование в качестве системы легирования редкоземельных элементов, что подтверждается большим количеством патентов и публикаций зарубежных научных сообществ. Магниевые сплавы системы Mg-PЗЭ-Zr в отличие от других систем легирования (Mg-Al-Zn, Mg-Zn-Zr) обладают значительными преимуществами при их эксплуатации при повышенных температурах. Так, рабочей температурой эксплуатации серийного жаропрочного сплава МЛ19 является 300 °С длительно и 400 °С кратковременно, в то время как высокопрочный сплав МЛ5 работает при температурах до 150 °С длительно и 175 °С кратковременно. Повышение рабочих температур эксплуатации жаропрочных магниевых сплавов обусловлено их фазовым составом и структурными особенностями. Ключевым фактором, влияющим на жаропрочность таких сплавов, является именно использование редкоземельных элементов (РЗЭ), легирование которыми позволяет создать сложнолегированные многокомпонентные твердые растворы и упрочняющие фазы, обладающие повышенной термической стабильностью [38-44].

Не менее важным является применение таких режимов термической обработки, при которых происходит снижение объемной доли легкоплавкой эвтектики в магниевых сплавах, при этом способствующих образованию фаз и соединений на основе РЗЭ, обладающих значительно большей термической стабильностью, чем основной материал, что и обуславливает повышенную

жаропрочность. Кроме того, используемые редкоземельные элементы благоприятно сказываются не только на жаропрочных свойствах магниевых сплавов, но и на прочностных характеристиках. В последних исследованиях жаропрочных магниевых сплавов при изучении структурных особенностей выявлены интерметаллидные β и γ фазы различной модификации (рисунки 1.2, 1.3), которые обеспечивают значительное упрочнение сплава при сохранении достаточного запаса пластичности [44].

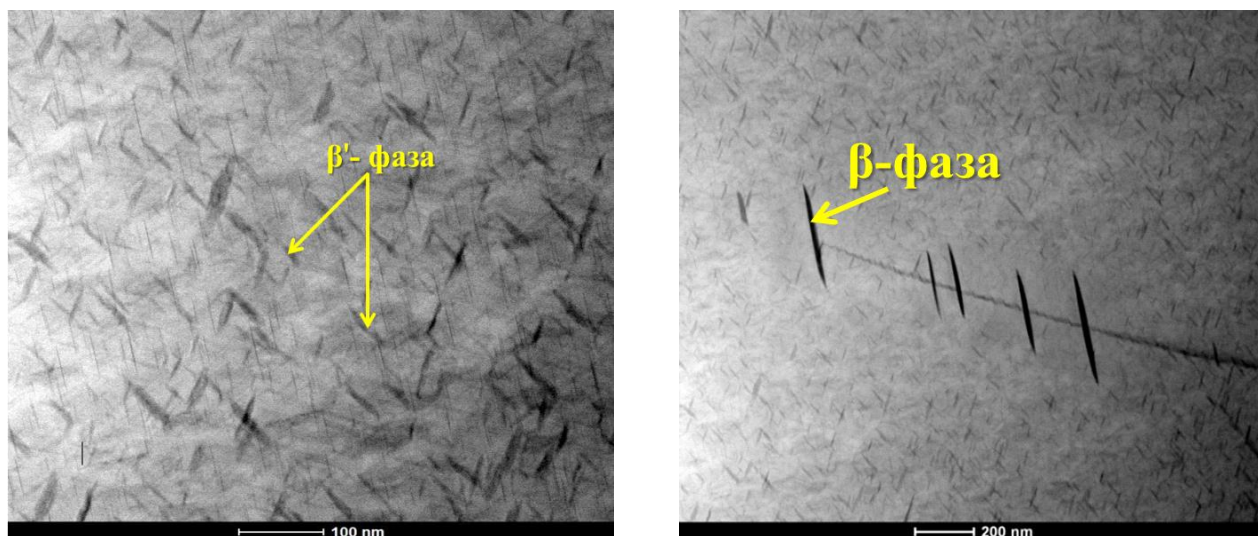


Рисунок 1.2 Фазы β типа в образце жаропрочного сплава МЛ19 в термообработанном по режиму Т6 состоянии

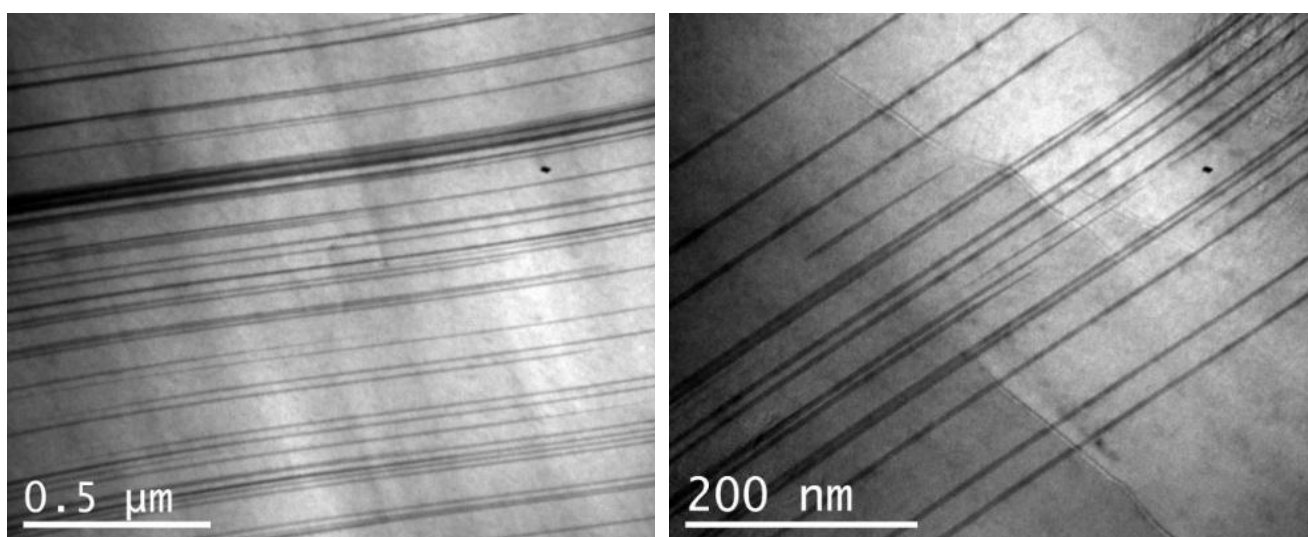


Рисунок 1.3 Фазы γ типа (LPSO) в образце жаропрочного сплава МЛ19 в термообработанном по режиму Т6 состоянии [44]

Однако следует обращать внимание на сбалансированный состав таких сплавов и использовать такое количество редкоземельных элементов, чтобы не допустить повышения плотности сплавов, ограничивающей практическую реализацию и обеспечение преимущества магниевых сплавов перед другими конструкционными материалами. Именно поэтому фактор управления структурно-фазовым состоянием магниевых сплавов системы Mg-РЗЭ-Zr, содержащих в своем составе фазы с повышенной термической стабильностью, является основным, позволяющим сохранить весовые преимущества сплавов на основе магния и добиться повышения прочностных, жаропрочных и коррозионных характеристик [45-48].

Применение диаграмм состояния позволяет определять условия взаимодействия редкоземельных элементов с магнием, устанавливать их растворимость в твердом магнии, ее изменение в зависимости от температуры, выявлять вторичные фазы и условия их образования, подбирать оптимальные концентрации легирующих элементов и режимы термической обработки.

Большая часть диаграмм состояния сплавов магния с редкоземельными элементами в настоящее время частично или полностью изучена, позволяя использовать полученные термодинамические данные в качестве основы для разработки многокомпонентных систем легирования, учитывать взаимное влияние редкоземельных элементов на растворимость в α -Mg, прогнозировать образование эвтектических и интерметаллидных фаз и выбирать рациональные температурные интервалы закалки и старения.

Указанные выше жаропрочные литейные магниевые сплавы марок МЛ9, МЛ10, МЛ19 нашли свое применение при изготовлении деталей двигателестроения (рисунок 1.4), успешная эксплуатация которых в условиях повышенных температур на протяжении многих лет подтвердила преимущества по массе при применении магниевых сплавов, однако дальнейшее их применение ограничено в связи с ужесточением требований по выдержке нагрузок при комнатной и повышенных температурах, повышением минимального порога воспламеняемости и рабочих температур эксплуатации [44].

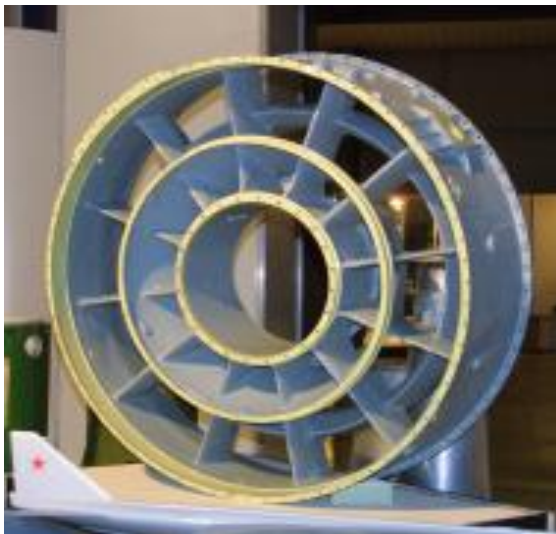
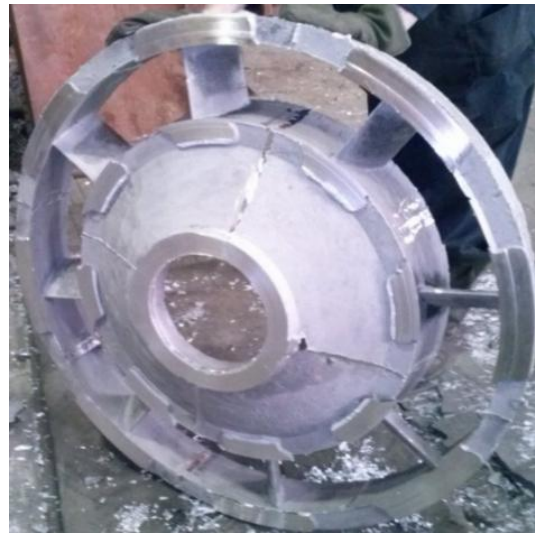


Рисунок 1.4 Корпусные детали двигателя НК-32, изготовленные из серийных жаропрочных литейных магниевых сплавов МЛ9, МЛ10, МЛ19

1.3 Пожаробезопасные литейные магниевые сплавы

Система легирования Mg-P3Э-Zr жаропрочных магниевых сплавов послужила основой исследований, посвященных пожаробезопасным сплавам, т.е. магниевым сплавам, способным воспламеняться при более высоких температурах, в том числе в условиях воздействия открытого пламени, а также подверженным самозатуханию после возгорания в течение короткого промежутка времени [49-56].

Магний обладает высокой химической активностью и большим сродством к кислороду по сравнению с алюминием, в результате чего образуется оксид магния (MgO). Тонкая оксидная пленка сохраняет защитные свойства при температурах до 450 °С. При дальнейшем повышении температуры её устойчивость снижается, что

приводит к постепенному разрушению защитного слоя. Результаты проведённых исследований показывают, что воспламенение становится возможным после достижения температуры плавления эвтектики, при этом существенное влияние на процесс оказывают особенности микроструктуры и фазового состава сплава [56, 234].

Основная роль в обеспечении пожаробезопасности магниевых сплавов принадлежит формированию термостойкой защитной оксидной пленки на поверхности материала, препятствующей интенсивному окислению магниевой матрицы. Введение редкоземельных элементов, таких как иттрий, гадолиний и неодим, способствует образованию сложных оксидных соединений, обладающих большей плотностью и устойчивостью по сравнению с оксидом магния MgO [57-60].

Экспериментальные исследования показали, что легирование магниевых сплавов редкоземельными элементами приводит к повышению температуры воспламенения и замедлению кинетики окисления при нагреве, а также способствует самозатуханию материала после кратковременного воздействия пламени. Существенное влияние на пожаробезопасность оказывает также фазовый состав и морфология вторичных фаз, в частности наличие термостабильных интерметаллидных соединений и LPSO-фаз, препятствующих развитию окислительных процессов [56, 61, 62].

Вместе с тем, несмотря на наличие отдельных публикаций, систематические исследования, устанавливающие взаимосвязь между химическим составом, структурным состоянием и температурой воспламенения литейных магниевых сплавов, в настоящее время отсутствуют. Это ограничивает возможность целенаправленного проектирования пожаробезопасных магниевых сплавов и обуславливает актуальность проведения комплексных экспериментальных исследований в данном направлении.

1.4 Влияние фазового состава и структуры на свойства

1.4.1 Промежуточные фазы в металлических системах

Во многих металлических системах, состоящих из двух и более компонентов, при определенных соотношениях концентраций и температурных условиях наряду с первичным твердым раствором формируются фазы, отличающиеся по химическому составу и кристаллическому строению. Такие фазы принято обозначать как промежуточные. Их образование является следствием ограниченной взаимной растворимости компонентов и определяется совокупностью электронных, кристаллографических и термодинамических факторов [63-66].

Характерным примером является система магний-олово, в которой максимальная растворимость олова в магниевой матрице не превышает ~5 мас. %. При превышении данной концентрации формируется промежуточная фаза состава Mg_2Sn . Несмотря на небольшие различия в атомных радиусах компонентов и вследствие большой разницы электроотрицательностей (~0,6) для системы магний-сурьма интервал существования α -твердого раствора крайне ограничен, а в равновесии с ним присутствует промежуточная фаза Mg_3Sb_2 . Образующиеся в указанных системах соединения Mg_2Sn и Mg_3Sb_2 являются ионными соединениями нормального валентного типа и характеризуются промежуточным характером межатомной связи между ковалентной и ионной, при этом тип их кристаллической решетки близок к решеткам ионных соединений [67-73, 168].

Промежуточная фаза рассматривается как химическое соединение тогда, когда она обладает узким интервалом составов и высокой степенью атомного упорядочения. Если при этом оба компонента являются металлами, такая фаза относится к классу интерметаллических соединений. Интерметаллиды отличаются от твердых растворов фиксированным или близким к стехиометрическому составом, упорядоченным расположением атомов и специфическими физико-механическими свойствами.

В соответствии с положением элементов в периодической системе и характером межатомного взаимодействия интерметаллические соединения условно подразделяют на три основных типа:

1. интерметаллиды с преимущественно металлической связью;
2. интерметаллиды с преобладанием ковалентной составляющей связи;
3. интерметаллиды с выраженной ионной составляющей связи.

Следует отметить, что данная классификация носит условный характер, поскольку во многих интерметаллических соединениях реализуется смешанный тип химической связи [74-77, 86].

Разработка конструкционных сплавов основывается на формировании интерметаллидов, для которых характерен преимущественно металлический тип межатомной связи. Подобные фазы отличаются относительно простой кристаллической структурой, высоким координационным числом, упорядоченным расположением атомов, а также обладают рядом характеристик, типичных для чистых металлов. В общем случае их общий стехиометрический состав описывается формулой A_nB_m . Формирование таких соединений наиболее вероятно в металлических системах с близкими химическими характеристиками компонентов и сравнительно небольшой разницей значений электроотрицательности [71-74, 76, 77].

Согласно [92, 168] основным фактором, определяющим возможность образования металлических твердых растворов и интерметаллидов, является электронное строение взаимодействующих атомов, связанное с их положением в периодической таблице Менделеева. На основе этих представлений сформулирован ряд вторичных факторов, оказывающих существенное влияние на характер фазообразования.

Во-первых, формированию непрерывных или широких областей твердых растворов способствуют близость кристаллической структуры, одинаковое число валентных электронов, а также незначительные различия электроотрицательностей и ионизационных потенциалов элементов. Во-вторых, наиболее благоприятные условия для формирования твердых растворов обеспечиваются при различии

атомных радиусов не более 8-10 % [168]. Увеличение различия атомных радиусов до 10-20 % приводит к росту различий электроотрицательностей и потенциалов ионизации и снижает склонность к образованию твердых растворов, повышая вероятность образования интерметаллидов. В-третьих, различие атомных радиусов более 20 % в совокупности с значительным несоответствием электронных характеристик приводит к ослаблению или исключению взаимодействия элементов в расплавленном состоянии для ряда систем [73, 76, 78-85, 168].

Следовательно, при рассмотрении механизмов формирования твердых растворов и интерметаллических фаз необходимо учитывать комплексное воздействие всех факторов, поскольку их влияние проявляется взаимосвязанно и не может корректно оцениваться по отдельности. Данный вывод подтверждается примерами взаимодействия магния с элементами, обладающими близкими значениями атомных радиусов, но заметно различающимися по электроотрицательности и величине потенциала ионизации. В частности, в системах магния с германием, мышьяком, серой и селеном образование твердых растворов практически не наблюдается, несмотря на близость атомных размеров компонентов. Вместо этого в указанных системах формируются устойчивые химические соединения.

Приведенные закономерности фазообразования имеют принципиальное значение при разработке магниевых сплавов с заданным фазовым составом, поскольку именно контролируемое образование интерметаллических фаз определяет возможности реализации твердорастворного и дисперсионного механизмов упрочнения, а также термическую стабильность структуры.

1.4.2 Основные характеристики редкоземельных элементов

К редкоземельным элементам (РЗЭ) относят группу химически близких элементов IIIA подгруппы периодической системы Д.И. Менделеева, включая скандий, иттрий и элементы лантаноидного ряда – от лантана до лютеция. Сходство их физико-химических свойств связано с особенностями электронного строения атомов, главным образом с конфигурацией внешних электронных оболочек.

Именно это определяет специфику взаимодействия редкоземельных элементов с металлическими матрицами, а также их способность к формированию интерметаллических соединений.

РЗЭ принято условно разделять на две основные подгруппы – иттриевую и цериевую из-за особенностей электронного строения и физико-химических характеристик. Элементы первой половины лантаноидного ряда (от лантана до европия) относят к цериевой подгруппе, элементы второй половины ряда (от гадолиния до лютеция), а также иттрий – к иттриевой. Такое разделение имеет принципиальное значение для металловедения, поскольку элементы иттриевой подгруппы, как правило, проявляют более высокую термическую стабильность интерметаллических фаз и оказывают более выраженное упрочняющее воздействие в магниевых сплавах.

Близость свойств РЗЭ обусловлена сходством конфигурации их электронных оболочек, приведенной в таблице 1.2. Для скандия, иттрия и лантана характерно наличие двух электронов на внешней s-оболочке и одного электрона на незаполненной d-оболочке, что позволяет рассматривать их как переходные металлы. При этом у лантана и последующих элементов лантаноидного ряда начинает заполняться глубокая 4f-оболочка, электроны которой экранированы заполненными 5d- и 6s-оболочками. Такое экранирование приводит к тому, что участие 4f-электронов в химических связях минимально, а основные физико-химические свойства РЗЭ определяются внешними s- и d-электронами.

Таблица 1.2. Конфигурация редкоземельных элементов

Атомный номер	Элемент	n=1		n=2			n=3			n=4				n=5			n=6
		1s	2s	2p	3s	3p	3d	4s	4p	4d	4f	5s	5p	5d	6s		
21	Sc	2	2	6	2	6	1	2									
39	Y	2	2	6	2	6	10	2	6	1		2					
57	La	2	2	6	2	6	10	2	6	10		2	6	1	2		
58	Ce	2	2	6	2	6	10	2	6	10	2	2	6		2		
59	Pr	2	2	6	2	6	10	2	6	10	3	2	6		2		
60	Nd	2	2	6	2	6	10	2	6	10	4	2	6		2		
61	Pm	2	2	6	2	6	10	2	6	10	5	2	6		2		

Атомный номер	Элемент	n=1			n=2			n=3			n=4				n=5			n=6
		1s	2s	2p	3s	3p	3d	4s	4p	4d	4f	5s	5p	5d	6s			
62	Sm	2	2	6	2	6	10	2	6	10	6	2	6		2			
63	Eu	2	2	6	2	6	10	2	6	10	7	2	6		2			
64	Gd	2	2	6	2	6	10	2	6	10	7	2	6	1	2			
65	Tb	2	2	6	2	6	10	2	6	10	8	2	6		2			
66	Dy	2	2	6	2	6	10	2	6	10	10	2	6		2			
67	Ho	2	2	6	2	6	10	2	6	10	11	2	6		2			
68	Er	2	2	6	2	6	10	2	6	10	12	2	6		2			
69	Tm	2	2	6	2	6	10	2	6	10	13	2	6		2			
70	Yb	2	2	6	2	6	10	2	6	10	14	2	6		2			
71	Lu	2	2	6	2	6	10	2	6	10	14	2	6	1	2			

Особенности электронного строения редкоземельных элементов обуславливают их характерные кристаллографические свойства. Большинство РЗЭ, за исключением европия и иттербия, при нормальных условиях имеют гексагональную плотноупакованную кристаллическую решетку. Элементы иттриевой подгруппы обладают структурой типа магния с отношением параметров решетки $c/a \approx 1,6$, что способствует их структурной совместимости с магниевой матрицей. Для элементов цериевой подгруппы характерны существенно большие значения отношения c/a (до $\approx 3,2$), что отражает различия в плотности упаковки и межатомных расстояниях [73-75, 87, 88, 168].

Одной из фундаментальных особенностей редкоземельных элементов является эффект лантаноидного сжатия, проявляющийся в систематическом уменьшении атомных радиусов от лантана к лютецию. Средний металлический радиус атомов РЗЭ уменьшается в указанном ряду приблизительно от $1,87 \text{ \AA}$ до $1,73 \text{ \AA}$, что связано с ростом эффективного заряда ядра при заполнении 4f-оболочки и усилением притяжения электронов к ядру [76, 77, 168]. Данное явление оказывает существенное влияние на растворимость РЗЭ в магнии и на характер формируемых интерметаллических соединений.

Редкоземельные элементы являются одними из наиболее эффективных легирующих компонентов магниевых сплавов, применяемых для повышения

жаропрочности и термической стабильности структуры. Их введение в магниевую матрицу приводит к реализации твердорастворного упрочнения, а также к формированию термостабильных интерметаллидных фаз, сохраняющих эффективность при повышенных температурах. При этом влияние конкретных РЗЭ на фазовый состав и свойства магниевых сплавов определяется совокупностью их атомного радиуса, электроотрицательности и потенциала ионизации [67, 73, 74, 76].

Анализ металлохимических характеристик редкоземельных элементов позволяет сделать вывод о том, что определяющее влияние на их способность образовывать твердые растворы и интерметаллидные фазы в магниевых сплавах оказывают такие параметры, как атомный радиус, электроотрицательность и потенциал ионизации, которые в совокупности позволяют обеспечить формирование требуемого фазового состава и свойств жаропрочных магниевых сплавов.

1.4.3 Энергетическое состояние кристаллической решетки

Введение легирующих элементов в кристаллическую решетку магния с образованием твердого раствора замещения сопровождается искажением ее параметров вследствие различия атомных радиусов легирующих элементов и атомов магния. При замещении атома магния в узле гексагональной плотноупакованной решетки α -Mg легирующий элемент вызывает локальные упругие деформации, приводящие к возникновению полей напряжений в кристаллической решетке [73, 76, 89-92].

Смещение соседних атомов из положений равновесия сопровождается увеличением потенциальной и, соответственно, свободной энергии кристаллической решетки. В результате для развития пластической деформации требуется дополнительная энергия, необходимая для преодоления упругих полей напряжений, что проявляется в повышении прочностных характеристик сплава. Данный механизм является физической основой твердорастворного упрочнения магниевых сплавов.

Особенностью твердорастворного упрочнения при легировании магния является его высокая термическая стабильность при использовании элементов, обладающих значительным различием атомных радиусов по сравнению с магнием. В условиях длительного воздействия повышенных температур (200-300 °С и выше) элементы, существенно искажающие решетку α -Mg, в меньшей степени способствуют разупрочнению по сравнению с элементами, повышающими прочность преимущественно за счет усиления межатомной связи, но слабо влияющими на параметры решетки. Это обстоятельство имеет принципиальное значение при разработке жаропрочных магниевых сплавов для авиационной техники.

Формирование твердых растворов и интерметаллических соединений в магниевых сплавах определяется диаграммами состояния соответствующих бинарных и многокомпонентных систем. Большинство диаграмм состояния сплавов на основе магния детально изучены и систематизированы в работах исследователей ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН [93-111, 169]. Анализ этих диаграмм показывает, что важнейшим параметром, определяющим растворимость легирующих элементов в магнии и характер фазообразования, является размер атома.

Редкоземельные элементы характеризуются сравнительно большими атомными радиусами, изменяющимися в широком диапазоне от 1,641 до 2,042 Å, тогда как металлический радиус атома магния составляет около 1,602 Å. Такое различие размеров обуславливает значительное искажение кристаллической решетки α -Mg при растворении атомов РЗЭ и, как следствие, высокий потенциал твердорастворного упрочнения.

В таблице 1.3 приведены основные характеристики редкоземельных элементов, включая атомные радиусы и температуры плавления. Анализ представленных данных показывает, что растворимость редкоземельных элементов в твердом магнии в целом возрастает с увеличением атомного номера от 57 до 71, за исключением европия и иттербия, что хорошо коррелирует с эффектом лантаноидного сжатия. Уменьшение атомных радиусов при увеличении атомного

номера РЗЭ способствует более благоприятному включению атомов в магниевую решетку и повышению их растворимости.

Таблица 1.3. Основные характеристики редкоземельных металлов

Элемент	Атомный номер	Плотность, г/см ³	Атомный радиус, Å	Температура плавления, °С
Скандий	21	2,989	1,641	1541
Иттрий	39	4,457	1,803	1522
Лантан	57	6,166	1,877	918
Церий	58	6,771	1,824	798
Празеодим	59	6,772	1,828	931
Неодим	60	7,003	1,822	1021
Самарий	62	7,537	1,802	1074
Европий	63	5,253	2,041	822
Гадолиний	64	7,898	1,801	1313
Тербий	65	8,234	1,783	1356
Диспрозий	66	8,540	1,775	1412
Гольмий	67	8,781	1,767	1474
Эрбий	68	9,045	1,756	1529
Тулий	69	9,314	1,747	1545
Иттербий	70	6,972	1,939	819
Лютеций	71	9,835	1,735	1663
Прометий	61	7,260	1,810	1441

К числу значимых характеристик редкоземельных элементов, используемых в качестве легирующих компонентов для магниевых сплавов, относится их плотность, которая определяется совокупным влиянием относительной атомной массы, атомного радиуса и особенностей упаковки атомов в кристаллической решетке [168], и может повышать плотность конечного сплава, уменьшая это преимущество магниевых сплавов как самого легкого конструкционного материала. Поскольку для РЗЭ характерна высокая плотность упаковки кристаллической структуры, основным фактором, влияющим на величину плотности, становится относительная атомная масса элемента. Наименьшее

значение плотности среди редкоземельных элементов имеет скандий – около $2,99 \text{ г/см}^3$. Относительно невысокой плотностью отличается также иттрий, для которого данный показатель составляет приблизительно $4,46 \text{ г/см}^3$. У элементов лантаноидного ряда с ростом атомного номера и относительной атомной массы закономерно увеличивается и плотность – от $5,25 \text{ г/см}^3$ для европия до $9,84 \text{ г/см}^3$ для лютеция.

Совокупность атомных радиусов, растворимость и плотность редкоземельных элементов имеет принципиальное значение при проектировании магниевых сплавов авиационного назначения, поскольку позволяет обеспечить оптимальное сочетание твердорастворного упрочнения, жаропрочности и удельных характеристик материала. Именно данные факторы во многом определяют выбор конкретных РЗЭ и их сочетаний при разработке новых высокопрочных магниевых сплавов.

1.4.4 Сила межатомной связи и электронной концентрации

Сила межатомной связи в металлических системах не поддается прямой количественной оценке, поскольку определяется совокупным влиянием электронного строения атомов, типа химической связи, кристаллической структуры и степени ее искажения. Вместе с тем, ряд макроскопических характеристик позволяет качественно оценить устойчивость кристаллической решетки и прочность межатомного взаимодействия. Одним из таких параметров является температура плавления, отражающая устойчивость кристаллической решетки и величину энергии, необходимой для разрушения межатомных связей. С увеличением температуры возрастает подвижность атомов, что приводит к ускорению диффузионных процессов и облегчает развитие структурных превращений. В этом контексте высокая температура плавления фаз и компонентов системы может рассматриваться как индикатор высокой силы межатомной связи и термической стабильности структуры [89-91].

При легировании магния редкоземельными элементами, обладающими трехвалентным состоянием и высокой температурой плавления, происходит

увеличение электронной концентрации в кристаллической решетке, сопровождающееся искажением параметров решетки α -Mg и ростом энергии межатомного взаимодействия. Одновременно реализуется твердорастворное упрочнение, а также создаются термодинамические предпосылки для формирования температурно устойчивых интерметаллических фаз.

Редкоземельные элементы характеризуются высокой температурой плавления и значительной энергией связи, что способствует образованию в магниевых сплавах фаз, сохраняющих структурную устойчивость при повышенных температурах. Такие фазы эффективно препятствуют диффузионным процессам и развитию ползучести, что является ключевым фактором обеспечения жаропрочности магниевых сплавов.

Следует отметить, что для реализации указанных эффектов содержание редкоземельных элементов в сплаве должно соответствовать областям фазового равновесия, определяемым диаграммами состояния. Недостаточное содержание РЗЭ ограничивает возможность формирования термостабильных фаз, тогда как избыточное легирование может приводить к образованию крупных интерметаллидных включений, негативно влияющих на пластичность и литейные свойства сплава [72, 74, 86].

Таким образом, оптимизация концентрации редкоземельных элементов и управление характером образующихся фаз являются необходимыми условиями для обеспечения повышенной термостабильности структуры и реализации жаропрочных свойств магниевых сплавов.

1.4.5 Влияние дефектов

Дефекты кристаллической решетки оказывают существенное влияние на механические свойства и термическую устойчивость металлических материалов, особенно в условиях повышенных температур. К основным видам дефектов в магниевых сплавах относятся точечные дефекты (вакансии и примесные атомы), линейные дефекты (дислокации), а также дефекты границ зерен.

Концентрация вакансий в металлической решетке является термодинамически обусловленной величиной и резко возрастает при повышении температуры. Проведение закалки приводит к «замораживанию» повышенной концентрации вакансий, значительно превышающей равновесное значение для комнатной температуры. Наличие избыточных вакансий активизирует диффузионные процессы при последующем нагреве и эксплуатации материала, что способствует ускоренному распаду пересыщенного твердого раствора, коагуляции упрочняющих фаз и, как следствие, снижению жаропрочности.

Дислокации представляют собой линейные дефекты, возникающие в процессе кристаллизации, охлаждения и пластической деформации. В магниевых сплавах с гексагональной плотноупакованной решеткой подвижность дислокаций определяется как кристаллографическими факторами, так и структурным состоянием сплава. При повышенных температурах дислокации способны перемещаться по объему зерен и участвовать в процессах ползучести, что приводит к локальной деформации кристаллической решетки и снижению сопротивления длительному нагружению.

Важной особенностью является то, что высокая степень структурной однородности, характерная для полностью гомогенизированных твердых растворов, может сопровождаться повышенной подвижностью дислокаций при высоких температурах. В отсутствие эффективных препятствий для их движения (дисперсных интерметаллидных фаз, термостабильных выделений, LPSO-фаз) это приводит к снижению жаропрочности материала. Таким образом, чрезмерная гомогенизация структуры без формирования системы термостабильных упрочняющих фаз не обеспечивает высокой устойчивости к ползучести.

Снижение подвижности дислокаций и подавление диффузионных процессов достигается за счет формирования в структуре магниевых сплавов дисперсных интерметаллидных фаз и стабильных фазовых границ, эффективно препятствующих движению дефектов. Управление дефектной структурой посредством оптимизации химического состава и режимов термической обработки

является одним из ключевых условий обеспечения высокой жаропрочности магниевых сплавов [70, 87]

1.4.6 Влияние размера зерна

Характер разрушения магниевых сплавов существенно зависит от температуры нагружения. Известно, что при нормальных температурах разрушение, как правило, протекает преимущественно по телу зерен твердого раствора, тогда как при повышенных температурах доминирующим механизмом становится межзеренное разрушение, связанное с активизацией диффузионных процессов вдоль границ зерен [87, 88].

В условиях высокотемпературного нагружения периферийные области зерен твердого раствора играют определяющую роль в процессах ползучести. Границы зерен характеризуются повышенной плотностью дефектов кристаллической решетки, локальными искажениями, а также повышенной концентрацией вакансий, что делает их предпочтительными путями для диффузионного массопереноса. В результате развитие ползучести и разрушения при высоких температурах происходит преимущественно по границам зерен, а не в объеме зерен.

Размер зерна оказывает существенное влияние на кинетику этих процессов. В многофазных литейных магниевых сплавах формирование вторичных фаз по границам зерен приводит к их эффективному закреплению и снижению подвижности границ. В этом случае границы зерен перестают быть свободными путями для диффузии, что замедляет развитие ползучести и повышает жаропрочность. Именно этим объясняется тот факт, что при наличии термостабильных фаз по границам зерен мелкозернистая структура может обеспечивать более высокую жаропрочность по сравнению с крупнозернистой [88-92].

Комплексное легирование магниевых сплавов редкоземельными элементами цериевой и иттриевой подгрупп способствует формированию по границам зерен фаз, обладающих повышенной термостабильностью, жесткостью и прочностью.

Такие фазы эффективно препятствуют перемещению дислокаций из одного зерна в другое, вызывая их накопление у границ зерен. Возникающие при этом локальные напряжения передаются через границу и могут активировать источники Франка-Рида в соседних зернах [93].

Для повышения жаропрочных и огневых характеристик магниевых сплавов принципиальное значение наличие и характер распределения вторичных фаз. Установлено, что расстояние между частицами термостабильных фаз должно быть существенно меньше 0,01 мм, что обеспечивает эффективное торможение дислокационного скольжения и подавление межзеренной ползучести [93, 94]. Таким образом, оптимизация размера зерна и морфологии вторичных фаз является одним из ключевых факторов повышения жаропрочности литейных магниевых сплавов.

1.4.7 Распад пересыщенного твердого раствора

В магниевых сплавах, содержащих редкоземельные элементы, определяющее влияние на формирование структуры и совокупности эксплуатационных характеристик оказывает термическая обработка. На стадии закалки происходит образование пересыщенного твердого раствора на основе магния. Последующее старение сопровождается распадом данного раствора с выделением упрочняющих фаз, от которых в значительной степени зависят прочностные свойства и жаростойкость материала.

Способность к образованию пересыщенного твердого раствора напрямую связана с растворимостью редкоземельных элементов в твердом магнии, которая существенно уменьшается с понижением температуры. В результате при закалке фиксируется метастабильное состояние твердого раствора, а при последующем нагреве в процессе искусственного старения происходит его распад. Несмотря на наличие общих закономерностей, кинетика распада пересыщенного твердого раствора и характер образующихся фаз существенно различаются в зависимости от вида редкоземельного элемента и его принадлежности к цериевой или иттриевой подгруппе [93-106].

Распад пересыщенного твердого раствора в магниевых сплавах, содержащих РЗЭ, протекает при повышенных температурах и сопровождается выделением дисперсных интерметаллидных фаз. Одним из наиболее наглядных макроскопических показателей распада твердого раствора является изменение твердости сплава в процессе старения. Исследования, проведенные в ИМЕТ РАН, показали, что максимальный эффект упрочнения при старении наблюдается у магниевых сплавов, легированных элементами иттриевой подгруппы – гадолинием, тербием, диспрозием и иттрием. Для сплавов с редкоземельными элементами цериевой подгруппы аналогичный эффект выражен в меньшей степени [93, 107-111, 168].

Установлено также, что в сплавах системы Mg-Y-Gd-Zr дополнительное легирование элементами цериевой подгруппы, в частности самарием, приводит к интенсификации распада пересыщенного твердого раствора из-за изменения термодинамических условий фазовых превращений, а также из-за особенностей кинетики выделения упрочняющих фаз. На характер протекания распада существенное влияние оказывают и параметры старения, прежде всего температура и продолжительность выдержки.

Для магниевых сплавов с содержанием редкоземельных элементов, близким к пределу их растворимости в магнии, согласно проведенным исследованиям, оптимальные температуры старения существенно зависят от типа легирующих элементов. Например, для магниевых сплавов, легированных РЗЭ цериевой подгруппы (неодимом, празеодимом и самарием), оптимальная температура старения составляет порядка 200 °С. В то же время для сплавов, содержащих РЗЭ иттриевой подгруппы (иттрием, гадолинием и диспрозием), максимальный упрочняющий эффект достигается при более высоких температурах старения – до 250 °С [112-115].

Таким образом, в зависимости от качественного содержания РЗЭ в составе существенно различаются скорость распада пересыщенного твердого раствора и характер упрочняющих фаз в магниевых сплавах. В общем виде наблюдается тенденция к снижению скорости распада с увеличением атомного номера

легирующего элемента. Двойные магниевые сплавы с элементами иттриевой подгруппы (гадолинием, тербием, диспрозием) демонстрируют более выраженный эффект упрочнения при распаде твердого раствора. Для элементов цериевой подгруппы (празеодим, неодим, самарий) с увеличением атомного номера и ростом растворимости в твердом магнии наблюдается повышение твердости, обусловленное увеличением объемной доли упрочняющих выделений [168].

В промышленных условиях при изготовлении изделий из магниевых сплавов, упрочняемых за счет распада пересыщенного твердого раствора, ключевое значение имеет его устойчивость при охлаждении с температуры закалки. Низкая устойчивость пересыщенного твердого раствора требует высоких скоростей охлаждения, что часто трудно реализуемо для массивных отливок и может приводить к возникновению термических напряжений и растрескиванию. Высокая устойчивость твердого раствора, напротив, позволяет осуществлять охлаждение с меньшими скоростями, не требующими применения специальных охлаждающих сред, что существенно упрощает технологию и повышает надежность производства. Кроме того, снижение скорости охлаждения способствует уменьшению внутренних напряжений в отливках и повышению их эксплуатационной надежности [116-121, 168].

1.4.8 Влияние редкоземельных элементов

Анализ литературных данных показывает, что легирование магния редкоземельными элементами (РЗЭ) является одним из наиболее эффективных направлений повышения жаропрочности и расширения температурного диапазона эксплуатации магниевых сплавов. В отличие от традиционных систем легирования, использование РЗЭ позволяет формировать термостабильные твердые растворы и интерметаллические фазы, сохраняющие упрочняющее действие при повышенных температурах. Серийные магниевые сплавы, легированные РЗЭ, способны работать при температурах до 350-400 °С, что существенно превышает возможности магниевых сплавов без редкоземельного легирования [122].

При этом установлено, что различные группы РЗЭ оказывают неодинаковое влияние на структурное состояние и свойства магниевых сплавов. Легкие редкоземельные металлы цериевой подгруппы (La, Ce, Pr, Nd, Sm) характеризуются сравнительно высокой растворимостью в магнии при температурах закалки и активным участием в формировании интерметаллидных фаз, однако их упрочняющий эффект при нормальных температурах и термическая стабильность выделений, как правило, ограничены. Тяжелые РЗЭ иттриевой подгруппы (Y, Gd, Tb, Dy и др.) обеспечивают более выраженное твердорастворное и дисперсионное упрочнение, а также формирование фаз с высокой термостабильностью, что определяет их ключевую роль в создании жаропрочных магниевых сплавов [123-128].

Вместе с тем легирование магния исключительно РЗЭ не всегда обеспечивает оптимальное сочетание прочностных характеристик при нормальных температурах и технологичности литейных сплавов. Это обуславливает необходимость комплексного подхода к легированию, предусматривающего введение дополнительных элементов. В частности, цирконий используется в качестве эффективного модифицирующего элемента, обеспечивающего значительное измельчение зерна магниевой матрицы и повышение прочности при комнатной температуре. Цинк может оказывать влияние на кинетику распада пересыщенного твердого раствора, морфологию интерметаллидных фаз и формирование упрочняющих структурных состояний.

Таким образом, наиболее перспективным направлением является разработка магниевых сплавов, легированных комплексом редкоземельных металлов с преобладанием элементов иттриевой подгруппы в сочетании с цирконием и, при необходимости, цинком. Реализация такого подхода позволяет сформировать многоуровневую упрочняющую структуру, включающую твердорастворное упрочнение, дисперсионное упрочнение термостабильными фазами и эффективное измельчение зерна.

Комплексное управление системой легирования и режимами термической обработки обеспечивает получение нового поколения жаропрочных магниевых

литейных сплавов, обладающих стабильным комплексом механических и эксплуатационных характеристик в широком температурном диапазоне. Это является особенно актуальным для авиационной техники, где одновременно предъявляются высокие требования к весовой эффективности, надежности, жаропрочности и пожаробезопасности конструкционных материалов.

1.4.9 Влияние фазового состава и структурного состояния на огневые характеристики магниевых сплавов

Одним из существенных факторов, ограничивающих применение магниевых сплавов в ответственных конструкциях авиакосмической техники, является их склонность к воспламенению и интенсивному горению при повышенных температурах [129-133].

Огнестойкость магниевых сплавов определяется не только химической природой магния как активного металла, но и фазовым составом, структурным состоянием, распределением легирующих элементов, характером межфазных границ. Температура воспламенения зависит от состояния поверхности, скорости нагрева, наличия оксидной пленки, ее состава и состава вторичных фаз. Процесс воспламенения магниевого сплава включает стадии нагрева, разрушения защитной оксидной пленки MgO, интенсивного окисления с выделением тепла и перехода к устойчивому горению. Структурные факторы оказывают влияние на каждую из этих стадий. Прежде всего, важную роль играет сплошность и адгезия оксидной пленки, формирующейся на поверхности. В сплавах, содержащих редкоземельные элементы, формируются более плотные и термически стабильные оксидные слои сложного состава (рисунок 1.5), замедляющие диффузию кислорода и повышающие температуру воспламенения [134-144].

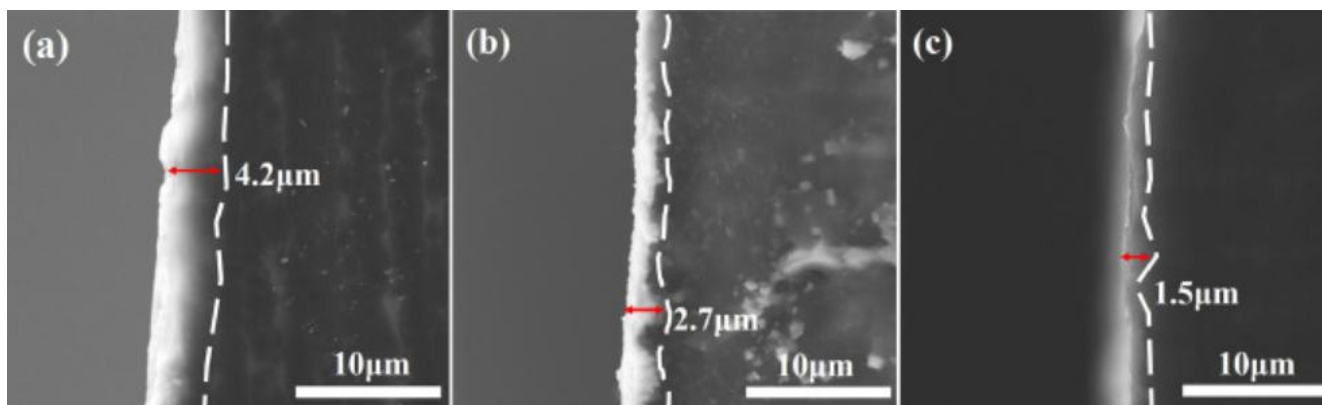


Рисунок 1.5. Морфология толщины оксидной пленки на примере сплава EV32 (Mg-3Nd-2Gd-0,2Zr-0,2Zn): EV32 (a), EV32-2Y (b), EV32-3Y (c) [143]

Фазовый состав оказывает существенное влияние на характер окисления. Наличие интерметаллидных фаз с РЗЭ (например, соединение типа $Mg_{25}Re_5$, $Mg_{12}Re$, Mg_6Re и т.д.) способствует локальному изменению электрохимической активности и теплопроводности материала. Эти фазы, как правило, обладают более высокой температурой плавления и меньшей склонностью к окислению по сравнению и α -твердым раствором магния, снижая скорость распространения фронта горения. Однако их дисперсионное распределение в матрице может способствовать торможению теплопереноса и локализации очага воспламенения [145-151].

Существенное влияние на огневые характеристики оказывает твердорастворное легирование. Введение элементов с высокой химической активностью к кислороду (РЗЭ, кальций) приводит к формированию на поверхности смешанных оксидов (рисунок 1.6), обладающих большей плотностью и меньшей проницаемостью по сравнению с MgO . Такие оксидные слои уменьшают скорость окисления и увеличивают критическую температуру воспламенения. Кроме того, элементы с высоким сродством к кислороду могут связывать кислород в объеме сплава, замедляя развитие экзотермической реакции [144, 152, 153].

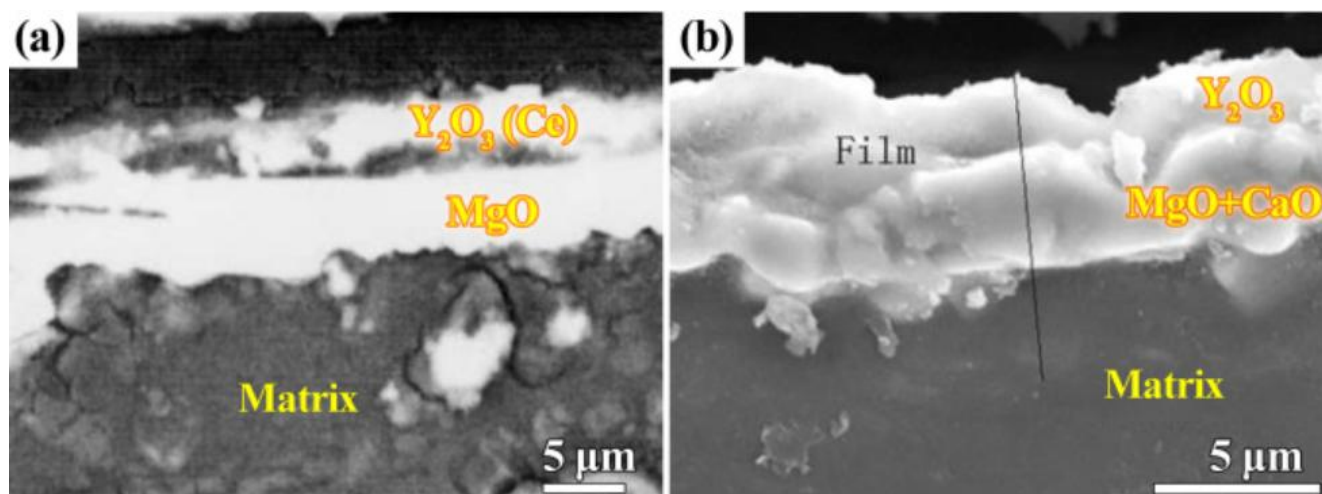


Рисунок 1.6. Структура оксидной пленки сплавов (a) Mg-Y-Ce, (b) Mg-Y-Ca после окисления в течение 0,5 ч при 900 °С. [144]

1.5 Проблемы промышленного внедрения литейных магниевых сплавов

Несмотря на высокий потенциал литейных магниевых сплавов для авиационной техники, их широкое промышленное внедрение сдерживается рядом технологических проблем, возникающих на этапах выплавки, литья и последующей обработки [154-156].

Одной из основных проблем является высокая склонность магниевых расплавов к окислению и выгоранию легирующих элементов, особенно редкоземельных металлов, затрудняя обеспечение стабильного химического состава и воспроизводимости свойств. Существенное влияние оказывают условия плавки, методы защиты расплава и режимы ввода легирующих добавок.

На этапе литья характерными проблемами являются газовая и усадочная пористость, образование литейных дефектов и неоднородность структуры по сечению отливок. Эти факторы особенно критичны при изготовлении массивных корпусных деталей авиационного назначения, для которых предъявляются повышенные требования к надежности и стабильности свойств [157-160].

Отдельной проблемой является отсутствие отработанных технологических решений, обеспечивающих сочетание высокой прочности, жаропрочности и пожаробезопасности магниевых сплавов при сохранении их литейной

технологичности. В частности, недостаточно изучены вопросы применения защитных порошковых композиций, оптимизации электрических и тепловых режимов плавки и литья, а также адаптации лабораторно разработанных сплавов к условиям промышленного производства.

Выводы по главе 1

Анализ современного состояния исследований в области литейных магниевых сплавов показал, что традиционные системы легирования не в полной мере удовлетворяют современным требованиям авиационной техники по прочности, жаропрочности и пожаробезопасности.

Установлено, что наиболее перспективным направлением развития являются магниевые сплавы, легированные редкоземельными элементами и цирконием, обладающие повышенной термической стабильностью и улучшенными эксплуатационными характеристиками. В то же время их практическое применение сдерживается отсутствием комплексных подходов к управлению фазовым составом, структурным состоянием и технологией изготовления отливок.

Показано, что ключевую роль в формировании свойств литейных магниевых сплавов играют процессы образования и распада пересыщенного твердого раствора, морфология и распределение интерметаллидных фаз, а также особенности зеренной структуры.

Анализ литературных данных выявил недостаточную изученность взаимосвязей «химический состав – структура – прочность – жаропрочность+пожаробезопасность – технологичность», обуславливая необходимость проведения комплексных экспериментальных и теоретических исследований, направленных на разработку нового поколения высокопрочных литейных магниевых сплавов с повышенной температурой.

Поставленные в работе задачи и их решение представлены в виде структурной схемы на рисунке 1.7.



Рисунок 2.7. Структурная схема научно-технологических основ разработки высокопрочных жаропрочных литейных магниевых сплавов нового поколения с повышенной пожарной безопасностью

Глава 2 Объекты и методы исследований

2.1 Исследуемые материалы

В качестве объектов исследований использовались многокомпонентные литейные магниевые сплавы системы Mg-РЗЭ-Zr, легированные редкоземельными элементами цериевой и иттриевой подгрупп, а также цинком и цирконием.

Исследования проводились на сплавах следующих систем:

- Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr;
- Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr;
- Mg-РЗЭ-Zr с варьированием суммарного содержания редкоземельных элементов в интервале 4-15 мас. %;
- экспериментальные композиции с дополнительным легированием кадмием.

Лабораторные плавки

Экспериментальные сплавы получали в лабораторных условиях методом индукционной плавки в стальном тигле. Масса одной плавки составляла 5 кг.

Плавку проводили под защитным флюсом ВИ-2, а также с применением защитных газовых сред, обеспечивающих защиту расплава от окисления и воспламенения.

Заливку осуществляли в металлические формы с получением литых заготовок для последующего проведения термической обработки и испытаний.

Промышленные партии

Для подтверждения воспроизводимости результатов исследования и проведения комплексных испытаний использовались опытно-промышленные партии сплавов, полученные в производственных условиях.

Из отливок изготавливались:

- образцы для механических испытаний при комнатной и повышенных температурах;
- образцы для длительных испытаний на ползучесть;

- образцы для коррозионных испытаний;
- образцы для огневых испытаний;
- металлографические шлифы для структурных исследований.

Шихтовые материалы

При приготовлении экспериментальных композиций использовались серийно применяемые шихтовые материалы, соответствующие действующей нормативной документации (ГОСТ, ТУ).

В качестве исходных компонентов применялись:

- магний марки МГ95 по ГОСТ 804-93;
- цинк марки Ц0 по ГОСТ 3640-94;
- кадмий марки Кд0 по ГОСТ 1467-67;
- гадолиний по ТУ-48-4-210-72;
- церий по ТУ 48-4-529-90;
- диспрозий по ТУ 48-4-214-72;
- эрбий по ТУ 48-4-212-72;
- иттербий по ТУ 48-4-2004-72.

Для введения циркония использовалась лигатура Mg-Zr марки Л2 (ТУ 1714-002-00545484-99).

Введение редкоземельных элементов осуществляли в виде следующих лигатур:

- Mg-Y (магний-иттрий);
- Mg-Nd (магний-неодим);
- Mg-Gd (магний-гадолиний).

Все применяемые материалы соответствовали требованиям нормативной документации и обеспечивали получение сплавов с контролируемым химическим составом.

2.2 Методы испытаний

Для решения поставленных задач применялся комплекс экспериментальных и аналитических методов, включающий исследование фазового состава, структурного состояния, термических превращений и механических характеристик при комнатной и повышенных температурах.

2.2.1 Методика моделирования фазовых превращений

Моделирование фазовых превращений в многокомпонентных системах Mg-PЗЭ-Zr проводилось с использованием специализированного программного комплекса.

Данный подход позволяет рассчитывать равновесный фазовый состав многокомпонентных систем на основе термодинамических баз данных и обеспечивает сопоставимость расчетных и экспериментальных результатов для магниевых сплавов, легированных редкоземельными элементами.

В ходе моделирования определялись:

- температурные интервалы кристаллизации,
- растворимость редкоземельных элементов в α -Mg,
- условия образования интерметаллидных фаз,
- изменение фазового состава при варьировании химического состава.

Результаты моделирования использовались при разработке экспериментальных композиций сплавов и интерпретации экспериментальных данных.

2.2.2 Методика проведения дифференциальной сканирующей калориметрии

Исследование фазовых превращений и процессов распада пересыщенного твердого раствора проводилось методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Методика включала последовательное проведение:

1. измерения базовой линии с пустым тиглем,
2. калибровочного измерения с эталонным образцом,
3. измерения исследуемого образца.

При проведении исследований постоянными являлись:

- скорость нагрева,
- масса тигля и крышки,
- положение тигля на сенсоре,
- начальная температура нагрева,
- среда измерения.

Сущность метода заключается в проведении следующих друг за другом трех измерений в заданном диапазоне температур в одинаковых условиях: измерение базовой линии кривой дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) с пустым тиглем, измерение калибровочной кривой ДСК с эталонным образцом и измерение кривой ДСК образца исследуемого материала. При проведении исследований постоянными являлись следующие условия: скорость нагревания, масса тигля и крышки, положение тигля на сенсоре, начальная температура нагрева и среда измерения. Образцы имели размеры \varnothing 5 мм высотой 1 мм.

По результатам ДСК определялись температуры начала и окончания фазовых превращений, а также тепловые эффекты, сопровождающие выделение упрочняющих фаз.

2.2.3 Методика проведения исследований на растровом электронном микроскопе

Микроструктурные исследования проводились на растровом электронном микроскопе в режиме обратно отраженных электронов.

Микроскоп оснащен энергодисперсионным спектрометром для проведения электронно-зондового микроанализа.

Определение локального химического состава проводилось в соответствии с ГОСТ Р ИСО 22309-2015 с локальностью анализа 1 мкм² и глубиной анализа 1 мкм.

Обработка результатов выполнялась с использованием специализированного программного обеспечения.

Метод позволял:

- идентифицировать интерметаллидные фазы,
- анализировать распределение редкоземельных элементов,
- оценивать морфологию и размер выделений.

2.2.4 Методика проведения исследований на просвечивающем электронном микроскопе

Подготовка фольг для просвечивающей электронной микроскопии включала:

- вырезку образцов,
- механическое утонение до толщины ~100 мкм,
- электролитическое утонение в растворе CH₃OH:HNO₃ (17:3 об. части),
- окончательную ионную полировку в среде аргона при напряжении 1,5 кВ в течение 30 минут.

Исследования проводились на микроскопе с термополевым катодом Шоттки при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Локальный химический анализ выполнялся с использованием энергодисперсионного спектрометра.

Испытания выполнялись в соответствии с ММ 1.2.122-2009.

Метод применялся для анализа:

- нанодисперсных упрочняющих фаз,
- последовательности распада пересыщенного твердого раствора,
- взаимодействия выделений с дислокациями.

2.2.5 Методика проведения рентгеноструктурного анализа

Рентгеноструктурный анализ проводился на дифрактометрах. Исследования выполнялись в диапазоне углов $2\Theta = 15-75^\circ$ в монохроматическом $\text{CuK}\alpha$ -излучении в геометрии Брегга-Брентано.

Расшифровка дифрактограмм проводилась с использованием специализированного программного обеспечения.

Метод использовался для:

- идентификации фазового состава,
- определения параметров кристаллической решетки $\alpha\text{-Mg}$,
- анализа изменения фазового состава после термической обработки.

2.2.6 Методика проведения механических испытаний

Испытания на растяжение при комнатной температуре проводились в соответствии с ГОСТ 1497-84.

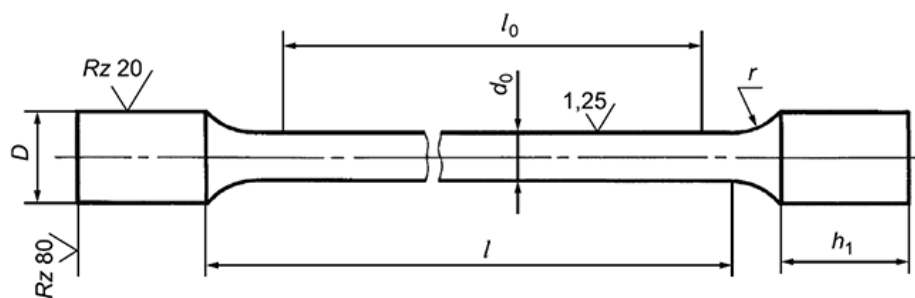


Рисунок 3.1. Чертеж образца для испытаний на растяжение при комнатной температуре

Испытания при пониженной температуре ($-70\text{ }^{\circ}\text{C}$) выполнялись по ГОСТ 11150-84.

Испытания при повышенных температурах ($150\text{-}300\text{ }^{\circ}\text{C}$) проводились по ГОСТ 9651-84.

Малоцикловую усталость определяли по ГОСТ 25.502-79 ($\sigma_{\max} = 98\text{ МПа}$; $R_{\sigma} = -1$; $f = 10\text{ Гц}$; коэффициент концентрации напряжений $\alpha_{\sigma} = 2,7$).

Предел длительной прочности определяли по ГОСТ 10145-81.

Твердость определяли по ГОСТ 9013-59 методом вдавливания стального шарика $\text{Ø } 1/16''$ с выдержкой 4 с.

2.2.7 Методика проведения коррозионных испытаний

Испытания заключаются в ускорении коррозионного процесса повышением температуры, относительной влажности и введением в атмосферу раствора хлористого натрия. Испытания проводили при постоянном распылении 3 %-ного раствора хлористого натрия при температуре $35\text{ }^{\circ}\text{C}$ и относительной влажности 95-98 %. Методика испытаний соответствует ГОСТ 9.913-90. Образцы погружались в рабочие ёмкости, объём раствора составлял 50 см^3 на 1 см^2 поверхности образца. В процессе испытаний раствор не меняли и не обновляли. Длительность испытаний составляла 48 часов.

2.2.8 Методика проведения огневых испытаний

Огневые испытания проводились в соответствии с разработанными ММ 1.2.216-2021 «Определение температуры воспламенения образцов магниевых сплавов», ММ 1.2.217-2021 «Определение времени остаточного горения образцов магниевых сплавов при температуре 1100 °С» и ММ 1.2.257-2024 «Определение пожароопасности материалов на основе магния по характеристике потери массы после воздействия пламени».

Испытания заключались в воздействии пламени горелки типа Бунзена диаметром 10 мм на горизонтально расположенный образец.

Температура пламени составляла 1100 °С. Термопара располагалась на расстоянии 5 мм от нижней кромки образца для фиксации температуры воспламенения.

Определялись:

- температура воспламенения,
- время до воспламенения,
- способность к самозатуханию.

ГЛАВА 3. Исследование влияния состава и технологических параметров изготовления на структурное состояние и комплекс физико-механических, жаропрочных характеристик высокопрочных литейных магниевых сплавов

3.1 Исследование и выбор системы легирования литейного магниевого сплава системы Mg-РЗЭ-Zr с повышенной температурой воспламенения

Разработка высокопрочных пожаробезопасных литейных магниевых сплавов требует оптимизации системы легирования, обеспечивающей формирование стабильной структуры, высокий уровень прочностных характеристик и повышение температуры воспламенения сплава.

Как показал аналитический обзор, выполненный в главе 1, наиболее подходящей для решения данной задачи является система легирования Mg-РЗЭ-Zr, позволяющая формировать в структуре сплава термически стабильные интерметаллидные фазы на основе редкоземельных элементов, обеспечивающие эффективное твердорастворное и дисперсионное упрочнение, а также повышение жаропрочных характеристик.

За базовый сплав нового поколения в работе принят промышленный литейный магниевый сплав МЛ19, содержащий неодим и иттрий и обладающий комплексом высоких прочностных и жаропрочных характеристик. Результаты аналитического обзора также свидетельствуют о высокой перспективности применения гадолиния и церия в качестве основных легирующих элементов в магниевых сплавах, обеспечивающих дополнительное упрочнение и повышение температурной стабильности фазового состава.

Дополнительное легирование такими элементами, как Zn, Sc, Al и Cd, может оказывать влияние на формирование фазового состава, морфологию интерметаллидных соединений и устойчивость структуры при повышенных температурах, а также обеспечение высоких свойств при комнатной температуре. В частности, введение цинка способствует образованию упрочняющих фаз

системы Mg-Zn-PЗЭ и повышению жаропрочных характеристик сплава [47, 79, 161, 162]. Скандий способен модифицировать структуру и способствовать формированию дисперсных интерметаллидных фаз, повышающих термическую стабильность сплава [163]. Легирование алюминием влияет на образование интерметаллидных фаз типа $Mg_{17}Al_{12}$ и может изменять характер кристаллизации и структуру сплава [14]. Введение кадмия оказывает влияние на процессы фазообразования и может способствовать повышению жаропрочных характеристик магниевых сплавов [164].

В связи с этим на первом этапе исследований была поставлена задача экспериментальной оценки влияния различных комбинаций легирующих элементов на структуру, механические свойства и огнестойкость литейных магниевых сплавов системы Mg-PЗЭ-Zr.

В таблице 3.1.1 приведен шихтовой состав выбранных экспериментальных композиций пожаробезопасного литейного магниевого сплава.

Таблица 3.1.1. Шихтовой состав экспериментальных композиций пожаробезопасного литейного магниевого сплава.

Маркировка образцов	Массовая доля элементов, %							
	Mg	Сумма PЗЭ (Gd, Nd, Y, Ce)	Zr	Zn	Sc	Al	Mn	Cd
Состав 1	основа	не более 12	1,5	8,0	-	-	-	2,5
Состав 2	основа	не более 14	2,0	-	1,0	-	-	-
Состав 3	основа	не более 17	2,0	1,0	-	-	-	-
Состав 4	основа	не более 13	2,0	8,0	-	-	-	-
Состав 5	основа	не более 10	-	2,0	1,5	8,0	0,4	-

Исследуемые сплавы относятся к системе легирования Mg-PЗЭ-Zr с различными комбинациями редкоземельных элементов и дополнительных легирующих компонентов. Варьирование содержания циркония, цинка и

редкоземельных элементов позволяет изменять условия кристаллизации и формирование фазового состава сплава. Подобный подход обеспечивает возможность выявления оптимального сочетания легирующих элементов, обеспечивающего формирование благоприятной структуры и высоких механических характеристик литейных магниевых сплавов.

В таблице 3.1.2 приведены полученные основные механические характеристики экспериментальных композиций. Для чистоты эксперимента в качестве режима термической обработки для всех композиций был выбран стандартный для магниевых сплавов режим Т61.

Таблица 3.1.2. Механические характеристики экспериментальных композиций пожаробезопасного литейного магниевого сплава

№ состава	Режим Т/О	Механические свойства		
		σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
№1	Т61	<u>285-295</u> 290	<u>130-195</u> 175	<u>2,0-2,7</u> 2,2
№2		<u>275-290</u> 280	<u>95-100</u> 95	<u>3,6-5,3</u> 4,4
№3		<u>260-275</u> 270	<u>105-135</u> 120	<u>3,6-5,3</u> 4,4
№4		<u>260-290</u> 275	<u>95-105</u> 95	<u>4,1-5,3</u> 4,8
№5		<u>275-285</u> 280	<u>95-115</u> 105	<u>4,1-5,2</u> 4,3

Анализ результатов механических испытаний, приведенных в таблице 3.1.2, показывает, что наибольший уровень прочностных характеристик демонстрирует экспериментальный состав №1. Для данного сплава временное сопротивление разрыву достигает 285-295 МПа, а предел текучести составляет до 195 МПа.

При этом следует отметить, что повышение содержания редкоземельных элементов в составах №2-4 приводит к некоторому снижению прочностных

характеристик, однако сопровождается увеличением относительного удлинения до 4-5 %, что свидетельствует об улучшении пластических свойств сплава.

Снижение прочностных характеристик при повышении содержания редкоземельных элементов связано с увеличением объемной доли интерметаллидных фаз в структуре сплава. При избыточном содержании РЗЭ происходит интенсивное образование эвтектических фаз системы Mg-РЗЭ, локализованных преимущественно по границам зерен. Формирование непрерывных интерметаллидных выделений приводит к повышенной концентрации напряжений на границах раздела фаз и снижению пластических характеристик материала. Кроме того, увеличение содержания редкоземельных элементов сопровождается снижением их растворимости в α -твердом растворе магния и переходом части легирующих элементов в состав интерметаллидных фаз, уменьшая эффективность твердорастворного упрочнения сплава. Также установлено, что при высокой объемной доле крупнодисперсных интерметаллидов возможно формирование непрерывных сеток вторичных фаз по границам зерен, что способствует инициированию и распространению трещин и приводит к снижению пластичности сплава [165, 166].

Определена огнестойкость экспериментальных композиций пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава (таблица 3.1.3). Образцы были подвергнуты воздействию пламени высотой 38-45 мм. Температура пламени составила от 843-900 °С. На расстоянии 5 мм от нижней кромки образца в отверстии была установлена термопара для определения температуры в момент воспламенения образца. В результате проведения испытаний была измерена температура на образце в момент воспламенения. Испытания проводили на 5 образцах каждой экспериментальной композицией сплава с различной толщиной от 0,8 мм до 2,2 мм. Результаты определения температуры воспламенения экспериментальных композиций, представленные в таблице 3.1.3, показывают, что исследуемые сплавы обладают повышенной устойчивостью к воспламенению.

Таблица 3.1.3. Горючесть экспериментальных композиций сплава

№ состава	Температура на образце при воспламенении в точке воздействия пламени, °С	Время остаточного горения, с	Потеря массы образца, %
1	747-769	≥ 900	100
2	687-784	270	25
3	703-780	360	35
4	706-745	≥ 900	100
5	629-773	≥ 900	100

Наибольшая температура воспламенения наблюдается для состава №1 и составляет 747-769 °С. Повышение температуры воспламенения связано с образованием устойчивых интерметаллидных фаз редкоземельных элементов и формированием защитной оксидной пленки, замедляющей процессы окисления магниевого расплава. Следует также отметить повышенное по отношению к другим составам содержание иттрий. Это позволяет сделать предварительный вывод о доминирующем влиянии иттрия на формирование стабильной пленки и процессы окисления.

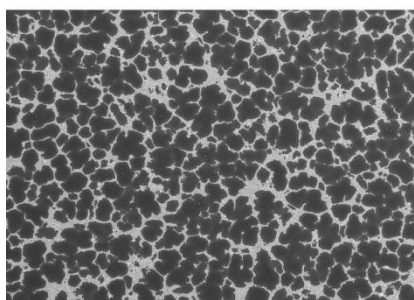
Определена плотность экспериментальных композиций пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава (таблица 3.1.4).

Таблица 3.1.4. Плотность экспериментальных композиций пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава

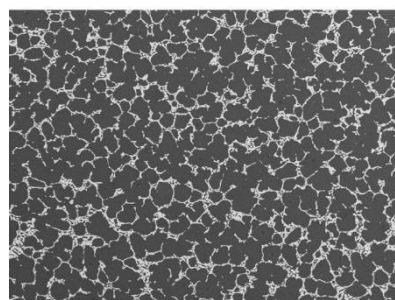
№ состава	Плотность
1	1920
2	1920
3	1960
4	1950
5	1925

Полученные значения соответствуют характерным значениям плотности высоколегированных магниевых сплавов системы Mg-РЗЭ-Zr. Незначительное увеличение плотности отдельных составов связано с повышенным содержанием редкоземельных элементов, обладающих более высокой атомной массой.

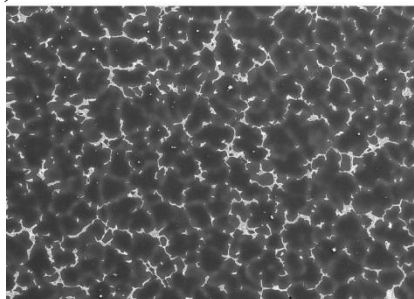
Для исследования микроструктуры были изготовлены микрошлифы в литом состоянии и после стандартной термической обработки Т6. Полученная микроструктура приведена на рисунке 3.1.1.



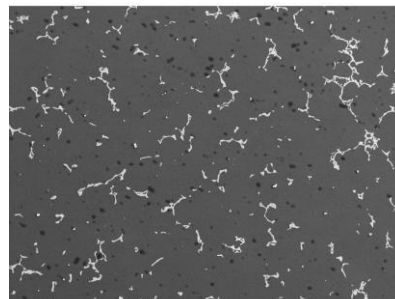
а) Состав 1 литое состояние



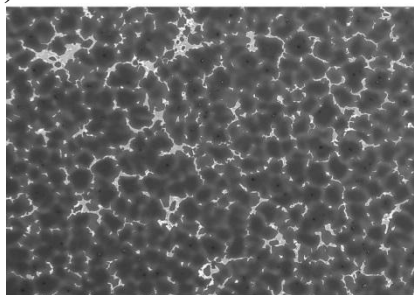
б) Состав 1 состояние после Т/О



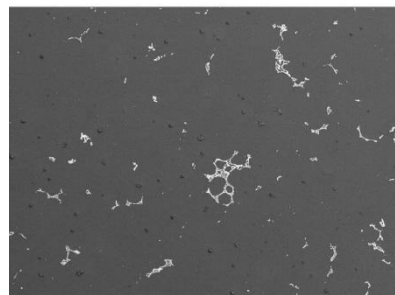
в) Состав 2 литое состояние



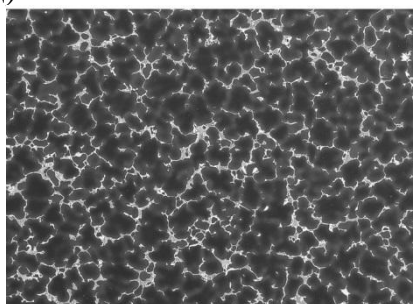
г) Состав 2 состояние после Т/О



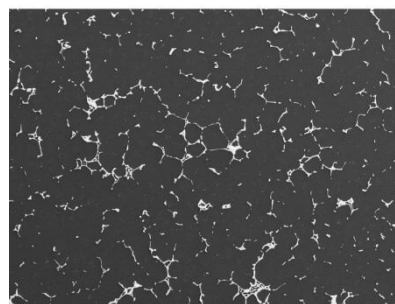
д) Состав 3 литое состояние



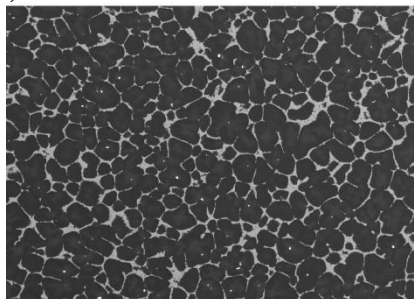
е) Состав 3 состояние после Т/О



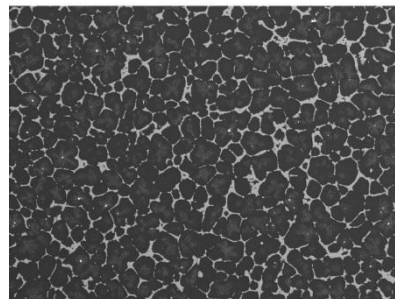
ж) Состав 4 литое состояние



з) Состав 4 состояние после Т/О



и) Состав 5 литое состояние



к) Состав 5 состояние после Т/О

Рисунок 3.1.1. Микроструктура экспериментальных составов пожаробезопасного литейного магниевого сплава. Увеличение 250мкм.

Микроструктура сплава состава № 1 в не термообработанном состоянии (рис. 3.1.1а) имеет две основные структурные составляющие: первичные кристаллы на основе твердого раствора магния и неравновесную эвтектику на основе магния, гадолиния, неодима и иттрия, выделившуюся по границам дендритных ячеек магниевое твердого раствора.

Гадолиний и неодим образуют с магнием фазу, которая расположена в виде сетки по границам зерен. Отмечено также, что граничная зона дендритных ячеек насыщена гадолинием.

В объеме образца наблюдаются агломераты частиц цирконий-содержащих фаз. Некоторые из этих частиц содержат кремний. После термообработки (рис. 3.1.1б) концентрация гадолиния и неодима в твердом растворе на основе магния увеличивается. Объемная доля эвтектики ниже, чем в литом состоянии. На границах зерен обнаружены строчки мелкодисперсных интерметаллидов, содержащих иттрий, гадолиний и неодим. В теле зерен наблюдаются частицы цирконий-содержащих фаз. Насыщение граничной зоны дендритных ячеек гадолинием не наблюдается.

Структура сплава состава № 2 в не термообработанном состоянии (рис. 3.1.1в) схожа с образцом № 1. В составе эвтектики обнаружены магний, гадолиний и неодим. На границах зерен также наблюдается сетка из фазы на основе магния, гадолиния и неодима. Локально обнаружены частицы продолговатой формы, содержащие цирконий. Также как и в составе № 1 наблюдается насыщение граничной зоны дендритных ячеек гадолинием.

Отмечено, что после термообработки (рис. 3.1.1г) строчечная структура (фаза на основе магния, гадолиния и неодима) на границах зерен остается слабовыраженной. Объемная доля эвтектики уменьшается, по сравнению с литым состоянием. В объеме образца обнаружены частицы циркониевого раствора различного размера и морфологии. Насыщение граничной зоны дендритных ячеек гадолинием не наблюдается.

Микроструктура сплава состава № 3 в не термообработанном состоянии (рис. 3.1.1д) представлена твердым раствором на основе магния и неравновесной

эвтектикой – выделениями по границам дендритных ячеек фаз на основе магния, гадолиния, неодима и фаз на основе магния, гадолиния, неодима и иттрия. Также обнаружены частицы глобулярной и вытянутой морфологии, содержащие цирконий, кремний и алюминий, и мелкодисперсные интерметаллиды на основе магния, иттрия, гадолиния и неодима.

После термообработки (рис. 3.1.1е) объемная доля эвтектики снижается. Отмечено также, что иттрий-содержащая фаза локализовалась в объеме эвтектики в виде мелкодисперсных выделений. Частицы циркониевого раствора остались.

Микроструктура сплава состава № 4 в не термообработанном состоянии (рис. 3.1.1ж) представлена первичными кристаллами на основе магния и неравновесной эвтектикой на основе магния, гадолиния, цинка и иттрия. Граничная зона дендритных ячеек магниевое твердого раствора обогащена гадолинием. В объеме образца обнаружены мелкодисперсные частицы интерметаллидов на основе магния, гадолиния и иттрия, а также частицы, содержащие цирконий.

После термической обработки (рис. 3.1.1з) объемная доля эвтектики снижается. Локально на границах зерен наблюдаются строчки из мелкодисперсных интерметаллидов на основе магния, гадолиния и цинка. В объеме образца обнаружены агломераты цирконий-содержащих частиц. Внутри зерен магниевое твердого раствора наблюдаются колонии тонких пластин.

Микроструктура сплава состава № 5 в не термообработанном состоянии (рис. 3.1.1и) представлена твердым раствором на основе магния и эвтектикой на основе магния, церия и цинка. В объеме образца обнаружены крупные частицы цирконий-содержащих фаз. Скандий содержится как в составе твердого раствора на основе магния, так и в составе этих частиц. Выделения фазы на основе магния, цинка, иттрия и церия обнаружены в эвтектике.

После термообработки (рис. 3.1.1к) внутри зерен магниевое твердого раствора обнаружены вторичные выделения фазы на основе магния, цинка и скандия. В остальном, структура та же, что и в литом состоянии.

По результатам исследований микроструктуры установлено, что структура составов №1 и №5 соответствуют типичной структуре системы Mg-Zr-PЗЭ и

представляет собой альфа-твердый раствор магния с гадолинием, цирконием, неодимом, цинком и интерметаллидов иттрия, гадолиния, неодима по границам зерен. Для составов 2,3,4 используемый режим термической обработки T6 не является оптимальным, по причине рекристаллизации, за счет значительного увеличения концентрации неодима и гадолиния в твердом растворе на основе магния.

Полученные результаты свидетельствуют о существенном влиянии химического состава на характер фазообразования и морфологию интерметаллидов в сплавах системы Mg-PЗЭ-Zr.

Проведенные исследования [167] экспериментальных композиций литейных магниевых сплавов системы Mg-PЗЭ-Zr показали возможность получения сплавов с повышенными прочностными характеристиками и температурой воспламенения.

Установлено, что варьирование содержания выбранных редкоземельных элементов и дополнительных легирующих компонентов оказывает значительное влияние на формирование микроструктуры, фазового состава и комплекса механических свойств исследуемых сплавов.

Наиболее высокий уровень прочностных характеристик показал состав №1, однако полученные результаты свидетельствуют о недостаточной стабильности свойств при изменении химического состава. Кроме того, наличие большой доли цинка в составе приводит к полному выгоранию самого образца после воспламенения.

На основании полученных результатов для исследования были выбраны пять экспериментальных композиций магниевого сплава уточненного состава на основе состава № 1. Расчетные составы выбранных композиций приведены в таблице 3.1.5.

Таблица 3.1.5. Расчетный состав экспериментальных композиций магниевого сплава (масс. %).

№ состава	Mg	Сумма РЗЭ (Gd, Nd, Y, Ce)	Zr	Zn	Sc
Состав 1	основа	Не менее 7	1,1	1,0	-
Состав 2	основа	Не менее 6	1,0	-	0,6
Состав 3	основа	Не менее 15	0,6	0,1	-
Состав 4	основа	Не менее 11	0,8	0,1	0,3
Состав 5	основа	Не менее 5	1,0	2,0	2,0

Полученные композиции были исследованы на фактически полученный химический состав. По результатам атомно-эмиссионного анализа установлено усвоение легирующих элементов в расплаве и их действительная концентрация, приведенная в таблице 3.1.6.

Таблица 3.1.6. Фактически полученный состав экспериментальных композиций магниевого сплава (масс. %).

№ состава	Химический состав сплава, % (по массе)				
	Mg	Zn	Zr	Sc	Сумма РЗЭ (Gd, Nd, Y, Ce)
1	Осн	0,81	0,75	-	7,01
2	Осн	-	0,64	0,40	6,06
3	Осн	0,03	0,36	-	15,23
4	Осн	0,03	0,41	0,09	11,87
5	Осн	1,88	0,68	1,85	5,73

Как видно из данных таблицы 3.1.6, фактическое содержание основных легирующих элементов (Gd, Nd, Y, Ce, Zr, Zn, Sc) близко к расчетному. При этом во всех составах получены низкие значения вредных примесей (Ni, Cu, Fe). Это

особенно важно так как является необходимым условием для обеспечения высокой пожаробезопасности магниевых сплавов.

Для выбора предварительных режимов термической обработки были проведены исследования методом дифференциального термического анализа (ДТА). Проведенные исследования позволили установить температурные интервалы растворения и выделения упрочняющих фаз и, соответственно, диапазоны температур высокотемпературной закалки и искусственного старения. Полученные термограммы приведены на рисунке 3.1.2.

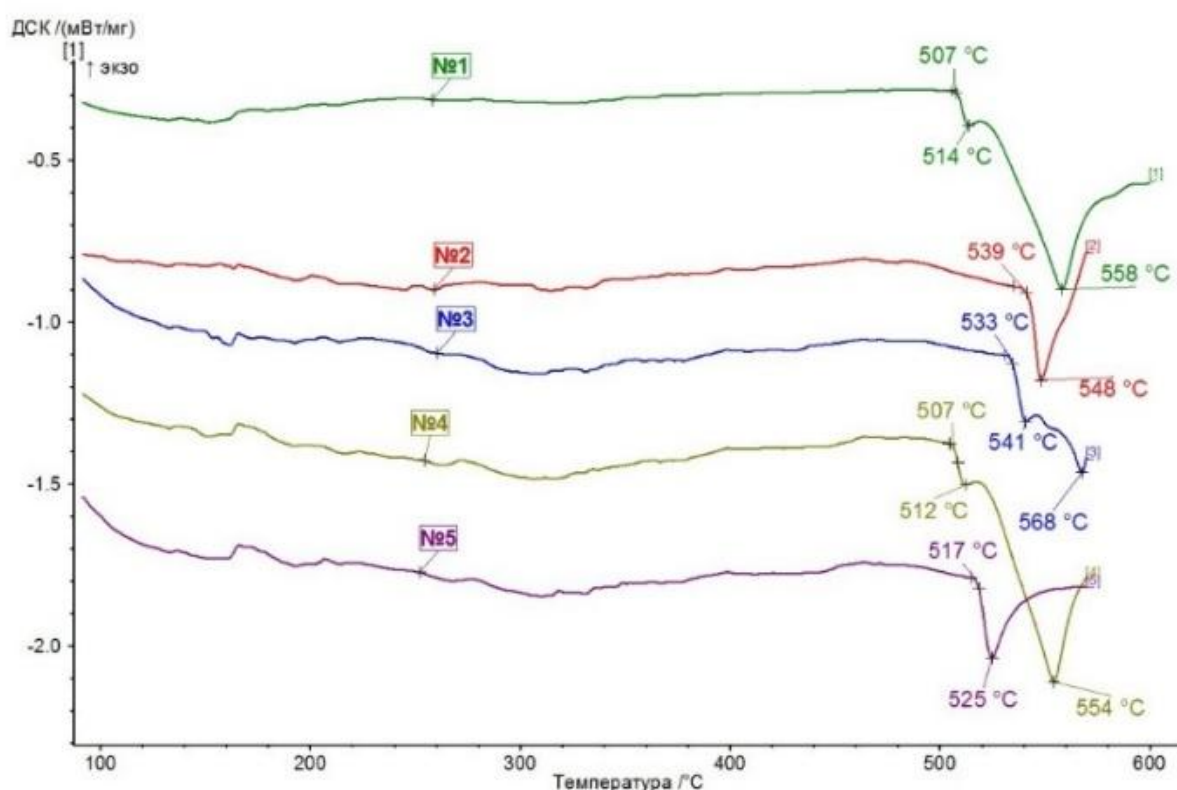


Рисунок 3.1.2. Термограммы пяти экспериментальных составов магниевых сплавов.

Анализ термограмм показал, что для всех исследованных экспериментальных сплавов в температурном диапазоне до ~ 500 °C отсутствуют выраженные тепловые эффекты. Это свидетельствует о высокой термической стабильности структуры и отсутствии низкотемпературных фазовых превращений, способных ограничивать температурный диапазон эксплуатации и термической обработки.

Для экспериментального состава № 1 на ДСК-кривой зафиксировано начало эндотермического эффекта при температуре ~ 507 °C с формированием

выраженного минимума при ~ 558 °С. Наличие дополнительной особенности кривой в виде плеча при ~ 514 °С указывает на многостадийный характер протекающих фазовых превращений. Наблюдаемый тепловой эффект интерпретируется как последовательное растворение интерметаллидных фаз на основе редкоземельных элементов, в первую очередь Gd- и Nd-содержащих соединений, в магниевой матрице. Широкий температурный интервал растворения свидетельствует о сложном фазовом составе сплава и высокой термостабильности упрочняющих фаз.

Полученные данные обосновывают выбор температуры закалки 520 °С для состава № 1, при которой обеспечивается эффективное растворение упрочняющих фаз без достижения температуры солидуса, что подтверждается отсутствием резкого эндотермического эффекта, характерного для начальных стадий плавления.

Для состава № 2 начало эндотермического эффекта фиксируется при температуре ~ 539 °С, с минимумом при ~ 548 °С. По сравнению с составом № 1 данный эффект характеризуется более узким температурным интервалом и меньшей интенсивностью, указывая на более однородный фазовый состав и меньшую долю сложных интерметаллидных соединений. Смещение температуры начала растворения фаз в область более высоких значений свидетельствует о повышенной термостабильности отдельных фаз, однако меньшая выраженность теплового эффекта указывает на ограниченный потенциал дисперсионного упрочнения по сравнению с составом № 1.

Для состава № 3 на ДСК-кривой наблюдается начало эндотермического процесса при ~ 533 °С с последующим развитием теплового эффекта и формированием минимума при ~ 568 °С. Наличие двух характерных температурных участков (533-541 °С и 541-568 °С) свидетельствует о поэтапном растворении фаз различного состава и термодинамической устойчивости. Такой характер термограммы указывает на присутствие значительного количества интерметаллидных фаз с повышенной температурой растворения. Вместе с тем высокая температура завершения эндотермического эффекта указывает на

близость к температуре солидуса, строго ограничивая температуру закалки во избежание локального подплавления и деградации структуры.

Для состава № 4 начало эндотермического эффекта фиксируется при температуре ~ 507 °С с резким развитием теплового эффекта и выраженным минимумом при ~ 554 °С. Характер кривой отличается более крутым спадом теплового потока по сравнению с другими составами, свидетельствуя о менее равномерном распределении фаз и наличии фаз с относительно низкой температурой плавления. Данные особенности связаны с повышенным содержанием отдельных легирующих элементов и возможным формированием непрерывных интерметаллидных включений по границам зерен.

Для экспериментального состава № 5 на ДСК-кривой зафиксировано начало эндотермического эффекта при температуре ~ 517 °С с формированием выраженного минимума теплового потока при ~ 525 °С. По сравнению с составами №№ 1-4 данный тепловой эффект характеризуется узким температурным интервалом и малой протяженностью по температуре. Узкий интервал эндотермического процесса указывает на ограниченное количество растворяющихся фаз и относительно простой фазовый состав сплава. Отсутствие выраженных плеч или дополнительных тепловых эффектов свидетельствует о практически одномоментном растворении интерметаллидных соединений без поэтапного распада фаз различной термодинамической устойчивости. Смещение температуры начала эндотермического эффекта в область более низких температур по сравнению с составами № 2 и № 3 свидетельствует о сниженной термостабильности вторичных фаз и связано с особенностями системы легирования состава № 5, в частности с пониженным содержанием отдельных редкоземельных элементов и измененным их соотношением. Низкая температура завершения эндотермического эффекта (~ 525 °С) указывает на ограниченный температурный интервал допустимой закалки, при превышении которого возрастает риск локального подплавления легкоплавких фаз и деградации структуры, существенно ограничивая возможности интенсификации термической обработки и реализации потенциала дисперсионного упрочнения. Таким образом,

результаты дифференциально-сканирующей калориметрии свидетельствуют о том, что экспериментальный состав № 5 обладает наименьшим потенциалом термического упрочнения среди исследованных вариантов легирования вследствие особенностей фазового состава и пониженной термостабильности упрочняющих фаз.

На основании полученных термограмм (рисунок 3.1.2) были выбраны два основных режима термической обработки (таблица 3.1.7).

Таблица 3.1.7. Режимы термической обработки экспериментальных композиций высокопрочного литейного магниевых сплава.

№ режима	Параметры термической обработки
1	Закалка 520 °С, охлаждение в воде 80-90 °С, искусственное старение при 220 °С
2	Закалка 540 °С, охлаждение в потоке воздуха, искусственное старение при 200 °С

Предварительно все составы экспериментальных композиций были термически обработаны по данным режимам с целью оценки структуры и механических свойств и последующего уточнения температурно-временных параметров. Режим 1 предусматривает более интенсивное охлаждение после закалки (горячая вода) с целью фиксации пересыщенного твердого раствора и повышения потенциала термического упрочнения. Режим 2, с охлаждением в потоке воздуха и несколько пониженной температурой старения, позволяет оценить влияние более мягких условий закалки и старения на стабильность структуры и свойства сплавов.

Результаты испытаний на растяжение составов экспериментальных композиций после термической обработки по режимам 1 и 2 представлены в таблице 3.1.8.

Таблица 3.1.8. Механические свойства составов экспериментальных композиций высокопрочного литейного магниевого сплава

№ состава	Механические свойства опытных составов*		
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
1-1	<u>293-301</u> 297	<u>193-209</u> 201	<u>1,9-2,5</u> 2,1
1-2	<u>270-279</u> 275	<u>183-199</u> 194	<u>1,3-2,1</u> 1,6
2-1	<u>282-293</u> 285	<u>182-196</u> 189	<u>2,4-3,0</u> 2,8
2-2	<u>272-285</u> 278	<u>175-186</u> 181	<u>2,0-3,1</u> 2,5
3-1	<u>252-266</u> 259	<u>148-156</u> 153	<u>3,1-4,5</u> 4,1
3-2	<u>249-256</u> 252	<u>136-145</u> 141	<u>1,9-2,5</u> 2,2
4-1	<u>226-239</u> 230	<u>111-120</u> 116	<u>3,1-4,3</u> 4,0
4-2	<u>218-230</u> 225	<u>104-115</u> 110	<u>2,6-3,1</u> 2,8
5-1	<u>226-268</u> 254	<u>122-135</u> 130	<u>2,0-2,7</u> 2,2
5-2	<u>256-270</u> 263	<u>134-145</u> 140	<u>2,1-3,4</u> 2,5
* В числителе представлены минимальные и максимальные значения в знаменателе среднее значение			

Анализ данных таблицы показывает, что наибольшее упрочнение после термической обработки достигнуто для сплавов состава № 1 и № 2.

Для состава № 1 режим термической обработки № 1 (520 °С, вода 80-90 °С, старение 220 °С) обеспечивает наилучшее сочетание прочности и пластичности: средние значения $\sigma_B \approx 297-301$ МПа, $\sigma_{0,2} \approx 201$ МПа при $\delta \approx 2,1$ %.

Для состава № 2 также наблюдается достаточно высокий уровень прочности (σ_B порядка 280-285 МПа) при несколько большей пластичности по сравнению с составом № 1.

Составы № 3 и 4 демонстрируют несколько пониженные значения временного сопротивления и предела текучести, однако характеризуются повышенным относительным удлинением. Это связано с отличиями в фазовом составе и характере выделения интерметаллидных фаз при повышенном содержании РЗЭ и измененном соотношении Gd-Nd-Ce-Y, приводящем к формированию более пластичной, но менее упрочненной структуры.

Состав № 5 занимает промежуточное положение по уровню механических свойств. При этом влияние режимов термической обработки проявляется менее выражено, что свидетельствует о меньшем потенциале термического упрочнения данного варианта легирования.

Сравнение режимов 1 и 2 показывает, что в большинстве случаев режим 1 обеспечивает более высокий уровень временного сопротивления и предела текучести за счет более интенсивного охлаждения после закалки и, как следствие, более высокой степени пересыщения твердого раствора. При режиме 2 несколько возрастает пластичность, но часть упрочняющего потенциала реализуется в меньшей степени.

Таким образом, по результатам механических испытаний в качестве наиболее перспективных для дальнейшего исследования и наиболее близких по значению к прогнозированным свойствам следует рассматривать составы № 1 и № 2, термически обработанные по режиму 1.

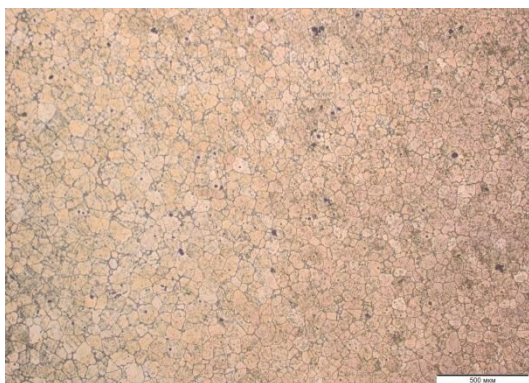
Для подтверждения выявленных закономерностей были проведены металлографические исследования микроструктуры экспериментальных композиций сплавов в литом состоянии и после термической обработки по режимам 1 и 2. Микроструктуры сплавов составов № 1-5 приведены на рисунках 3.1.3-3.1.7.

На примере состава № 1 (рисунок 3.1.3) показано, что после термической обработки по режиму 1 наблюдается значительное измельчение зеренной структуры по сравнению с литым состоянием, а также равномерное распределение дисперсных вторичных фаз по границам и внутри зерен.

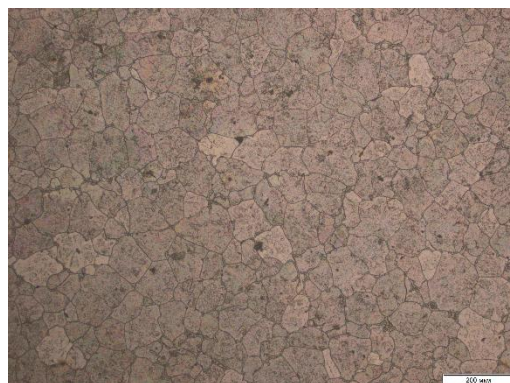
При обработке по режиму 2 (рисунок 3.1.3) частично сохраняется более крупное зерно, отмечается несколько иная морфология и распределение интерметаллидной фазы, что коррелирует с несколько меньшим уровнем прочности и предела текучести.

Аналогичные закономерности проявляются и для составов № 2-4 (рисунки 3.1.4-3.1.7): режим 1 приводит к более выраженному измельчению зерна и развитию равномерной дисперсионной структуры, тогда как при режиме 2 сохраняется несколько более крупнозернистая структура, сопровождающаяся повышением пластичности.

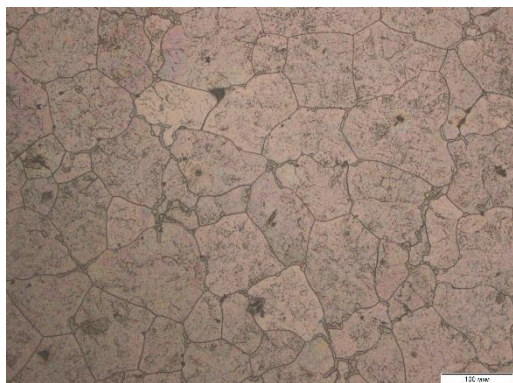
Размер зерна опытных составов в литом состоянии и после термической обработки по различным режимам приведен в таблице 3.1.9.



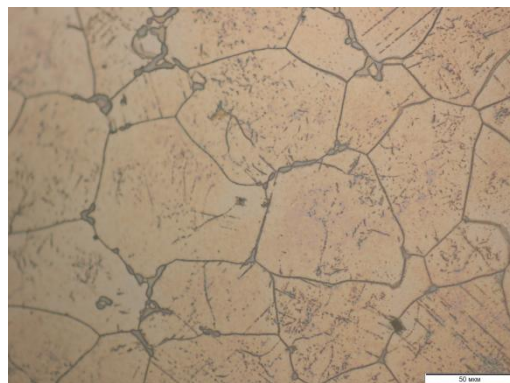
а



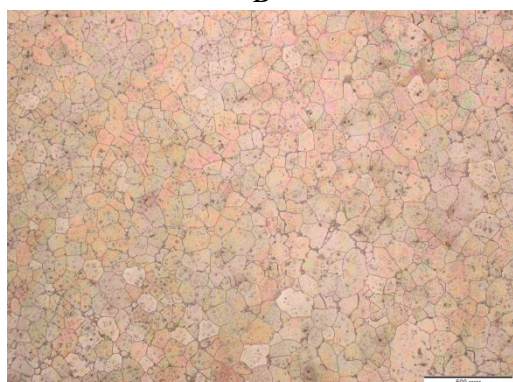
б



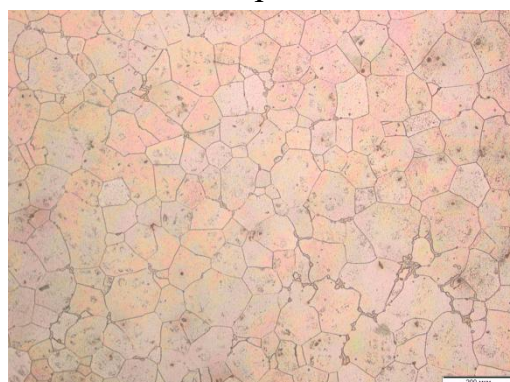
в



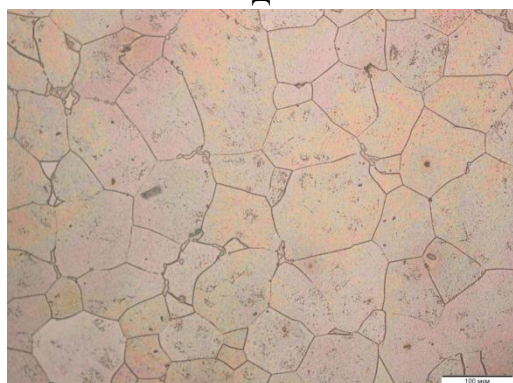
г



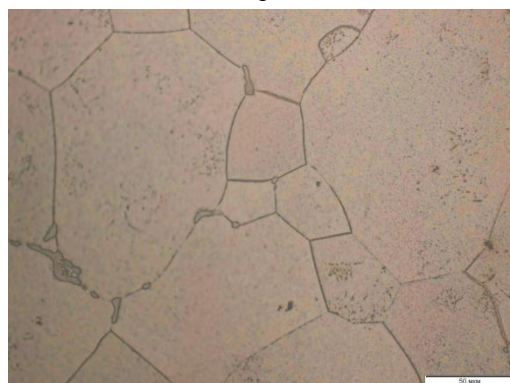
д



е

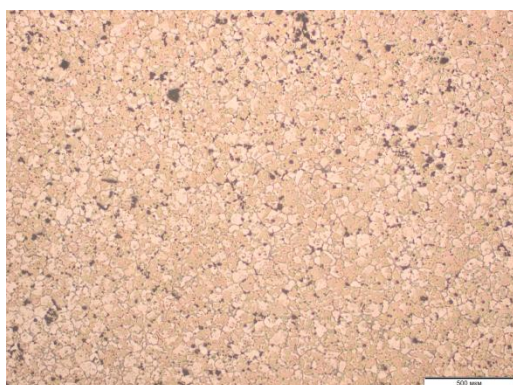


ж



з

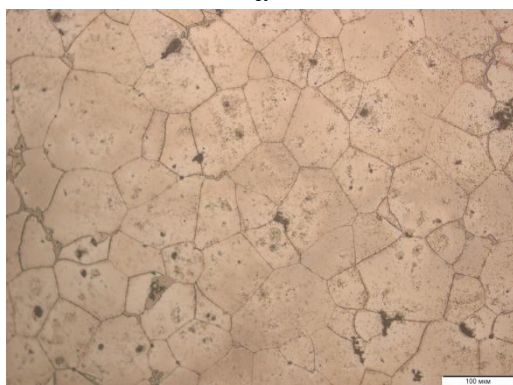
Рисунок 3.1.3. Микроструктура состава № 1 экспериментальной композиции, обработанного по режиму Т/О №1 (а-г), обработанного по режиму №2 (д-з)



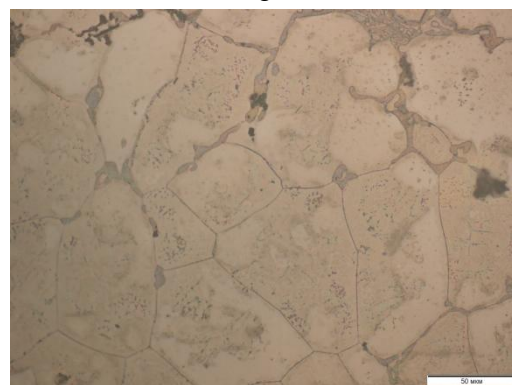
а



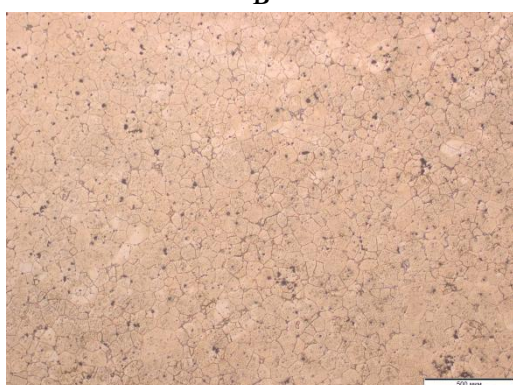
б



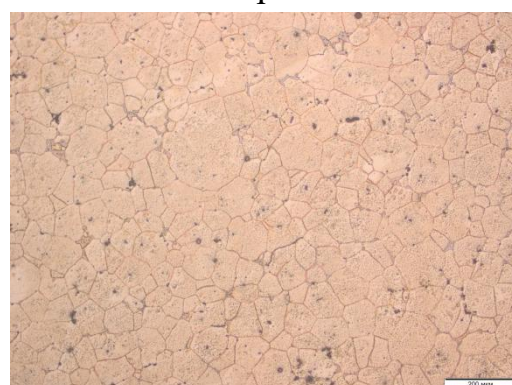
в



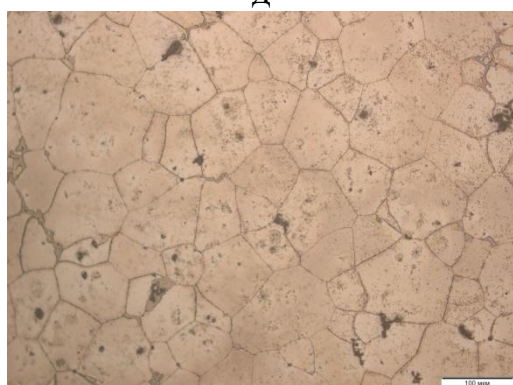
г



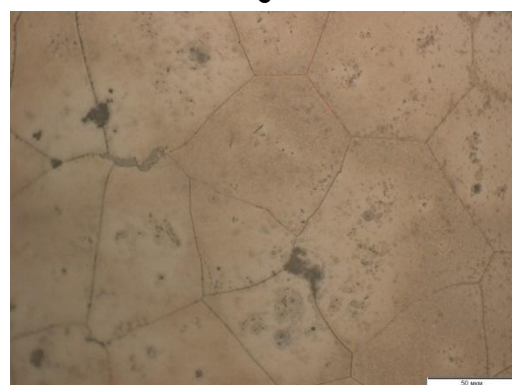
д



е



ж

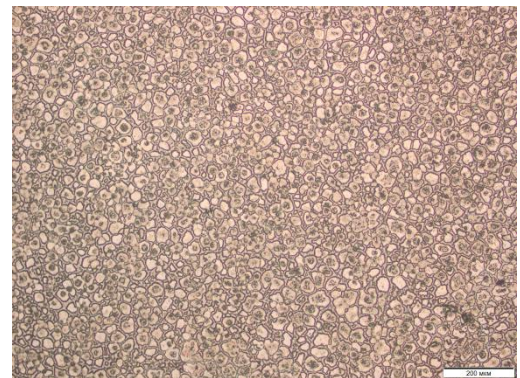


з

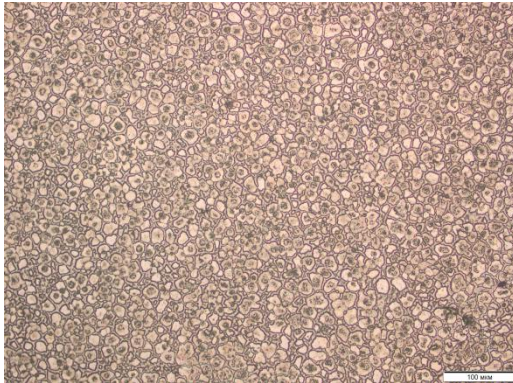
Рисунок 3.1.4. Микроструктура состава № 2 экспериментальной композиции, обработанного по режиму Т/О №1 (а-г), обработанного по режиму №2 (д-з)



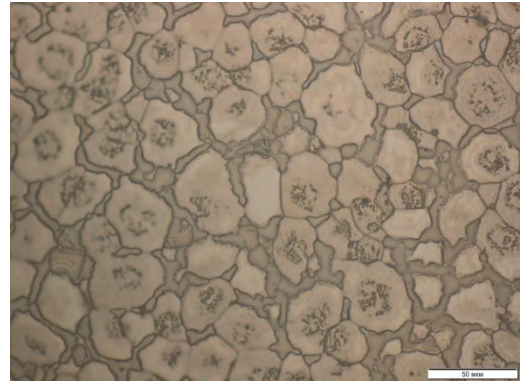
а



б



в



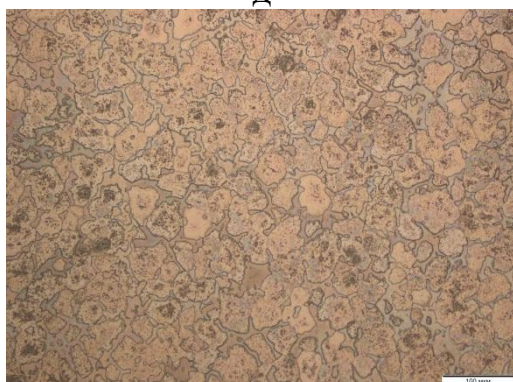
г



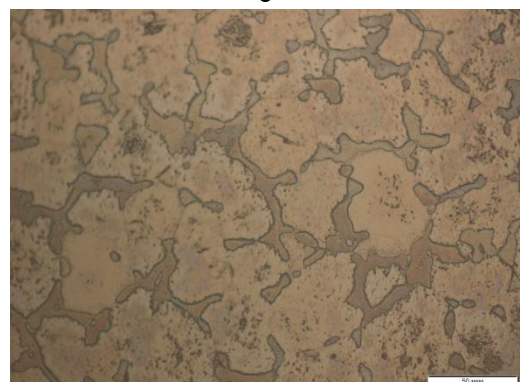
д



е

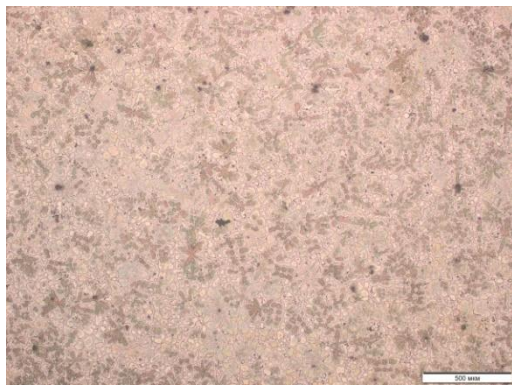


ж

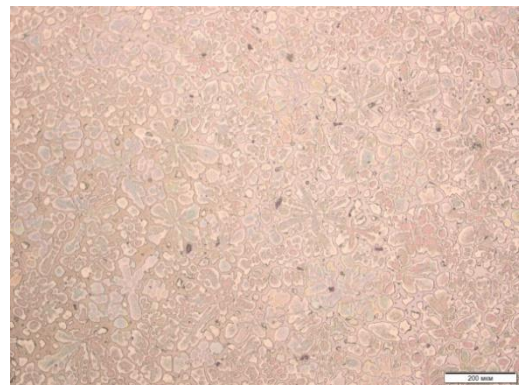


з

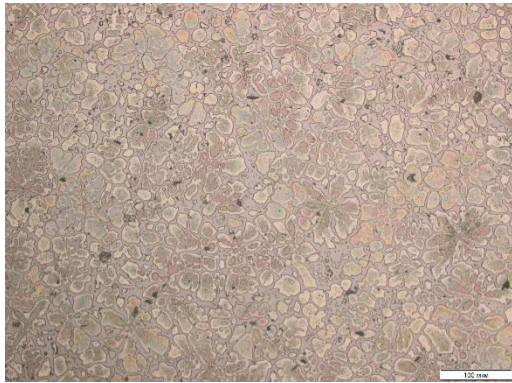
Рисунок 3.1.5. Микроструктура состава № 3 экспериментальной композиции, обработанного по режиму Т/О №1 (а-г), обработанного по режиму №2 (д-з)



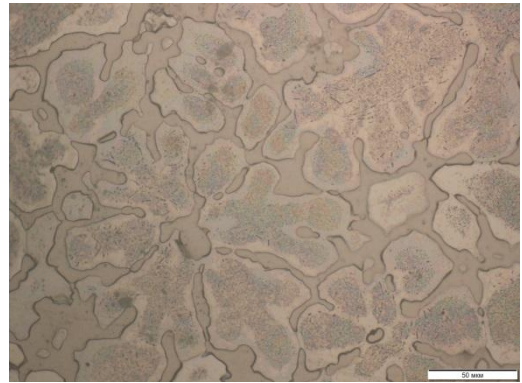
а



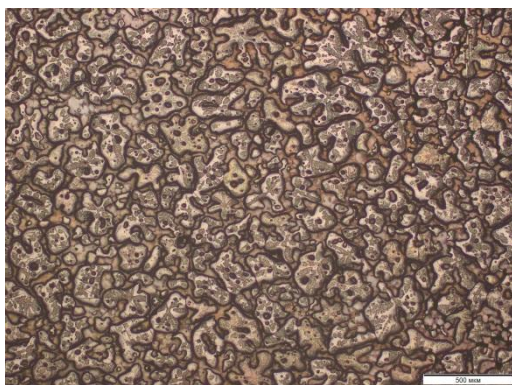
б



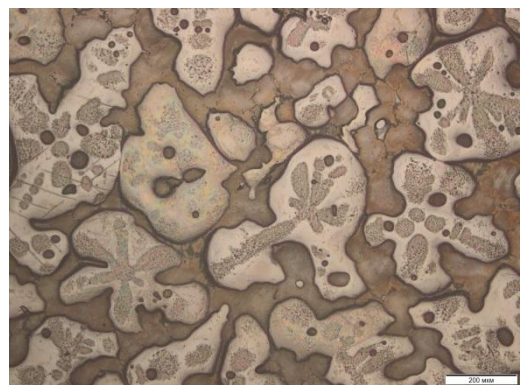
в



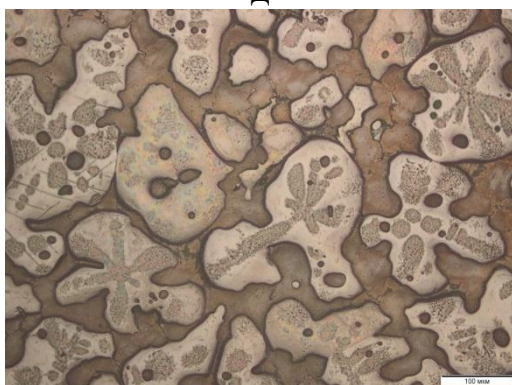
г



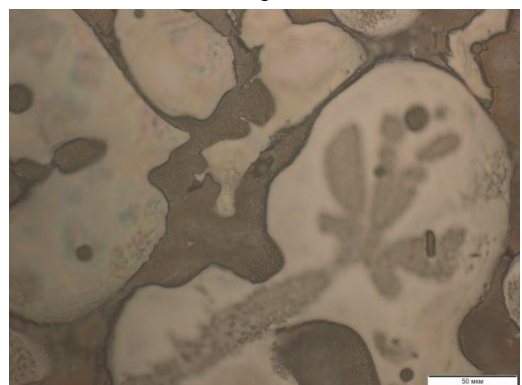
д



е

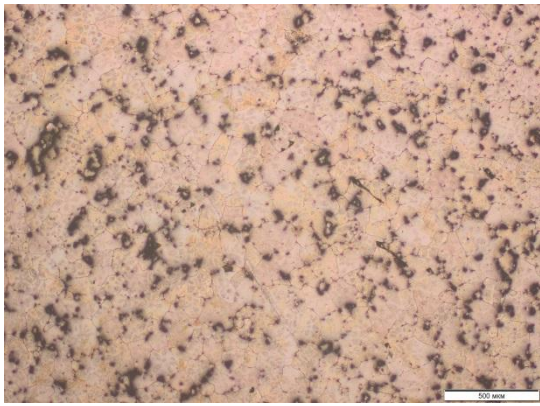


ж

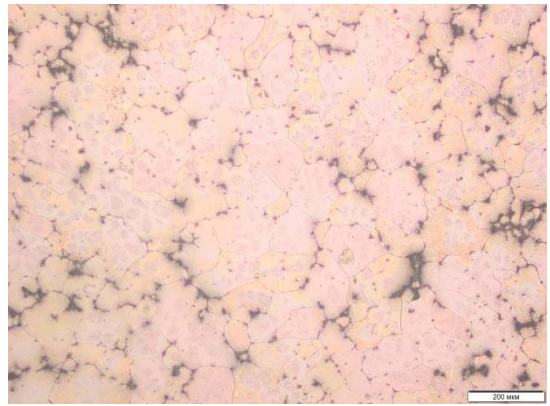


з

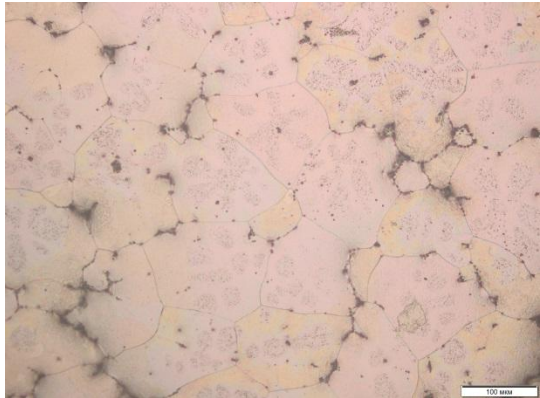
Рисунок 3.1.6. Микроструктура состава № 4 экспериментальной композиции, обработанного по режиму Т/О №1 (а-г), обработанного по режиму №2 (д-з)



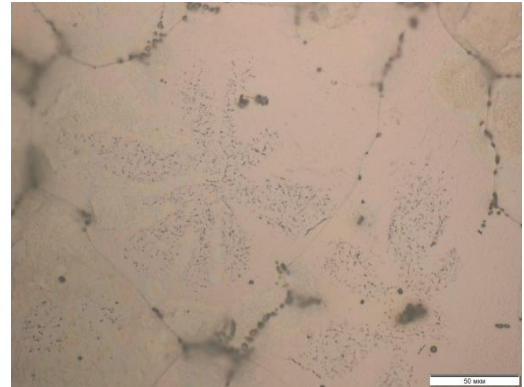
а



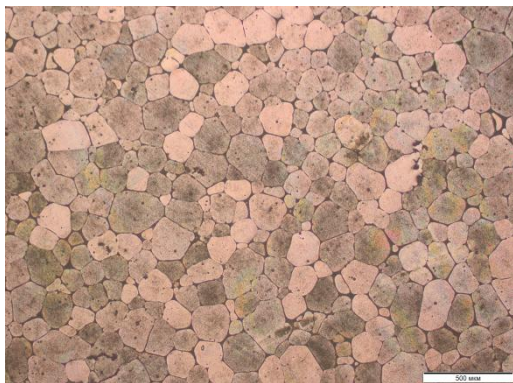
б



в



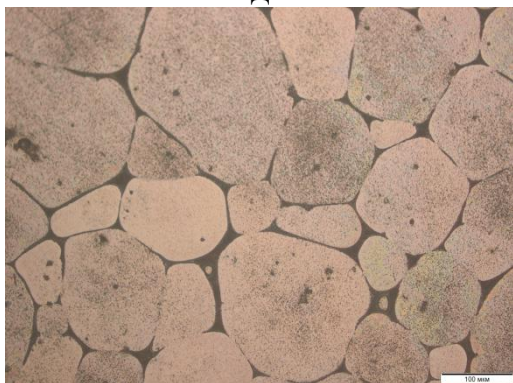
г



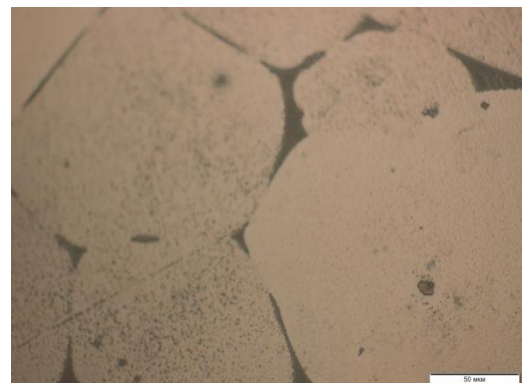
д



е



ж



з

Рисунок 3.1.7. Микроструктура состава № 5 экспериментальной композиции, обработанного по режиму Т/О №1 (а-г), обработанного по режиму №2 (д-з)

Таблица 3.1.9. Размер зерна опытных составов, обработанных по различным режимам.

Состав/ режим ТО	Средний диаметр, мкм	Минимальный размер зерна, мкм	Максимальный размер зерна, мкм
Литое-1	105,3±1,5	84,1	224,4
1-1	46,1±1,1	8,5	108,4
1-2	70,2±0,9	17,9	123,2
Литое-2	118,5±1,5	106,4	267,9
2-1	69,0±1,3	10,1	133,2
2-2	62,1±1,0	12,4	119,2
Литое-3	110,8±1,5	101,6	255,2
3-1	31,0±1,8	15,8	105,7
3-2	35,11±0,7	21,6	107,5
Литое-4	109,2±1,3	101,6	235,5
4-1	33,4±0,6	18,6	128,5
4-2	51,0±1,0	25,1	110,0
Литое-5	115,4±1,3	98,4	141,8
5-1	95,2±1,2	38,2	154,7
5-2	75,2±0,9	20,4	129,6

Из данных таблицы 3.1.9 видно, что в литом состоянии все сплавы характеризуются достаточно крупным зерном (средний размер порядка 100 мкм и выше). Термическая обработка по режиму 1 приводит к существенному измельчению зерна, особенно для составов № 1, 3 и 4, где средний размер зерна снижается до 31-46 мкм. Для состава № 3 наблюдается наиболее выраженное измельчение ($\approx 31-35$ мкм), однако при этом механические свойства уступают составам № 1 и 2. Это указывает на определяющую роль не только размера зерна, но и фазового состава, морфологии и распределения упрочняющих фаз. Для

состава № 5 даже после термической обработки сохраняется относительно крупное зерно

(75-95 мкм), что объясняет более низкий уровень прочности и менее выраженный эффект термического упрочнения.

Таким образом, результаты структурных исследований подтверждают выявленные при механических испытаниях закономерности и демонстрируют тесную взаимосвязь между системой легирования, режимами термической обработки, формированием структуры и комплексом механических свойств.

Определена огнестойкость экспериментальных композиций высокопрочного литейного магниевых сплава. Результаты представлены в таблице 3.1.10.

Таблица 3.1.10. Горючесть экспериментальных композиций сплава

№ состава	Температура на образце при воспламенении в точке воздействия пламени, °С
1	761-778
2	707-754
3	711-775
4	701-748
5	671-758

Анализ полученных данных показал, что не все исследованные составы характеризуются повышенной температурой воспламенения. Для состава 1 она существенно выше значений, характерных для традиционных литейных магниевых сплавов (для сплава МЛ19 температура воспламенения ~ 712 °С). При этом максимальные значения температуры воспламенения достигают 748-778 °С в зависимости от состава.

Установлено, что наиболее стабильные и высокие значения температуры воспламенения характерны для составов № 1-3.

Для экспериментального состава № 1 температура воспламенения находится в диапазоне 747-769 °С. Полученный уровень температур воспламенения обусловлен комплексным влиянием редкоземельных элементов, способствующих

повышению термической стабильности магниевой матрицы, а также образованию плотных и химически устойчивых оксидных слоев, а также снижению скорости окисления магния при нагреве.

Для составов с пониженным содержанием отдельных редкоземельных элементов или измененным их соотношением (в частности, состав № 5) наблюдается более широкий разброс температур воспламенения и снижение минимальных значений до 671 °С.

Таким образом, результаты испытаний подтверждают, что рациональный подбор системы легирования Mg-РЗЭ-Zr позволяет существенно повысить температуру воспламенения литейных магниевых сплавов и обеспечить их соответствие требованиям, предъявляемым к пожаробезопасным конструкционным материалам.

Проведено исследование длительной прочности при температуре 250°С на базе 100 часов экспериментальных композиций высокопрочного литейного магниевых сплавов составов №№ 1-3. При этом напряжение варьировалось от 115 до 130 МПа. Результаты представлены в таблице 3.1.11.

Для оценки жаропрочных характеристик экспериментальных композиций пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевых сплавов проведены испытания на длительную прочность при температуре 250 °С на базе 100 часов.

Таблица 3.1.11. Длительная прочность при повышенной температуре экспериментальных композиций высокопрочного литейного магниевого сплава

№ состава	Напряжение, МПа	Время, ч
1-1	130	86-95
	125	100-107
	120	105-124
	115	148-156
1-2	130	80-91
	125	92-110
	120	101-122
	115	144-167
2-1	130	37-55
	125	47-82
	120	66-95
	115	99-101
2-2	130	17-44
	125	22-76
	120	46-95
	115	88-97
3-1	130	23-55
	125	68-79
	120	82-91
	115	94-100
3-2	130	33-65
	125	78-89
	120	92-101
	115	105-115
4-1	130	60-71
	125	76-83
	120	90-109
	115	112-131
4-2	130	45-61
	125	69-73
	120	80-87
	115	104-113
5-1	130	33-65
	125	74-81
	120	86-95
	115	98-110
5-2	130	13-41
	125	54-69
	120	73-87
	115	93-100

Анализ результатов, представленных в таблице 3.1.11, показал, что все исследованные сплавы демонстрируют выраженную зависимость времени до разрушения от величины прикладываемого напряжения, характерную для ползучести магниевых сплавов при повышенных температурах. При увеличении напряжения с 115 до 130 МПа наблюдается закономерное сокращение времени до разрушения, при этом степень снижения существенно различается для различных составов.

Установлено, что экспериментальный состав № 1 характеризуется наивысшим уровнем длительной прочности среди исследованных вариантов легирования. При напряжении 115 МПа время до разрушения превышает 140-150 ч, а при напряжении 120 МПа сохраняется на уровне 105-125 ч, что свидетельствует о высокой устойчивости структуры сплава к процессам высокотемпературной ползучести.

Для составов № 2 и № 3 наблюдается снижение длительной прочности по сравнению с составом № 1: при напряжении 120-125 МПа время до разрушения составляет в среднем 70-100 ч, а при 130 МПа уменьшается до 20-60 ч в зависимости от режима термической обработки. Это указывает на менее стабильное сопротивление высокотемпературной деформации.

Более низкие показатели длительной прочности составов № 2 и № 3 связаны с особенностями фазового состава и морфологии интерметаллидных включений. Повышенная доля грубодисперсных фаз и менее равномерное распределение упрочняющих частиц в объеме зерна способствуют ускоренному развитию процессов ползучести и локализации пластической деформации при длительном нагружении.

Таким образом, экспериментально подтверждено, что оптимальное соотношение редкоземельных элементов в составе № 1 обеспечивает формирование термостабильной структуры, сохраняющей высокую несущую способность при температуре 250 °С в условиях длительного нагружения, что является ключевым критерием жаропрочности литейных магниевых сплавов.

3.2 Получение линейных зависимостей влияния основных редкоземельных легирующих элементов для разработки математических моделей прогнозирования свойств литейного магниевого сплава системы Mg-PЗЭ-Zr с повышенной температурой воспламенения

Проведенные ранее исследования [168, 169] по оценке влияния редкоземельных элементов на свойства магниевых сплавов (таблица 3.2.1) позволили установить следующие закономерности.

Легирование литейного магниевого сплава системы Mg-PЗЭ-Zr иттрием практически не оказывает существенного влияния на величину временного сопротивления разрыву, однако приводит к заметному повышению предела текучести. С увеличением концентрации иттрия дополнительно возрастает уровень прочностных характеристик при повышенных температурах. Таким образом, введение иттрия в расплав позволяет оказать положительное воздействие на упрочнение матрицы сплава и его высокотемпературные характеристики.

Введение неодима в исследованном диапазоне концентраций практически не изменяет механические свойства литейного магниевого сплава Mg-PЗЭ-Zr как при комнатной, так и при повышенных температурах. Однако при содержании неодима свыше 3,2 % наблюдается снижение относительного удлинения, что указывает на ухудшение пластических характеристик материала, связанное с ростом объемной доли интерметаллидных фаз.

Легирование гадолинием оказывает выраженное упрочняющее воздействие на сплав Mg-PЗЭ-Zr, приводя к значительному увеличению временного сопротивления при комнатной и повышенных температурах. Полученные результаты говорят о высокой эффективности гадолия как легирующего элемента, способствующего повышению одновременно прочностных и жаропрочных характеристик сплава.

Введение цинка в количестве до 0,75 % практически не приводит к заметным изменениям прочностных характеристик сплава Mg-PЗЭ-Zr при комнатной и

повышенных температурах, однако дальнейшее увеличение его содержание приводит к снижению стабильности структуры при температурных воздействиях и формированию неблагоприятных фазовых составляющих, что приводит к снижению характеристик.

В связи с этим для дальнейшего исследования влияния основных легирующих элементов и определения их оптимального соотношения было принято решение применить методы математического планирования эксперимента основных входящих в состав элементов с понижением доли цинка, позволяющие установить количественные зависимости между химическим составом и свойствами сплава.

Таблица 3.2.1. Предварительные испытания прочностных и жаропрочных характеристик экспериментальных композиций

Наименование композиции	Химический состав, %					Наименование характеристики					Исследуемый элемент
						20 °С			250 °С	300 °С	
	Y	Nd	Gd	Zn	Zr	σ_B , МПа	σ_{02} , МПа	δ , %	σ_B , МПа	σ_B , МПа	
Mg-2,5Nd-(2,2-2,4)Gd-0,3Zn-0,5Zr	-	2,50	2,50	0,30	0,50	295,0	165,0	5,2	245,0	165,0	Иттрий
	1,65	2,55	1,82	0,30	0,54	280,0	175,0	4,0	245,0	160,0	
	2,20	2,50	2,50	0,30	0,57	285,0	175,0	4,2	270,0	170,0	
	3,00	2,60	2,40	0,30	0,54	305,0	210,0	4,7	270,0	205,0	
	3,25	2,36	2,20	0,33	0,46	280,0	210,0	3,7	265,0	210,0	
	3,80	2,40	2,50	0,30	0,51	295,0	225,0	3,0	265,0	210,0	
Mg-2,8Nd-2,4Gd-0,5Zn-0,5Zr	-	2,70	2,40	0,50	0,50	300,0	170,0	5,2	250,0	170,0	
	2,20	2,70	2,40	0,49	0,66	305,0	185,0	4,7	255,0	200,0	
	2,60	2,65	2,64	0,55	0,50	305,0	225,0	4,6	260,0	210,0	
	3,10	2,80	2,35	0,60	0,80	295,0	200,0	3,8	260,0	220,0	
	3,72	2,90	2,20	0,50	0,50	305,0	225,0	3,0	265,0	235,0	

Mg-2,5Gd-2Y- 0,5Zn-0,5Zr	1,81	2,35	2,30	0,50	0,50	305,0	200,0	5,5	255,0	220,0	Неодим	
	2,00	2,50	2,60	0,50	0,62	295,0	205,0	5,0	260,0	210,0		
	2,20	2,70	2,40	0,49	0,66	305,0	200,0	4,7	260,0	215,0		
Mg-2,5Gd-3Y- 0,5Zn-0,5Zr	3,00	2,50	2,40	0,52	0,50	305,0	210,0	4,0	260,0	220,0		
	2,60	2,65	2,60	0,55	0,50	300,0	215,0	4,6	260,0	210,0		
	3,10	2,80	2,35	0,60	0,46	300,0	200,0	3,8	260,0	220,0		
	2,60	3,20	2,50	0,60	0,50	295,0	215,0	3,0	265,0	210,0		
	2,80	3,70	2,74	0,58	0,51	300,0	215,0	3,0	270,0	230,0		
Mg-3Y-2,8Nd- 0,5Zn-0,5Zr	2,80	3,00	-	0,50	0,50	275,0	175,0	3,6	245,0	205,0		Гадолиний
	2,70	3,00	1,50	0,70	0,45	280,0	210,0	3,8	265,0	210,0		
	3,10	2,80	2,35	0,60	0,46	295,0	200,0	3,8	260,0	220,0		
	2,60	3,20	2,90	0,40	0,45	295,0	210,0	2,5	275,0	220,0		
Mg-2,2Y-2,8Nd- 0,5Zn-0,5Zr	2,20	2,70	-	0,50	0,50	275,0	165,0	4,0	225,0	175,0		
	2,26	2,70	2,20	0,54	0,53	295,0	205,0	4,2	250,0	210,0		
	2,20	2,70	2,40	0,49	0,66	310,0	185,0	4,7	255,0	200,0		
	2,20	2,50	2,60	0,50	0,62	295,0	190,0	5,0	260,0	195,0		
	2,20	2,70	3,10	0,55	0,56	305,0	210,0	2,2	260,0	225,0		

Mg-1,7Y-2,5Nd-0,5Zn-0,5Zr	1,70	2,50	-	0,30	0,50	275,0	165,0	5,2	225,0	175,0	
	1,65	2,55	2,50	0,31	0,54	280,0	175,0	4,0	245,0	205,0	
	1,70	2,60	3,46	0,30	0,50	305,0	195,0	4,6	265,0	230,0	
Mg-2,5Nd-2Gd-3Y-0,5Zn-0,5Zr	3,00	2,50	2,20	-	0,50	280,0	175,0	4,2	245,0	170,0	Цинк
	3,25	2,36	2,20	0,33	0,46	290,0	175,0	3,7	245,0	210,0	
	3,00	2,55	2,35	0,52	0,42	295,0	210,0	4,0	250,0	225,0	
	3,08	2,50	2,40	0,75	0,55	290,0	210,0	3,5	245,0	210,0	
	3,00	2,50	2,20	1,80	0,50	270,0	150,0	6,3	230,0	215,0	

3.3 Разработка математической модели прогнозирования свойств сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr

Проведены исследования механических свойств сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr в зависимости от соотношения легирующих компонентов при одинаковом содержании циркония - 0.5%. Задача оптимизации состава сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr при сравнительно небольшом количестве опытов решена применением метода математического планирования эксперимента [169].

Для получения более полной информации об изучаемых зависимостях принято решение воспользоваться планом полного факторного эксперимента 2^4 , имеющего следующие свойства. Во-первых, он симметричный относительно центра эксперимента. Во-вторых, данный план нормированный [170, 171]. После реализации опытов полного факторного эксперимента строится математическая линейная модель, которая представлена в общем виде 3.3.1:

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i \quad (3.3.1)$$

Где y – величина отклика; b_i – значения коэффициентов; k – число факторов.

В качестве независимых переменных были выбраны содержания легирующих компонентов в исследуемом сплаве: Y (X_1), Nd (X_2), Gd (X_3), Zn (X_4). Зависимыми переменными являлись механические свойства сплава Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr: временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа). Каждый из факторов варьировался на двух уровнях. Интервалы варьирования факторов и их значения устанавливались исходя из полученных предварительных данных и указаны в Таблице 3.3.1.

При определении основного уровня использовались результаты предварительных исследований (см. глава 3, раздел 3.2), которые выявили повышенные механические свойства сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr состава 2,35% Y, 2,65% Nd, 2,7% Gd и 0,4%Zn.

Таблица 3.3.1. Уровни варьирования факторов

Факторы	X1 (Y,%)	X2 (Nd,%)	X3 (Gd,%)	X4 (Zn,%)
Основной уровень (X_{i0})	2,35	2,65	2,7	0,4
Интервал варьирования (ΔX_i)	0,65	0,15	0,3	0,1
Верхний уровень ($x_i = 1$)	3,0	2,8	3,0	0,5
Нижний уровень ($x_i = -1$)	1,7	2,5	2,4	0,3
Звездная точка $+\alpha$ ($x_i = 1,60717$)	3,395	2,891	3,182	0,56
Звездная точка $-\alpha$ ($x_i = -1,60717$)	1,305	2,409	2,218	0,24

Прежде всего был реализован полный факторный эксперимент 2^4 , состоящий из шестнадцати опытов. Матрица планирования для этого случая указана в Таблице 3.3.2 (опыты 1 - 16), здесь же приведены и результаты опытов (опыты не дублировали). Кроме того, для оценки дисперсии, был проведен опыт в центре плана (Таблица 3.3.2 опыты 25-28), причем этот опыт дублировался 4 раза.

Дисперсионная оценка коэффициентов рассчитывалась по формуле (3.3.2). Значения дисперсионной оценки коэффициентов и среднеквадратичных ошибок для зависимых переменных представлены в Таблице 3.3.3

$$S_y^2 = \frac{\sum_{g=1}^{n_0} (y_{0g} - \bar{y}_0)^2}{f_1} \quad (3.3.2)$$

где y_{0g} - результат g -го дубля (повтора) опыта в центре плана;
 \bar{y}_0 - среднее арифметическое значение всех n_0 дублей центрального опыта;
 f_1 - число степеней свободы.

Число степеней свободы - понятие, учитывающее в статистических ситуациях связи, ограничивающее свободу изменения случайных величин.

В данном случае при определении S_y^2 по формуле была рассчитана константа \bar{y}_0 . Поэтому в данном случае:

$$f_1 = n_0 - 1$$

Среднеквадратичные ошибки рассчитывались по формуле (3.3.3)

$$S_y = \sqrt{S_y^2} \quad (3.3.3)$$

Таблице 3.3.3. Дисперсионная оценка коэффициентов и среднеквадратичных ошибок

Дисперсионная оценка коэффициентов	Зависимая переменная			
	$S_{\sigma_B}^2$	$S_{\sigma_{0,2}}^2$	$S_{\sigma_B}^2$ при 250 °С	$S_{\sigma_B}^2$ при 300 °С
	8,333	16,66	6,25	16,66
Среднеквадратичная ошибка опыта	S_{σ_B} МПа	$S_{\sigma_{0,2}}$ МПа	S_{σ_B} при 250 °С МПа	S_{σ_B} при 300 °С МПа
	2,886	4,081	2,5	4,081

Таблица 3.3.2. Матрица планирования и результаты опытов

№ опыта	x_0	x_1	x_2	x_3	x_4	x_{12}	x_{13}	x_{14}	x_{23}	x_{24}	x_{34}	x_{123}	x_{124}	x_{134}	x_{234}	$x'_1 = x_1^2 - 0,756$	$x'_2 = x_2^2 - 0,756$	$x'_3 = x_3^2 - 0,756$	$x'_4 = x_4^2 - 0,756$	$\sigma_{в,}$ МПа		Примечание		
																				Испытания при тем-ре 20 °С			$\sigma_{в,}$ МПа	Испытания при тем-ре 250 °С
1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	295,0	205,0	275,0	220,0	Ядро плана – ПФЭ 2 ⁴
2	+1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	305,0	200,0	260,0	225,0	
3	+1	+1	-1	+1	+1	-1	1	1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	300,0	215,0	260,0	210,0	
4	+1	-1	-1	+1	+1	1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	310,0	195,0	265,0	225,0	
5	+1	+1	+1	-1	+1	1	-1	1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	305,0	205,0	260,0	225,0	
6	+1	-1	+1	-1	+1	-1	1	-1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	305,0	185,0	250,0	200,0	
7	+1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	295,0	210,0	250,0	225,0	
8	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	305,0	190,0	255,0	200,0	
9	+1	+1	+1	+1	-1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	300,0	215,0	275,0	230,0	
10	+1	-1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	295,0	205,0	260,0	220,0	
11	+1	+1	-1	1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	295,0	210,0	270,0	210,0	
12	+1	-1	-1	1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	+1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	300,0	190,0	265,0	230,0	
13	+1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	-1	-1	+1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	295,0	200,0	260,0	220,0	
14	+1	-1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	+1	0,244	0,244	0,244	0,244	285,0	175,0	265,0	180,0	
15	+1	+1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	290,0	180,0	250,0	210,0	
16	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	-1	-1	-1	-1	0,244	0,244	0,244	0,244	280,0	170,0	240,0	190,0	
17	+1	-1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1,827	-0,756	-0,756	-0,756	280,0	190,0	245,0	185,0	
18	+1	1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1,827	-0,756	-0,756	-0,756	290,0	225,0	260,0	215,0	
19	+1	0	-1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	1,827	-0,756	-0,756	295,0	215,0	265,0	225,0	
20	+1	0	1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	1,827	-0,756	-0,756	290,0	215,0	260,0	215,0	
21	+1	0	0	-1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	1,827	-0,756	295,0	205,0	250,0	215,0	
22	+1	0	0	1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	1,827	-0,756	310,0	220,0	270,0	230,0	
23	+1	0	0	0	-1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	-0,756	1,827	285,0	180,0	250,0	195,0	
24	+1	0	0	0	1,607	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	-0,756	1,827	305,0	195,0	255,0	205,0	
25	+1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	-0,756	-0,756	300,0	220,0	260,0	210,0	
26	+1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	-0,756	-0,756	295,0	215,0	255,0	215,0	
27	+1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	-0,756	-0,756	300,0	215,0	255,0	210,0	
28	+1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	-0,756	-0,756	-0,756	-0,756	300,0	210,0	255,0	205,0	Центр плана

Для вычисления коэффициентов регрессии использовалась формула 3.3.4.

$$b_i = \frac{\sum_{u=1}^N x_{iu} y_u}{N} \quad (3.3.4)$$

где x_{iu} – заданный уровень в u -опыте; y_u – результат u -опыта; i – номер фактора; N – количество опытов в плане.

Получены оценки коэффициентов регрессии, представленные в таблице 3.3.4.

Таблица 3.3.4. Коэффициенты регрессии полного факторного эксперимента 2^4

Зависимые переменные	Коэффициент регрессии														
	b_0	b_1	b_2	b_3	b_4	b_{12}	b_{13}	b_{14}	b_{23}	b_{24}	b_{34}	b_{123}	b_{124}	b_{134}	b_{234}
σ_B , МПа	297,5	0,625	0,625	2,5	5,0	1,25	-1,875	3,125	1,875	0,625	-2,5	0	0	0,625	0,625
$\sigma_{0,2}$, МПа	196,87	8,125	1,875	7,5	3,75	-0,625	-1,25	0	0	-3,75	4,375	-2,5	-1,25	-0,625	0,622
σ_B , при 250 °С МПа	260,0	2,5	3,125	6,25	0,625	1,875	1,25	0,625	-1,875	-1,25	-0,625	1,875	2,5	-0,625	2,5
σ_B , при 300 °С МПа	213,75	5,0	1,25	7,5	2,5	3,75	-8,75	-1,25	1,25	0	-3,75	-1,25	2,5	0	0

Статистическая значимость коэффициентов регрессии оценивалась по формуле 3.2.5 по критерию Стьюдента при 5% уровне значимости:

$$|\Delta b_i| = |t_{\alpha; f1} \times S b_i| \quad (3.3.5)$$

где: Δb_i – доверительный интервал; $t_{\alpha; f1}$ – критерий Стьюдента, ($t_{0,05; f1=3,18}$); $f1 = n_0 - 1 = 3$ – число степеней свободы; n_0 – число дублей.

Рассчитаны доверительные интервалы коэффициентов регрессии для зависимых переменных (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)).

$$\Delta_{b_{\sigma_B}} = 2,294$$

$$\Delta_{b_{\sigma_{0,2}}} = 3,245$$

$$\Delta_{b_{\sigma_B \text{ при } 250^\circ\text{C}}} = 1,987$$

$$\Delta_{b_{\sigma_B \text{ при } 300^\circ\text{C}}} = 3,245$$

Коэффициенты, абсолютная величина которых равна доверительному интервалу или больше его, были признаны статистически значимыми. Для зависимых переменных в таблице 3.3.5 представлены статистически значимые коэффициенты.

Таблица 3.3.5. Статистически значимые коэффициенты

σ_B , МПа	b_0	b_3	b_4	b_{14}	b_{34}	-
$\sigma_{0,2}$, МПа	b_0	b_1	b_3	b_4	B_{24}	b_{34}
σ_B , при 250 °С МПа	b_0	b_1	b_2	b_3	b_{124}	b_{234}
σ_B , при 300 °С МПа	b_0	b_1	b_3	b_{12}	b_{13}	b_{34}

Статистическая незначимость коэффициента интерпретируются как отсутствие влияние соответствующего эффекта. Если модель линейная и соответственно незначим линейный эффект, можно считать, что данный фактор в изученных интервалах его изменения на отклик не влияет. Статистически незначимые коэффициенты из моделей были исключены.

Таким образом, после реализации полного факторного эксперимента 2^4 получены следующие уравнения регрессии

$$\text{для } \sigma_B = 297,5 + 2,5x_3 + 5x_4 - 3,125x_1x_4 - 2,5x_3x_4;$$

$$\text{для } \sigma_{0,2} = 196,87 + 8,125x_1 + 7,5x_3 + 3,75x_4 - 3,75x_2x_4 - 4,375x_3x_4;$$

$$\text{для } \sigma_B, \text{ при } 250 \text{ }^\circ\text{C} = 260,0 + 2,5x_1 + 3,125x_2 + 6,25x_3 + 2,5x_1x_2x_4 - 2,5x_2x_3x_4;$$

$$\sigma_B, \text{ при } 300 \text{ }^\circ\text{C} = 213,75 + 5,0x_1 + 7,5x_3 + 3,75x_1x_2 - 8,75x_1x_3 - 3,75x_3x_4.$$

Далее была проверена гипотеза об адекватности линейной части полученных моделей. В первую очередь проверена адекватность моделей по F-критерию (критерию Фишера). Расчетные значения зависимых переменных – $y_{u_{\text{расч}}}$ (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)), определенные по полученным уравнениям, указаны в таблице 3.3.6. Здесь же приведены все данные, необходимые для расчета дисперсии неадекватности $S_{\text{неад}}^2$.

Дисперсия неадекватности $S_{\text{неад}}^2$ рассчитывалась по уравнению:

$$S_{\text{неад}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_{u_{\text{расч}}} - y_{u_{\text{эксп}}})^2}{f_2} \quad (3.3.6)$$

где $y_{u_{\text{расч}}}$ и $y_{u_{\text{эксп}}}$ значения отклика в u -м опыте, соответственно рассчитанные по уравнению регрессии и определенные экспериментально; f_2 – число степеней свободы.

Таблица 3.3.6. Сопоставление экспериментальных и расчетных данных для линейных моделей

№ опыта	$\sigma_{в,эксп.}$ МПа	$\sigma_{в,расч.}$ МПа	$ \Delta y $	Δy^2	$\sigma_{0,2, эксл.}$ МПа	$\sigma_{0,2, расч.}$ МПа	$ \Delta y $	Δy^2	$\sigma_{в,эксп.}$ МПа тем-ре 250 °С	$\sigma_{в,расч.}$ МПа тем-ре 250 °С	$ \Delta y $	Δy^2	$\sigma_{в,эксп.}$ МПа тем-ре 300 °С	$\sigma_{в,расч.}$ МПа тем-ре 300 °С	$ \Delta y $	Δy^2
1	295,00	300,4	5,40	29,16	205,0	200,6	-4,40	19,36	275,0	276,9	1,90	3,61	220,00	217,5	-2,50	6,25
2	305,00	305,6	0,60	0,36	200,0	184,4	-15,60	243,36	260,0	266,9	6,90	47,61	225,00	217,5	-7,50	56,25
3	300,00	299,4	-0,60	0,36	215,0	208,1	-6,90	47,61	260,0	260,6	0,60	0,36	210,00	210	0,00	0
4	310,0	305,6	-4,40	19,36	195,0	191,8	-3,20	10,24	265,0	260,6	-4,40	19,36	225,00	225	0,00	0
5	305,0	299,4	-5,60	31,36	205,0	194,4	-10,60	112,36	260,0	259,4	-0,60	0,36	225,00	227,5	2,50	6,25
6	305,0	305,6	0,60	0,36	185,0	178,1	-6,90	47,61	250,0	249,4	-0,60	0,36	200,00	192,5	-7,50	56,25
7	295,0	299,4	4,40	19,36	210,0	201,8	-8,20	67,24	250,0	253,1	3,10	9,61	225,00	220	-5,00	25
8	305,0	305,6	0,60	0,36	190,0	185,6	-4,40	19,36	255,0	253,1	-1,90	3,61	200,00	200	0,00	0
9	300,0	300,6	0,60	0,36	215,0	224,4	9,40	88,36	275,0	266,9	-8,10	65,61	230,00	225	-5,00	25
10	295,0	294,4	-0,60	0,36	205,0	208,1	3,10	9,61	260,0	266,9	6,90	47,61	220,00	225	5,00	25
11	295,0	300,6	5,60	31,36	210,0	216,9	6,90	47,61	270,0	270,6	0,60	0,36	210,00	217,5	7,50	56,25
12	300,0	294,4	-5,60	31,36	190,0	200,6	10,60	112,36	265,0	260,6	-4,40	19,36	230,00	232,5	2,50	6,25
13	295,0	290,6	-4,40	19,36	200,0	200,6	0,60	0,36	260,0	259,4	-0,60	0,36	220,00	220	0,00	0
14	285,0	284,4	-0,60	0,36	175,0	184,4	9,40	88,36	265,0	259,4	-5,60	31,36	180,00	185	5,00	25
15	290,0	290,6	0,60	0,36	180,0	193,1	13,10	171,61	250,0	253,1	3,10	9,61	210,00	212,5	2,50	6,25
16	280,0	285,4	5,40	29,16	170,0	176,9	6,90	47,61	240,0	243,1	3,10	9,61	190,00	192,5	2,50	6,25
$\sum =$				213,36	$\sum =$			1113,02	$\sum =$			268,76	$\sum =$			300

$$f_2 = N - k' \quad (3.3.7)$$

где N - количество опытов в плане, а k' - число оставленных коэффициентов уравнения (включая b_0)

Расчитанное значение F -критерия для зависимых переменных определялось по формуле 3.3.8.

$$F_{f_2; f_1 \text{ расч}} = \frac{S_{\text{неад}}^2}{S_y^2} \quad (3.3.8)$$

Проверена гипотеза об адекватности линейных моделей по t -критерию. Расчетное значение t -критерия для зависимых переменных определялось по формуле 3.3.9.

$$t_{\text{расч}} = \frac{|b_0 - y_0| \sqrt{N}}{S_y} \quad (3.3.9)$$

где b_0 – коэффициент регрессии; y_0 – среднее арифметическое значение всех n_0 ; S_y – среднеквадратичная ошибка.

Согласно проведенным расчетам, которые показаны в таблице 3.3.7, для временного сопротивления расчетное значение F -критерия ($F_{\text{расч}}$) меньше табличного значения F -критерия ($F_{\text{табл}}$) при 5%-ном уровне значимости. Гипотеза об адекватности линейной модели для временного сопротивления не отвергается. Гипотеза об адекватности линейной части модели по t -критерию при 5%-ном уровне значимости для временного сопротивления отвергнута, так как расчетное значение t -критерия ($t_{\text{расч}}$) больше табличного значения t -критерия ($t_{\text{табл}}$).

Для предела текучести расчетное значение F -критерия ($F_{\text{расч}}$) больше табличного значения F -критерия ($F_{\text{табл}}$) при 5%-ном уровне значимости. Гипотеза об адекватности линейной части модели для предела текучести отвергнута. Гипотеза об адекватности линейной части модели по t -критерию при 5%-ном уровне значимости для предела текучести отвергнута, так как расчетное значение t -критерия ($t_{\text{расч}}$) больше табличного значения t -критерия ($t_{\text{табл}}$).

Для кратковременной прочности при 250 °С расчетное значение F -критерия ($F_{\text{расч}}$) больше табличного значения F -критерия ($F_{\text{табл}}$) при 5%-ном уровне значимости. Гипотеза об адекватности линейной части модели для кратковременной прочности при 250 °С отвергнута. Гипотеза об адекватности линейной части модели по t -критерию при 5%-ном уровне значимости для кратковременной прочности при 250 °С отвергнута так как, расчетное значение t -критерия ($t_{\text{расч}}$) больше табличного значения t -критерия ($t_{\text{табл}}$).

Для кратковременной прочности при 300 °С расчетное значение F -критерия ($F_{\text{расч}}$) меньше табличного значения F -критерия ($F_{\text{табл}}$) при 5%-ном уровне значимости. Гипотеза об адекватности линейной части модели для кратковременной прочности при 300 °С не отвергается. Гипотеза об адекватности линейной части модели по t -критерию при 5%-ном уровне значимости для кратковременной прочности при 300 °С отвергнута так как расчетное значение t -критерия ($t_{\text{расч}}$) больше табличного значения t -критерия ($t_{\text{табл}}$).

Таблица 3.3.7. Расчетные данные дисперсии неадекватности, F -критерия и t -критерия для линейных моделей.

Зависимые переменные	Расчетные и табличные данные критериев				
	$S_{\text{неад}}^2$	$F_{\text{расч}}$	$F_{\text{табл}}$	$t_{\text{расч}}$	$t_{\text{табл}}$
σ_B ,	19,40	2,33	3,29	4,89	3,18
$\sigma_{0,2}$,	113,30	6,79	3,71	17,76	3,18
σ_B , при 250 °С	24,43	4,3	3,71	6,0	3,18
σ_B , при 300 °С	30,00	1,8	3,71	3,67	3,18

С целью получения более точных математических моделей для исследуемых зависимых переменных было решено дополнить реализованную матрицу планирования 2^4 опытами в звездных точках (Таблица 3.3.2, опыты 17-24), совершив таким образом композиционный переход к ортогональному плану, имеющему вид:

$$y = b'_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i=1}^k b_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^k b_{ii} x_i' \quad (3.3.10)$$

Для проведения экспериментов был выбран симметричный ортогональный композиционный план второго порядка, который позволяет одновременно изучать индивидуальное и комплексное воздействие факторов (дает возможность оценивать коэффициенты регрессии независимо друг от друга), а также дает возможность точного математического описания поверхности отклика полиномами второго порядка. Модель второго порядка строилась для следующих механических свойств сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr: временное сопротивление, предел текучести, кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С.

Звездное плечо рассчитывалось согласно уравнению (3.3.11), где N_1 число опытов в ядре, n_0 – число опытов в центре плана, k – число факторов.

$$\alpha^2 = \frac{\sqrt{(N_1 + 2k + n_0)N_1} - N_1}{2} \quad (3.3.11)$$

Уровни факторов в звездных точках указаны в Таблице 3.3.1. Окончательно матрица плана с $N = 28$ опытами представлена в Таблице 3.3.2. Для того чтобы сделать эту матрицу ортогональной, вместо столбцов x_i^2 введены столбцы новых переменных $x_i' = x_i^2 - \lambda_2$.

Величина безразмерного момента λ_2 в данном случае рассчитывалась по следующему формуле 3.3.12

$$\lambda_2 = N^{-1} \sum_{u=1}^N x_{i_u}^2 \quad (3.3.12)$$

В итоге безразмерный момент $\lambda_2 = 0,756$; тогда переменная $x_i' = x_i^2 - 0,756$. По результатам всех двадцати восьми опытов матрицы планирования (Таблица 3.3.2) рассчитались все коэффициенты регрессии (Таблица 3.3.8), их дисперсии и среднеквадратичные ошибки (Таблица 3.3.9), а затем доверительные интервалы для каждой группы коэффициентов (Таблица 3.3.10).

В связи с ортогональностью плана оценки коэффициентов модели определялись независимо друг от друга по следующим формулам:

$$b'_0 = \frac{\sum_{u=1}^N y_u}{N} \quad (3.3.13);$$

$$b_i = \frac{\sum_{u=1}^N x_{iu} y_u}{\sum_{u=1}^N x_{iu}^2} \quad (3.3.14);$$

$$b_{ij} = \frac{\sum_{u=1}^N (x_i x_j)_u y_u}{\sum_{u=1}^N (x_i x_j)_u^2} \quad (3.3.15);$$

$$b_{ii} = \frac{\sum_{u=1}^N x_{iu} y_u}{\sum_{u=1}^N x_{iu}^2} \quad (3.3.16),$$

где x_{iu} – заданный уровень в u -опыте; y_u – результат u -опыта; i – номер фактора; N – количество опытов в плане.

Дисперсионная оценка коэффициентов рассчитывалась по формулам:

$$S_{b'_0}^2 = \frac{S_y^2}{N} \quad (3.3.17);$$

$$S_{b_i}^2 = \frac{S_y^2}{\sum_{u=1}^N x_{iu}^2} \quad (3.3.18);$$

$$S_{b_{ij}}^2 = \frac{S_y^2}{\sum_{u=1}^N (x_i x_j)_u^2} \quad (3.3.19);$$

$$S_{b_{ii}}^2 = \frac{S_y^2}{\sum_{u=1}^N x_{iu}^2} \quad (3.3.20)$$

Для повышения точности разрабатываемой модели после расчета коэффициентов (формулы 3.3.13-3.3.16) и проверки их статистической значимости (формула 3.3.5) проведено переход от использованной ранее модели (формула 3.3.9) к уточненной модели 3.3.21

$$y = b_0 + \sum_{1 \leq i \leq k} b_i x_i + \sum_{1 \leq i \leq j \leq k} b_{ij} x_i x_j + \sum_{1 \leq i \leq k} b_{ii} x_i^2 \quad (3.3.21),$$

рассчитав значения b_0 по следующей формуле:

$$b_0 = b'_0 - \lambda_2 \sum_{i=1}^k b_{ii} \quad (3.3.22)$$

Результаты расчет коэффициента b_0 для зависимых переменных представлены в таблице 3.3.8.

Таблица 3.3.8. Коэффициенты регрессии симметричного ортогонального композиционного план второго порядка

Зависимые переменные	Коэффициенты регрессии																		
	b'_0	b_i				b_{ij}										b_{ii}			
	b_0	b_1	b_2	b_3	b_4	b_{12}	b_{13}	b_{14}	b_{23}	b_{24}	b_{34}	b_{123}	b_{124}	b_{134}	b_{234}	b_{11}	b_{22}	b_{33}	b_{44}
σ_B , МПа	296,60	0,287	0,093	3,79	5,298	1,25	-1,875	-3,125	-1,875	-0,625	-2,5	0	0	0,625	-0,625	-2,856	0,047	1,98	1,015
$\sigma_{0,2}$, МПа	201,96	9,035	1,653	7,04	4,21	-0,312	-0,94	0,312	0,312	-3,44	-4,06	-2,5	0	-0,625	0,625	-3,867	-0,964	-1,93	-11,61
σ_B , при 250 °С МПа	258,57	3,03	1,982	6,24	-0,09	1,875	1,25	-0,625	-1,875	-1,25	-0,625	1,875	2,5	-0,625	2,5	-0,637	3,234	2,27	-0,637
σ_B , при 300 °С МПа	212,32	5,678	-0,287	6,81	3,12	3,75	-9,375	-1,25	1,25	0,625	-3,75	1,25	-2,50	0	0	-3,925	4,786	5,753	-2,957

Таблица 3.3.9. Дисперсионная оценка коэффициентов регрессии симметричного ортогонального композиционного план второго порядка

Зависимые переменные	Дисперсия							
	$S_{b'_0}^2$	$S_{b_i}^2$	$S_{b_{ij}}^2$	$S_{b_{ii}}^2$	$S_{b'_0}$	S_{b_i}	$S_{b_{ij}}$	$S_{b_{ii}}$
σ_B , МПа	0,298	0,394	0,521	0,624	0,545	0,627	0,722	0,787
$\sigma_{0,2}$, МПа	0,595	0,787	1,041	1,248	0,771	0,887	1,020	1,117
σ_B , при 250 °С МПа	0,223	0,295	0,390	0,468	0,472	0,543	0,625	0,684
σ_B , при 300 °С МПа	0,595	0,787	1,042	1,249	0,771	0,887	1,021	1,117

Таблица 3.3.10. Доверительные интервалы для коэффициентов регрессии симметричного ортогонального композиционного план второго порядка

Зависимые переменные	Доверительные интервалы			
	$\Delta_{b'_0}$	Δ_{b_i}	$\Delta_{b_{ij}}$	$\Delta_{b_{ii}}$
σ_B , МПа	1,735	1,995	2,295	2,50
$\sigma_{0,2}$, МПа	2,45	2,82	3,24	3,55
σ_B , при 250 °С МПа	1,50	1,73	1,98	2,17
σ_B , при 300 °С МПа	2,45	2,82	3,245	3,55

Коэффициенты считаются статистически значимыми, когда их абсолютные величины больше доверительного интервала или равны ему. Для зависимых переменных в таблице 3.3.11 представлены статистически значимые коэффициенты.

Таблица 3.3.11. Статистически значимые коэффициенты

Независимая переменная	Коэффициенты									
	b_0	b_3	b_4	b_{14}	b_{34}	b_{11}	-	-	-	-
σ_B , МПа	b_0	b_3	b_4	b_{14}	b_{34}	b_{11}	-	-	-	-
$\sigma_{0,2}$, МПа	b_0	b_1	b_3	b_4	B_{24}	b_{34}	b_{11}	b_{44}	-	-
σ_B , при 250 °С МПа	b_0	b_1	b_2	b_3	b_{12}	b_{23}	b_{123}	b_{234}	b_{22}	b_{33}
σ_B , при 300 °С МПа	b_0	b_1	b_3	b_4	b_{12}	b_{13}	b_{34}	b_{11}	b_{22}	b_{33}

Статистически незначимые коэффициенты из моделей были исключены.

После реализации симметричного ортогонального композиционного плана второго порядка получены следующие уравнения регрессии для следующих зависимых переменных:

$$\text{для } \sigma_B = 296,35 + 3,79x_3 + 5,298x_4 - 3,125x_1x_4 - 2,5x_3x_4 - 2,856x_1^2;$$

$$\text{для } \sigma_{0,2} = 201,96 + 9,035x_1 + 7,04x_3 + 4,21x_4 - 3,44x_2x_4 - 4,06x_3x_4 - 3,87x_1^2 - 11,61x_4^2$$

$$\text{для } \sigma_B, \text{ при } 250 \text{ } ^\circ\text{C} = 258,57 + 3,03x_1 + 1,982x_2 + 6,24x_3 + 2,5x_1x_2x_4 - 2,5x_2x_3x_4 + 3,234x_2^2 + 2,27x_3^2$$

$$\text{для } \sigma_B, \text{ при } 300 \text{ } ^\circ\text{C} = 212,32 + 5,678x_1 + 6,81x_3 + 3,12x_4 + 3,75x_1x_2 - 9,375x_1x_3 - 3,75x_3x_4 - 3,925x_1^2 + 4,786x_2^2 + 5,753x_3^2$$

Далее была проверена гипотеза об адекватности полученных моделей. Адекватность моделей проверялась по F-критерию (критерию Фишера). Поскольку дублировался только один опыт в центре плана, сумма квадратов, связанная с дисперсией неадекватности $SS_{\text{неад}}$, считалась по формуле, которая имеет в данном случае вид:

$$SS_{\text{неад}} = n_0 (\mathbf{y}_{0\text{расч}} - \bar{\mathbf{y}}_{0\text{экс}})^2 + \sum_{u=1}^N (\mathbf{y}_{u\text{расч}} - \mathbf{y}_{u\text{экс}})^2 \quad (3.3.23)$$

где n_0 – число дублированных опытов в центре плана; $\mathbf{y}_{0\text{расч}}$ и $\bar{\mathbf{y}}_{0\text{экс}}$ среднее арифметическое значение всех n_0 дублей центрального опыта, соответственно рассчитанные по уравнению регрессии и

определенные экспериментально; $y_{u_{\text{расч}}}$ и $y_{u_{\text{эксп}}}$ значения отклика в i -м опыте, соответственно рассчитанные по уравнению регрессии и определенные экспериментально.

Число степеней определялось по формуле $f_2 = N - k' - 1$ (3.3.24), так как для подсчета $SS_{\text{неад}}$ по результатам N опытов кроме коэффициентов регрессии используется еще одна константа \bar{y}_0 .

Следовательно, дисперсия неадекватности $S_{\text{неад}}^2$ рассчитывалась по следующей формуле:

$$S_{\text{неад}}^2 = \frac{SS_{\text{неад}}}{f_2} \quad (3.3.25)$$

Расчетные значения зависимых переменных – $y_{u_{\text{расч}}}$ (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)), определенные по полученным уравнениям, указаны в таблице 3.3.12.

Расчитанное значение F -критерия для зависимых переменных определялось по формуле 3.3.8.

Согласно проведенным расчетам, которые показаны в таблице 3.3.13, для всех зависимых переменных (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)) расчетные значения F -критерия ($F_{\text{расч}}$) меньше табличных значений F -критерия ($F_{\text{табл}}$) при 5%-ном уровне значимости, что свидетельствует об адекватности полученных моделей.

В соответствии с условиями данного эксперимента, кодированные (x_i) и натуральные (X_i) значения факторов связаны соотношениями:

$$x_1 = \frac{X_1 - 2,35}{0,65}; x_2 = \frac{X_2 - 2,65}{0,15}; x_3 = \frac{X_3 - 2,7}{0,3}; x_4 = \frac{X_4 - 0,4}{0,1};$$

Представление результатов экспериментов полиномом второй степени оказалось оправданным – значительная часть нелинейных членов здесь значимо отличается от нуля.

Таблица 3.3.12. Сопоставление экспериментальных и расчетных данных для моделей второго порядка

№ опыта	МПа		Δy	Δy^2	МПа		Δy	Δy^2	МПа тем-ре 250 °С		Δy	Δy^2	МПа тем-ре 300 °С		Δy	Δy^2
	$\sigma_{в,эксп.}$	$\sigma_{в,расч.}$			$\sigma_{0,2, эксп.}$	$\sigma_{0,2, расч.}$			$\sigma_{в,эксп.}$	$\sigma_{в,расч.}$			$\sigma_{в,эксп.}$	$\sigma_{в,расч.}$		
1	295,0	299,3	-4,30	18,490	205,0	210,9	-5,90	34,810	275,0	276,2	-1,20	1,440	220,0	220,45	-0,45	0,202
2	305,0	305,6	-0,60	0,360	200,0	192,9	7,10	50,410	260,0	261,4	-1,40	1,960	225,0	220,1	4,94	24,010
3	300,0	299,4	0,60	0,360	215,0	217,8	-2,80	7,840	260,0	262,2	-2,20	4,840	210,0	212,7	-2,67	7,290
4	310,0	305,6	4,40	19,360	195,0	199,7	-4,70	22,090	265,0	264,9	0,10	0,010	225,0	227,5	-2,56	6,250
5	305,0	296,8	8,20	67,240	205,0	205,0	0,00	0,000	260,0	262,4	-2,40	5,760	225,0	232,8	-7,80	60,840
6	305,0	303,0	2,00	4,000	185,0	186,9	-1,90	3,610	250,0	247,6	2,40	5,760	200,0	195,2	4,80	23,040
7	295,0	296,7	-1,70	2,890	210,0	211,9	-1,90	3,610	250,0	250,9	-0,90	0,810	225,0	225,3	-0,30	0,090
8	305,0	303,0	2,00	4,000	190,0	193,8	-3,80	14,440	255,0	253,7	1,30	1,690	200,0	202,7	-2,70	7,290
9	300,0	300,0	0,00	0,000	215,0	217,5	-2,50	6,250	275,0	266,2	8,80	77,440	230,0	221,4	8,57	73,960
10	295,0	293,8	1,20	1,440	205,0	199,5	5,50	30,250	260,0	261,4	-1,40	1,960	220,0	221,3	-1,32	1,690
11	295,0	300,0	-5,00	25,000	210,0	210,7	-0,70	0,490	270,0	272,2	-2,20	4,840	210,0	213,9	-3,93	15,210
12	300,0	293,8	6,20	38,440	190,0	192,6	-2,60	6,760	265,0	264,9	0,10	0,010	230,0	228,8	1,18	1,440
13	295,0	287,5	7,50	56,250	200,0	195,3	4,70	22,090	260,0	262,4	-2,40	5,760	220,0	219,1	0,94	0,810
14	285,0	281,2	3,80	14,440	175,0	177,2	-2,20	4,840	265,0	257,6	7,40	54,760	180,0	181,4	-1,45	1,960
15	290,0	287,5	2,50	6,250	180,0	188,5	-8,50	72,250	250,0	250,9	-0,90	0,810	210,0	211,55	-1,56	2,403
16	280,0	280,9	-0,90	0,810	170,0	170,4	-0,40	0,160	240,0	243,6	-3,60	12,960	190,0	188,9	1,05	1,210
17	280,0	291,3	-11,30	127,690	190	189,1	0,90	0,810	245,0	249,5	-4,50	20,250	185,0	188,0	-3,06	9,000
18	290,0	291,3	-1,30	1,690	225	218,2	6,80	46,240	260,0	259,3	0,70	0,490	215,0	206,3	8,69	75,690
19	295,0	298,7	-3,70	13,690	215	213,6	1,40	1,960	265,0	259,6	5,40	29,160	225,0	222,2	2,82	7,840
20	290,0	298,7	-8,70	75,690	215	213,6	1,40	1,960	260,0	265,9	-5,90	34,810	215,0	222,1	-7,18	50,410
21	295,0	292,7	2,30	5,290	205	202,3	2,70	7,290	250,0	250,2	-0,20	0,040	215,0	208,7	6,26	39,690
22	310,0	304,9	5,10	26,010	220	224,9	-4,90	24,010	270,0	270,3	-0,30	0,090	230,0	230,6	-0,63	0,360
23	285,0	290,2	-5,20	27,040	180	176,9	3,10	9,610	250,0	254,4	-4,40	19,360	195,0	202,3	-7,30	53,290
24	305,0	307,2	-2,20	4,840	195	190,4	4,60	21,160	255,0	254,4	0,60	0,360	205,0	212,3	-7,34	53,290
25	300,0	298,8	1,20	1,440	215	213,7	1,30	1,690	260,0	254,4	5,60	31,360	210,0	207,3	2,68	7,290
26	295,0	298,8	-3,80	14,440	220	213,7	6,30	39,690	255,0	254,4	0,60	0,360	215,0	207,3	7,68	59,290
27	300,0	298,8	1,20	1,440	215	213,7	1,30	1,690	255,0	254,4	0,60	0,360	210,0	207,3	2,68	7,290
28	300,0	298,8	1,20	1,440	210	213,7	-3,70	13,690	255,0	254,4	0,60	0,360	205,0	207,3	-2,32	5,290
			$\sum_{u=1}^{24} =$	541,270			$\sum_{u=1}^{24} =$	392,94			$\sum_{u=1}^{24} =$	285,37			$\sum_{u=1}^{24} =$	517,265

Таблица 3.3.13. Расчетные данные дисперсии неадекватности и F-критерия для моделей второго порядка

Зависимые переменные	Расчетные и табличные данные			
	$SS_{\text{неад}}$	$S^2_{\text{неад}}$	$F_{\text{расч}}$	$F_{\text{табл}}$
σ_B ,	541,280	25,775	3,09	3,10
$\sigma_{0,2}$,	400,075	21,056	1,26	3,10
σ_B , при 250 °С	298,855	17,579	2,81	3,29
σ_B , при 300 °С	545,958	32,115	1,93	3,29

Далее проводился анализ модели второго порядка. Для анализа и получения графических изображений поверхности отклика применился пакет прикладных программ анализа данных [172]. Помимо F-критерия достоверность разработанных математических моделей была оценена с использованием комплекса статистических критериев. Подтверждением адекватности математических моделей служил коэффициент детерминации (R^2) [173]. Рассчитанные значения коэффициента детерминации для зависимых переменных определялись по формуле 3.3.26. Полученные значения показаны в таблице 3.3.14. Чем ближе значения R^2 к 1, тем выше качество модели.

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{u=1}^N (y_{u_{\text{эксп}}} - y_{u_{\text{расч}}})^2}{\sum_{u=1}^N (y_{u_{\text{эксп}}} - \bar{y}_{u_{\text{эксп}}})^2} \quad (3.3.26)$$

Где $\sum_{u=1}^N (y_{u_{\text{эксп}}} - y_{u_{\text{расч}}})^2$ – сумма квадратов остатков регрессии; $\sum_{u=1}^N (y_{u_{\text{эксп}}} - \bar{y}_{u_{\text{эксп}}})^2$ – общая сумма квадратов; $y_{u_{\text{расч}}}$ и $y_{u_{\text{эксп}}}$ – экспериментальные и рассчитанные значения зависимой переменной; $\bar{y}_{u_{\text{эксп}}}$ – среднее арифметическое значение зависимой переменной.

Таблица. 3.3.14 Коэффициенты детерминации

Интерпретация коэффициенты детерминации	Зависимые переменные			
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , при 250 °С МПа	σ_B , при 300 °С МПа
$0,7 < R^2 < 1$ Сильная объяснительная способность модели	0,784	0,770	0,953	0,940
Примечание: расчет проводился в пакете прикладных программ анализа данных «Statistica»				

Все полученные математические модели зависимых переменных (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)) являются адекватными, так как коэффициент детерминации $0,7 < R^2 < 1$.

Помимо этого, для проверки адекватности регрессионных уравнений были использованы предсказанные и наблюдаемые значения (рисунок 3.3.1), а также нормальный вероятностный график распределения остатков регрессии (рисунок 3.3.2). Предсказанные значения близко и однородно охватывают диагональ графика, указывая на хорошее сходимость модели. Распределение остатков близко к нормальному. Таким образом, можно заключить, что математические модели второго порядка дают хорошее приближение для зависимых переменных.

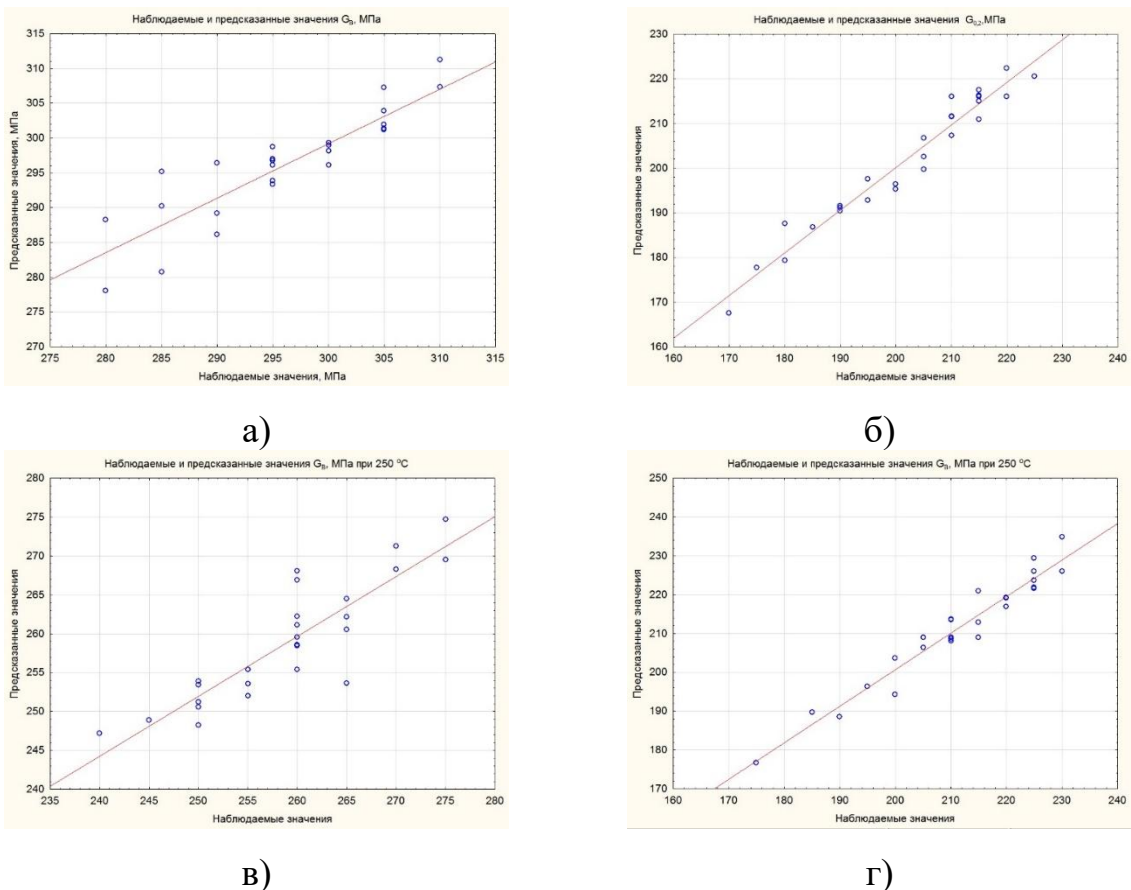
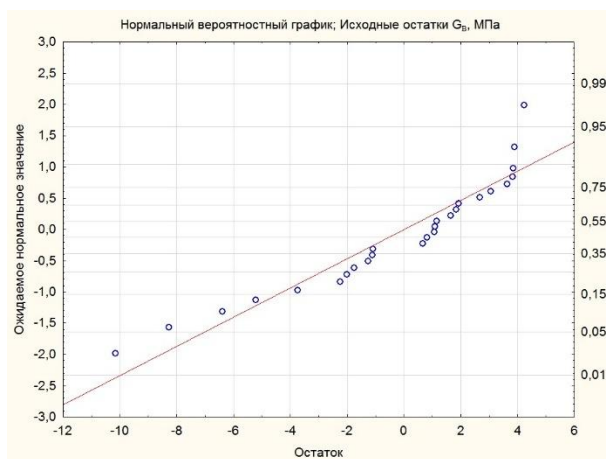
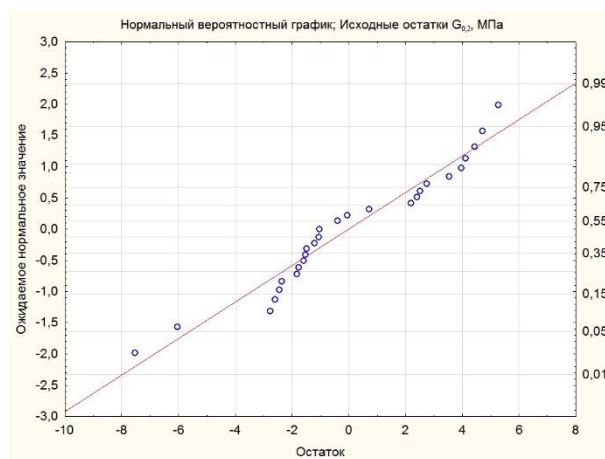


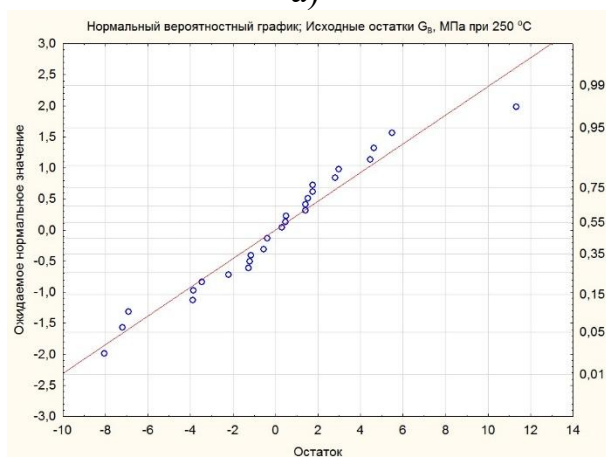
Рисунок 3.3.1. Предсказанные и наблюдаемые значения: а) временное сопротивление; б) предел текучести; в) кратковременная прочность при 250 °С; кратковременная прочность при 300 °С.



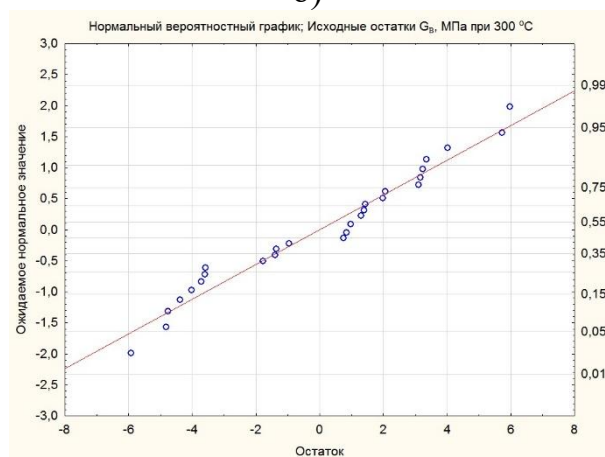
а)



б)



в)



г)

Рисунок 3.3.2. Нормальный вероятностный график распределения остатков регрессии для: а) временное сопротивление; б) предел текучести; в) кратковременная прочность при 250 °С; кратковременная прочность при 300 °С.

Помимо обычной проверки значимости коэффициентов регрессии по критерию Стьюдента, также была проведена оценка значимости полученных регрессионных коэффициентов (эффектов) с помощью пакета прикладных программ анализа данных. Были получены «Нормальные вероятностные графики эффектов» (рисунок 3.3.3) для всех зависимых переменных (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)). Незначимые коэффициенты (эффекты) показаны на рисунке 3.3.3 как нормально распределенные вокруг нулевой величины. В тоже время значимые коэффициенты (эффекты) представлены на

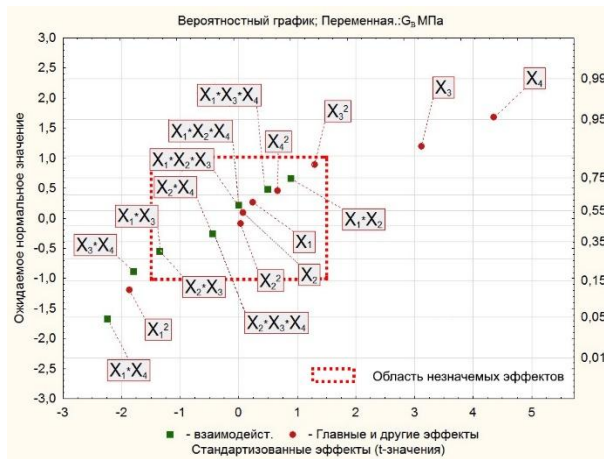
рисунке 3.3.3 как выпадающие значения. Анализ полученных графиков показал, что для зависимых переменных значимые коэффициенты (эффекты) следующие:

для $\sigma_B - x_3, x_4, x_1x_4, x_3x_4, x_1^2$; и x_3^2 ;

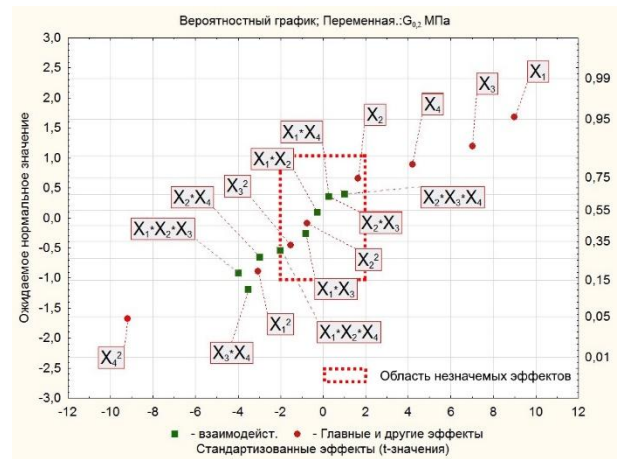
для $\sigma_{0,2} - x_1, x_3, x_4, x_2x_4, x_3x_4, x_1^2$ и x_4^2 ;

для σ_B , при $250^\circ\text{C} - x_1, x_2, x_3, x_1x_2x_4, x_2x_3x_4, x_2^2$, и x_3^2 ;

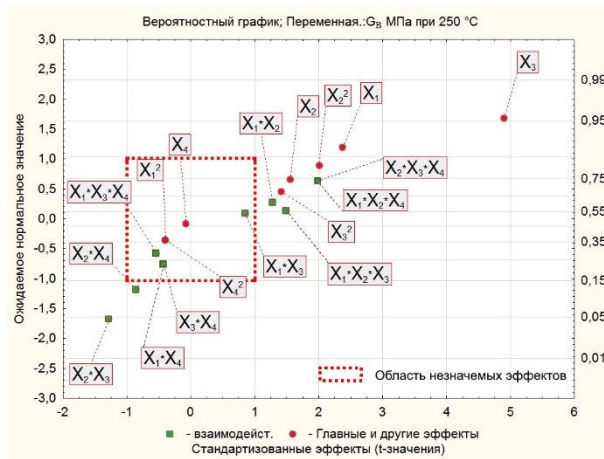
для σ_B , при $300^\circ\text{C} - x_1, x_3, x_4, x_1x_2, x_1x_3, x_3x_4, x_1^2, x_2^2$ и x_3^2 .



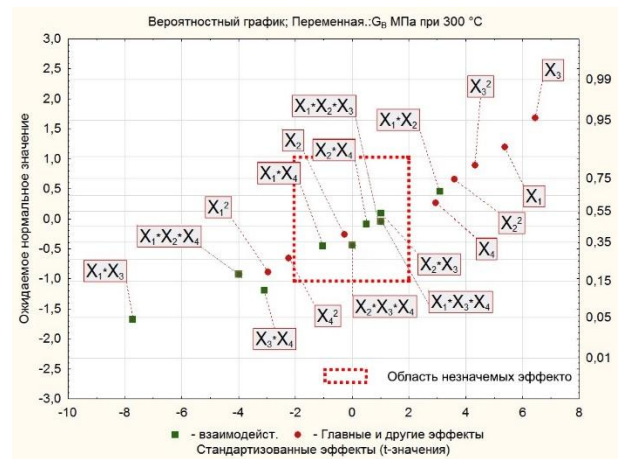
а)



б)



в)



г)

Рисунок 3.3.3. Нормальный вероятностный график эффектов для: а) временное сопротивление; б) предел текучести; в) кратковременная прочность при 250°C ; г) кратковременная прочность при 300°C .

Полученные регрессионные уравнения позволяют графически изобразить изменение зависимых переменных сплава (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)) от содержания легирующих компонентов в исследуемом сплаве.

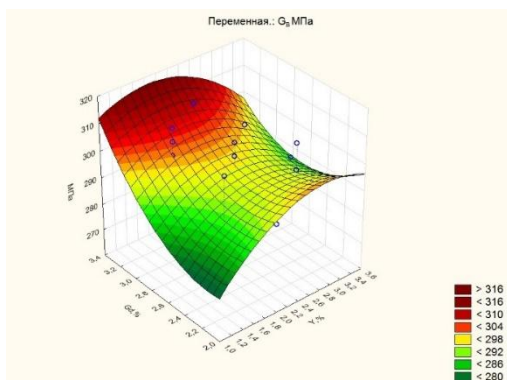
Полученные трехмерные изображения поверхностей отклика для зависимых переменных дает возможность получить наглядное представления о закономерностях изменения критерия оптимизации при варьировании факторов, что облегчает провести анализ результатов. Устанавливая фиксированные значения двух из четырех факторов, получена новая зависимость, позволяющая построить трехмерные изображения поверхности отклика в области эксперимента. На рисунках 3.3.4-3.3.7 продемонстрирована графическая интерпретация построенных математических моделей для зависимых переменных. Был выполнен анализ влияния на σ_B , $\sigma_{0,2}$ и σ_B при 250 °С и 300 °С таких факторов как: содержание иттрия, неодима, гадолиния и цинка. Полученные поверхности откликов являются гиперболическим параболоидом и показывают, что наибольшие свойства достигаются при удалении центра поверхности от области эксперимента. Поэтому необходим поиск условных экстремумов внутри зоны эксперимента.

При анализе данных, полученных с помощью программы были найдены условные экстремумы внутри зоны эксперимента.

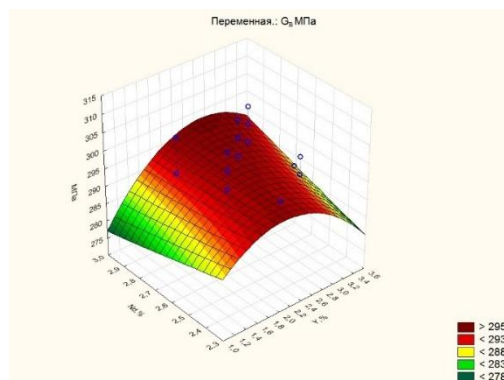
Анализ рисунка 3.3.4 показал, что временное сопротивление увеличивается при повышении в исследуемом сплаве содержания гадолиния и цинка. В тоже время варьирование содержания неодима незначительно влияет на временное сопротивление в исследуемом сплаве. Влияние содержания иттрия в исследуемом сплаве на временное сопротивление описывается нелинейной сложной функцией отклика, где локальный максимальный экстремум находится в области основного уровня содержания иттрия. Также об этом свидетельствуют знаки коэффициентов в уравнениях регрессии.

При анализе рисунка 3.3.5 видно, что предел текучести увеличивается при повышении в исследуемом сплаве содержания гадолиния и иттрия. В тоже

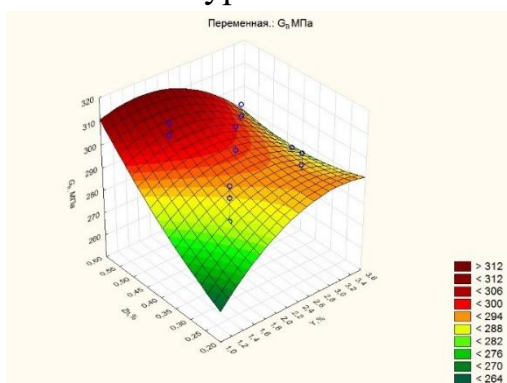
время варьирование содержания неодима в исследуемом сплаве незначительно влияет на предел текучести.



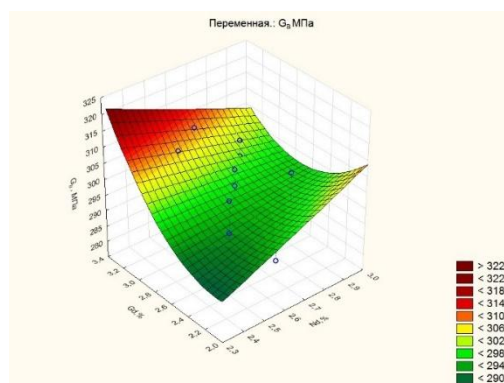
а) Y и Gd при содержании Nd (2,65%) и Zn (0,4%) на основном уровне



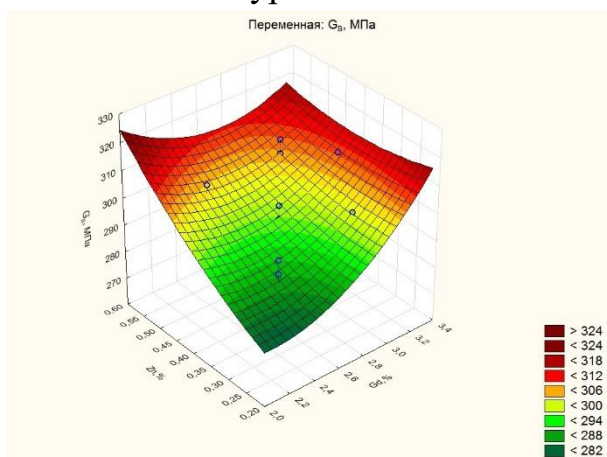
б) Y и Nd при содержании Gd (2,7%) и Zn (0,4%) на основном уровне



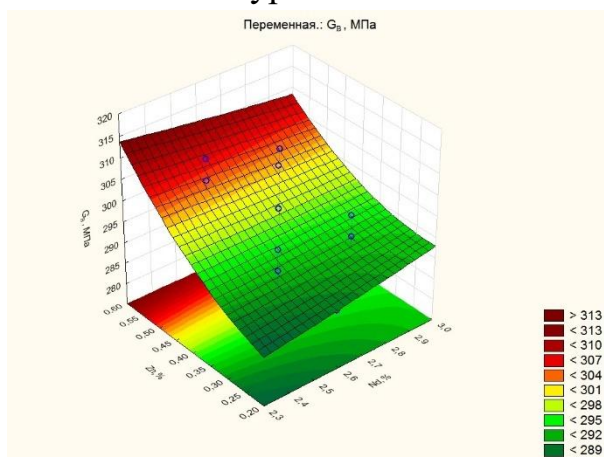
в) Y и Zn при содержании Nd (2,65%) и Gd (2,7%) на основном уровне



г) Nd и Gd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне



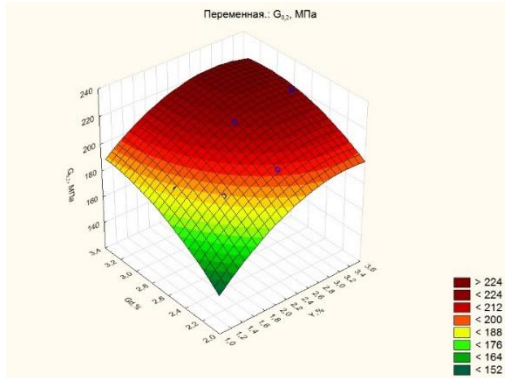
д) Zn и Gd при содержании Y (2,35%) и Nd (2,65%) на основном уровне



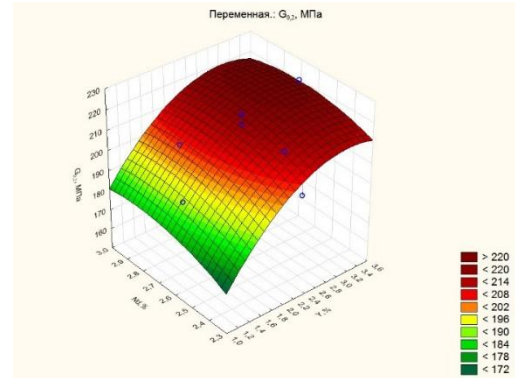
е) Zn и Nd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне

Рисунок 3.3.4. Зависимость временного сопротивления от содержания легирующих компонентов в исследуемом сплаве

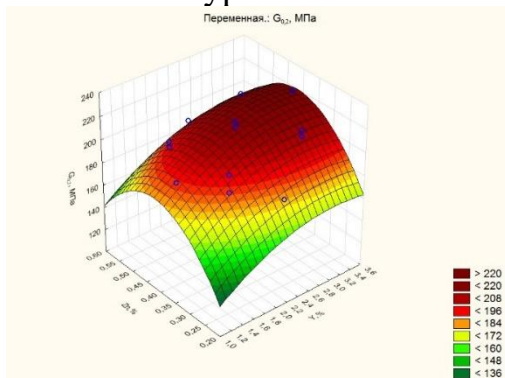
Влияние содержания цинка в исследуемом сплаве на предел текучести описывается нелинейной сложной функцией отклика. Цинк отрицательно влияет на предел текучести. Об этом свидетельствуют знаки коэффициентов в уравнениях регрессии.



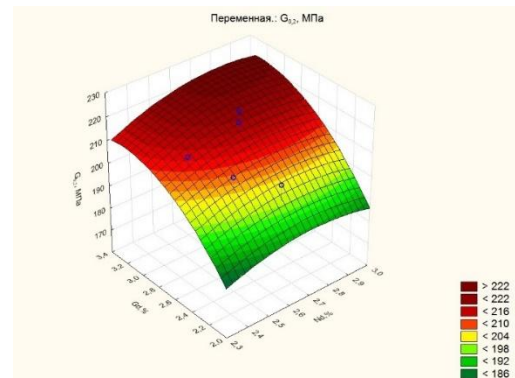
а) Y и Gd при содержании Nd (2,65%) и Zn (0,4%) на основном уровне



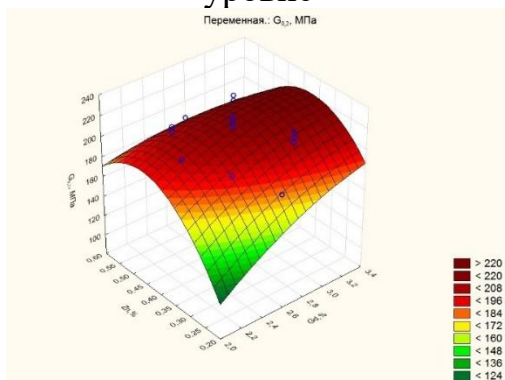
б) Y и Nd при содержании Gd (2,7%) и Zn (0,4%) на основном уровне



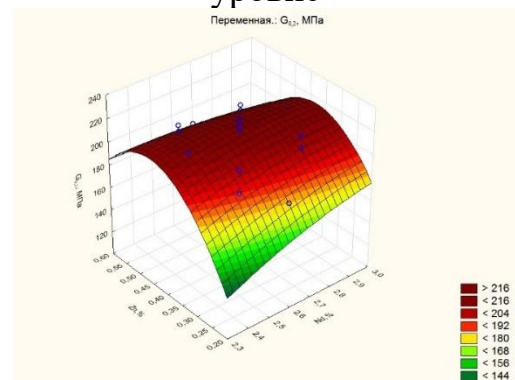
в) Y и Zn при содержании Nd (2,65%) и Gd (2,7%) на основном уровне



г) Nd и Gd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне



д) Zn и Gd при содержании Y (2,35%) и Nd (2,65%) на основном уровне

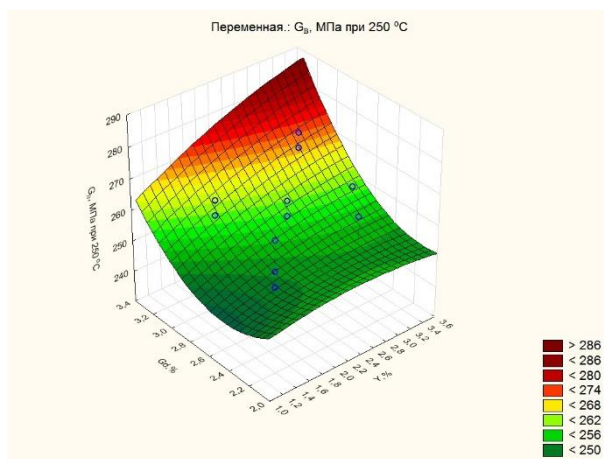


е) Zn и Nd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне

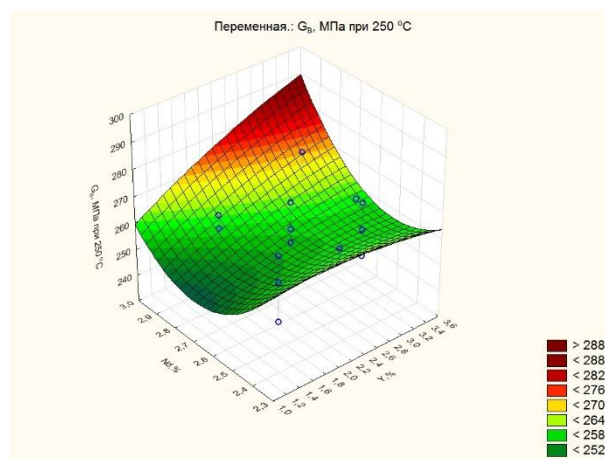
Рисунок 3.3.5. Зависимость предела текучести от содержания легирующих компонентов в исследуемом сплаве.

Анализ Рисунка 3.3.6 показал, что кратковременная прочность при 250 °С увеличивается при повышении в исследуемом сплаве содержания гадолиния и иттрия. В тоже время цинка не оказывает влияния на кратковременную прочность при 250 °С в исследуемом сплаве. Влияние содержания неодима в исследуемом сплаве на кратковременную прочность при 250 °С описывается нелинейной сложной функцией отклика, где локальный минимальный экстремум находится в области основного уровня содержания неодима. Наиболее высокий уровень кратковременной прочности при 250 °С наблюдается в локальных максимальных экстремумах, которые находится в области содержания неодима на нижнем и верхнем уровне. Об этом свидетельствуют знаки коэффициентов в уравнениях регрессии.

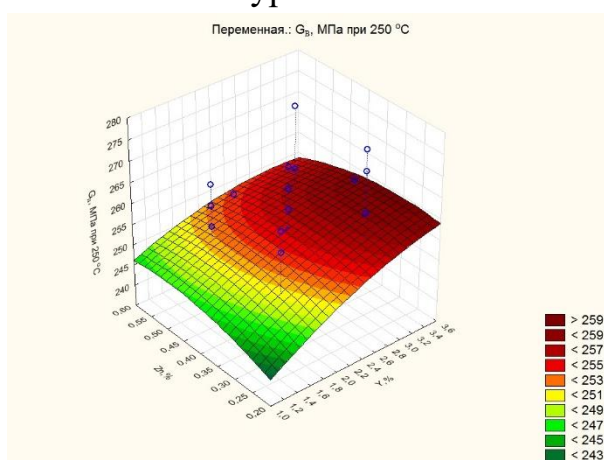
Анализ рисунка 3.3.7 показал, что кратковременная прочность при 300 °С увеличивается при повышении в исследуемом сплаве содержания гадолиния. В тоже время цинка не оказывает влияния на кратковременную прочность при 300 °С в исследуемом сплаве. Влияние содержания иттрия и неодима в исследуемом сплаве на кратковременную прочность при 300 °С описывается нелинейными (сложными) функциями отклика. Наибольший уровень прочности при 300 °С наблюдается в локальном максимальном экстремуме, находящегося в области основного уровня содержания иттрия. Минимальный локальный экстремум находится в области основного уровня содержания неодима в исследуемом сплаве. Наиболее высокий уровень прочности при 300 °С наблюдается в локальном максимальном экстремуме, который находится в области содержания неодима на нижнем уровне. Об этом свидетельствуют знаки коэффициентов в уравнениях регрессии.



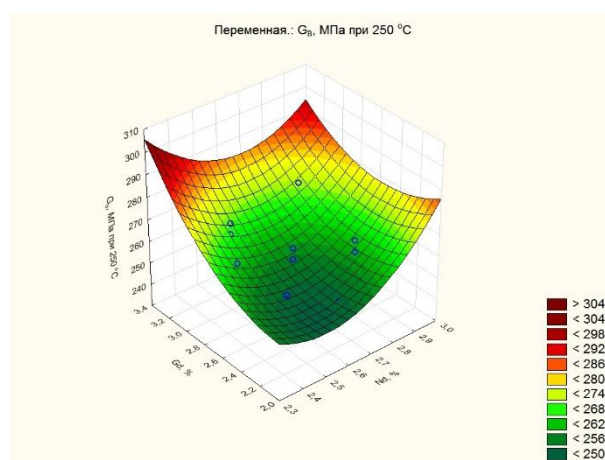
а) Y и Gd при содержании Nd (2,65%) и Zn (0,4%) на основном уровне



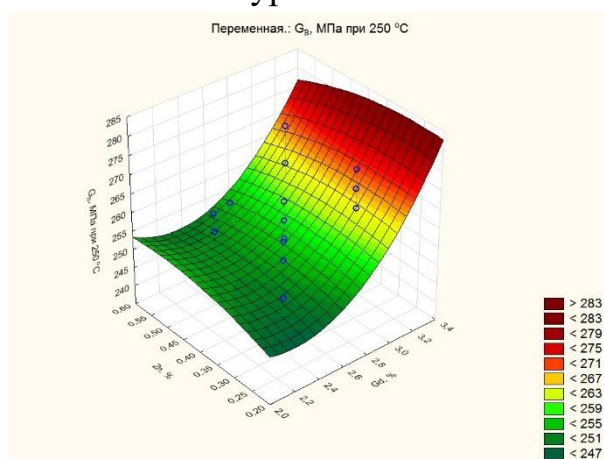
б) Y и Nd при содержании Gd (2,7%) и Zn (0,4%) на основном уровне



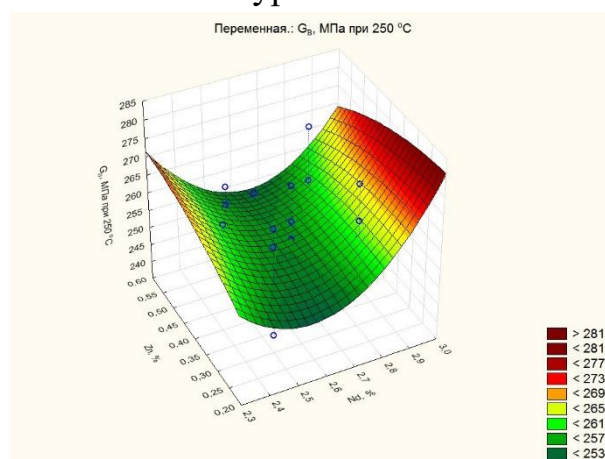
в) Y и Zn при содержании Nd (2,65%) и Gd (2,7%) на основном уровне



г) Nd и Gd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне

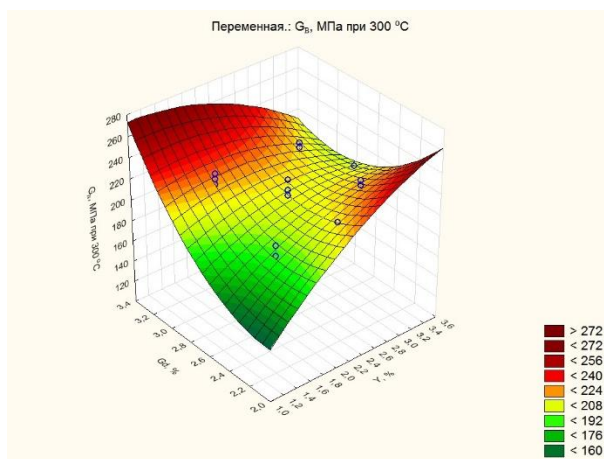


д) Zn и Gd при содержании Y (2,35%) и Nd (2,65%) на основном уровне

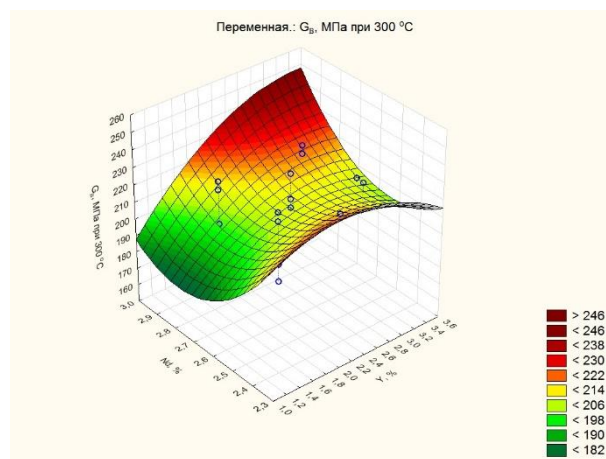


е) Zn и Nd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне

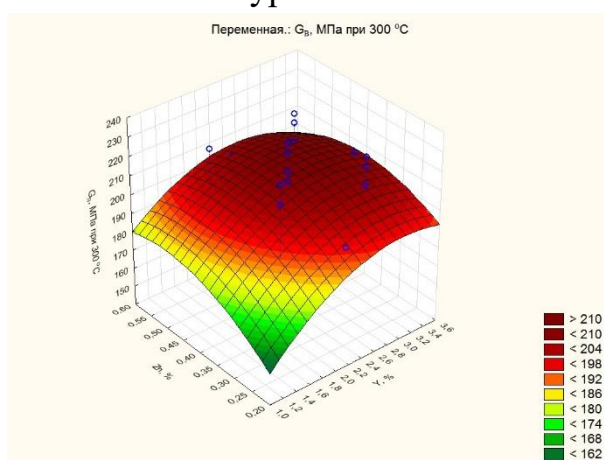
Рисунок 3.3.6. Зависимость кратковременной прочности при 250 °С от содержания легирующих компонентов в исследуемом сплаве.



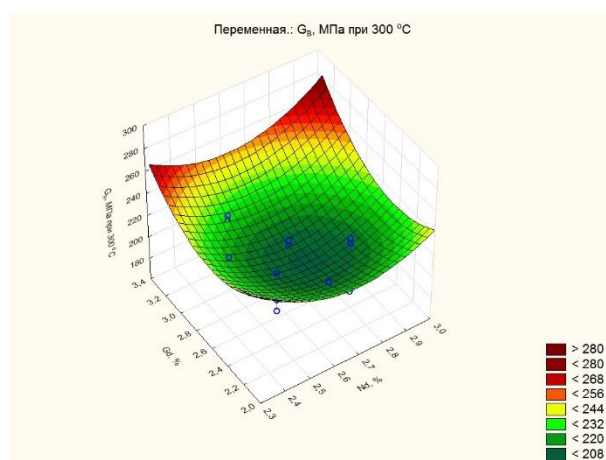
а) Y и Gd при содержании Nd (2,65%) и Zn (0,4%) на основном уровне



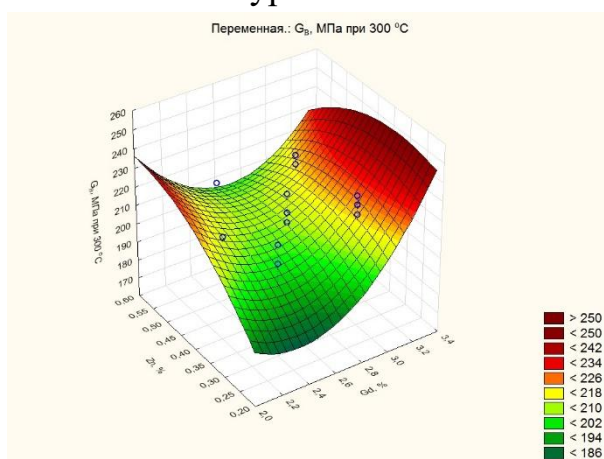
б) Y и Nd при содержании Gd (2,7%) и Zn (0,4%) на основном уровне



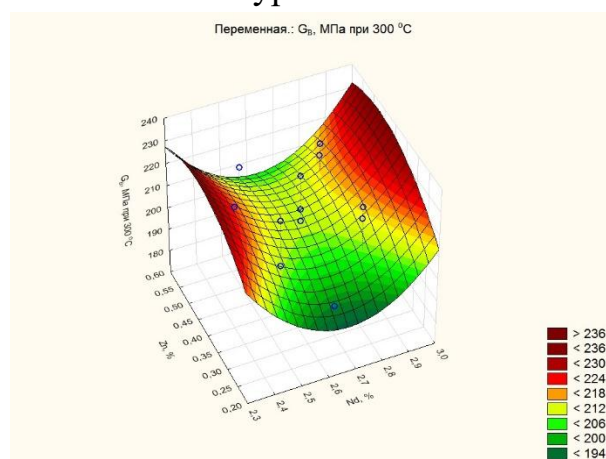
в) Y и Zn при содержании Nd (2,65%) и Gd (2,7%) на основном уровне



г) Nd и Gd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне



д) Zn и Gd при содержании Y (2,35%) и Nd (2,65%) на основном уровне



е) Zn и Nd при содержании Y (2,35%) и Gd (2,7%) на основном уровне

Рисунок 3.3.7. Зависимость кратковременной прочности при 300 °С от содержания легирующих компонентов в исследуемом сплаве.

Для окончательного определения оптимального состава исследуемого сплава, использовались профили предсказанных значений и функция желательности Харрингтона.

Функция, предложенная Е.С. Харрингтоном для описания частных критериев и ограничений при решении многокритериальных задач, позволяет устанавливать соответствие между лингвистическими оценками желательности значений показателя оценки и числовыми интервалами предпочтений. Интервалы принимают значения, возрастающие непрерывно от 0 до 1 при изменении соответствующего параметра качества от наименее к наиболее желательным значениям. Конкретный вид функций желательности задается лицом, принимающим решения, исходя из его субъективных представлений. Затем путем свертки частных функций желательности строится глобальный критерий качества процесса, максимизация которого составляет оптимум [174].

Для получения шкалы желательности удобно использовать разработанную таблицу 3.3.15 соответствий между отношениями предпочтения в эмпирической и числовой (психологической) системах [175, 176].

Таблица 3.3.15. Числовые интервалы шкалы Харрингтона [174]

Лингвистическая оценка	Интервалы значений функции желательности
Очень хорошо	1,00-0,80
Хорошо	0,80-0,63
Удовлетворительно	0,63-0,37
Плохо	0,37-0,20
Очень плохо	0,20-0,00

В соответствии со шкалой Харрингтона значения функции желательности u_i изменяются в интервале от 0 до 1. Значение i -го частного параметра u_i , переведенное в безразмерную шкалу желательности, называется *частной*

желательностью ($i=1,2,3\dots n$ — текущий номер параметра, n — количество частных параметров). При этом значение $y_i=1$ соответствует наиболее желаемой величине i -го параметра [170].

На Рисунке 3.3.8 представлен оптимальный профиль желательности. Рисунок состоит из двух линий графиков. График в правом верхнем углу отображает функцию желательности. Графики в верхней линии кроме функции желательности отображают срезы подогнутой функции зависимостей σ_B , $\sigma_{0,2}$ и σ_V при 250 °С и 300 °С от соответствующей зависимой переменной при фиксации остальных переменных на их оптимальных уровнях. Оптимальные уровни независимых переменных Y (X_1), Nd (X_2), Gd (X_3), Zn (X_4) отображены на графиках в нижней части рисунка красными линиями. В нижней серии графиков изображены изменения функции желательности при вариации соответствующих независимых переменных.

В результате анализа рисунков 3.3.8 и 3.3.9 оптимального профиля, получены значение временного сопротивления – 306,2 (МПа), предела текучести – 211,9 (МПа), кратковременной прочности при 250°С – 272,25 (МПа) и при 300°С – 231,74 (МПа) значение желательности – 0,88. Согласно оптимальному профилю желательности на Рисунке 3.3.10 были выделены области в исследуемых интервалах независимых факторов с высокими значениями желательности.

Механические свойства исследуемого сплава Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr (временное сопротивление (МПа), предел текучести (МПа), кратковременная прочность при 250 °С и 300 °С (МПа)) достигают своего оптимума при следующих значениях легирующих элементов: Y = 2,0 – 2,4%, Nd = 2,2 – 2,4%, Gd = 2,8 – 3,0% и Zn = 0,4 – 0,55%.

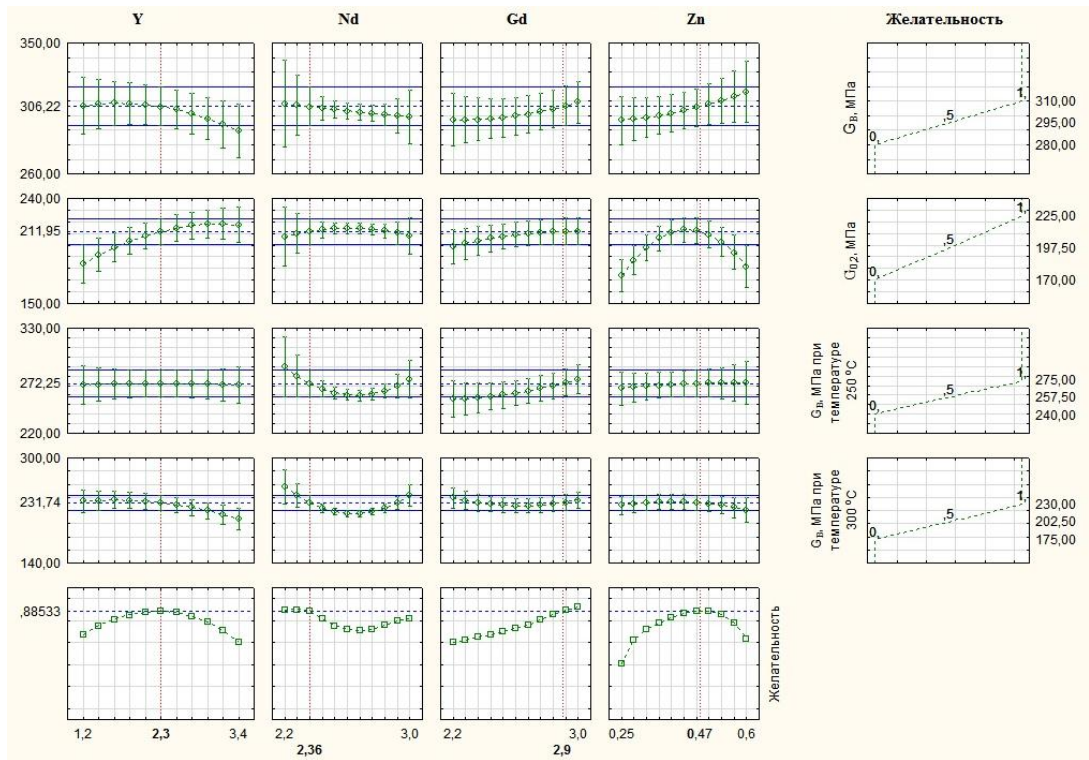


Рисунок 3.3.8. Профили предсказанных значений и функции желательности

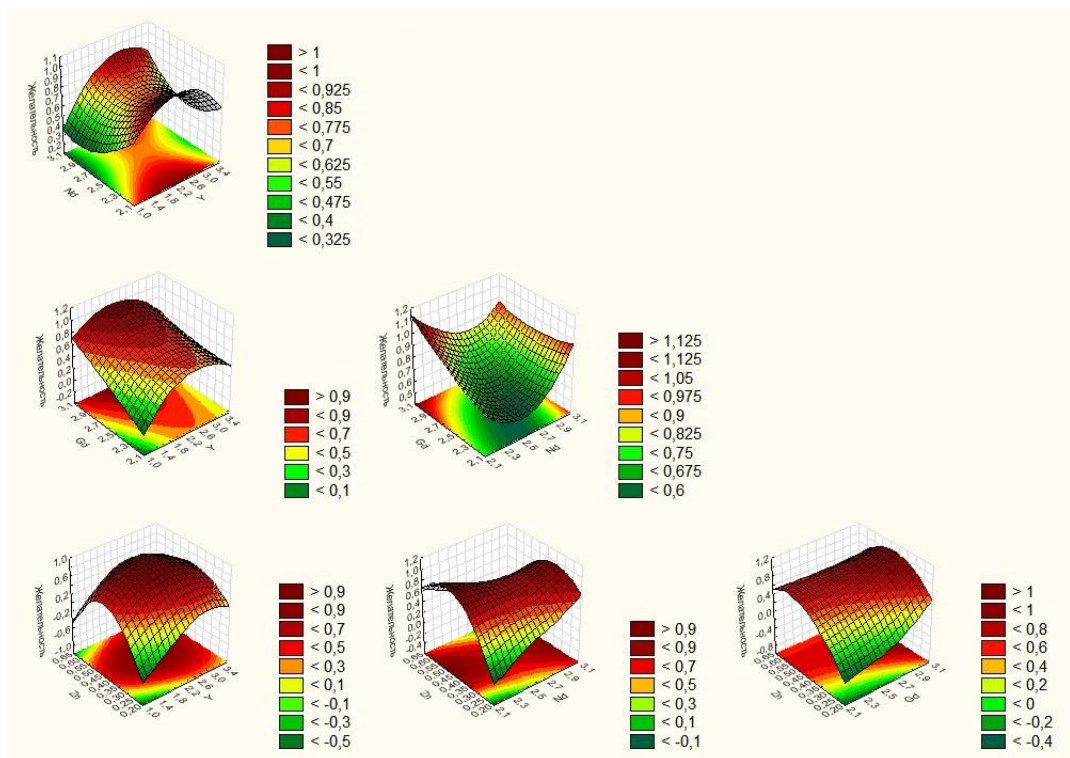


Рисунок 3.3.9. Трехмерная поверхность и контур желательности

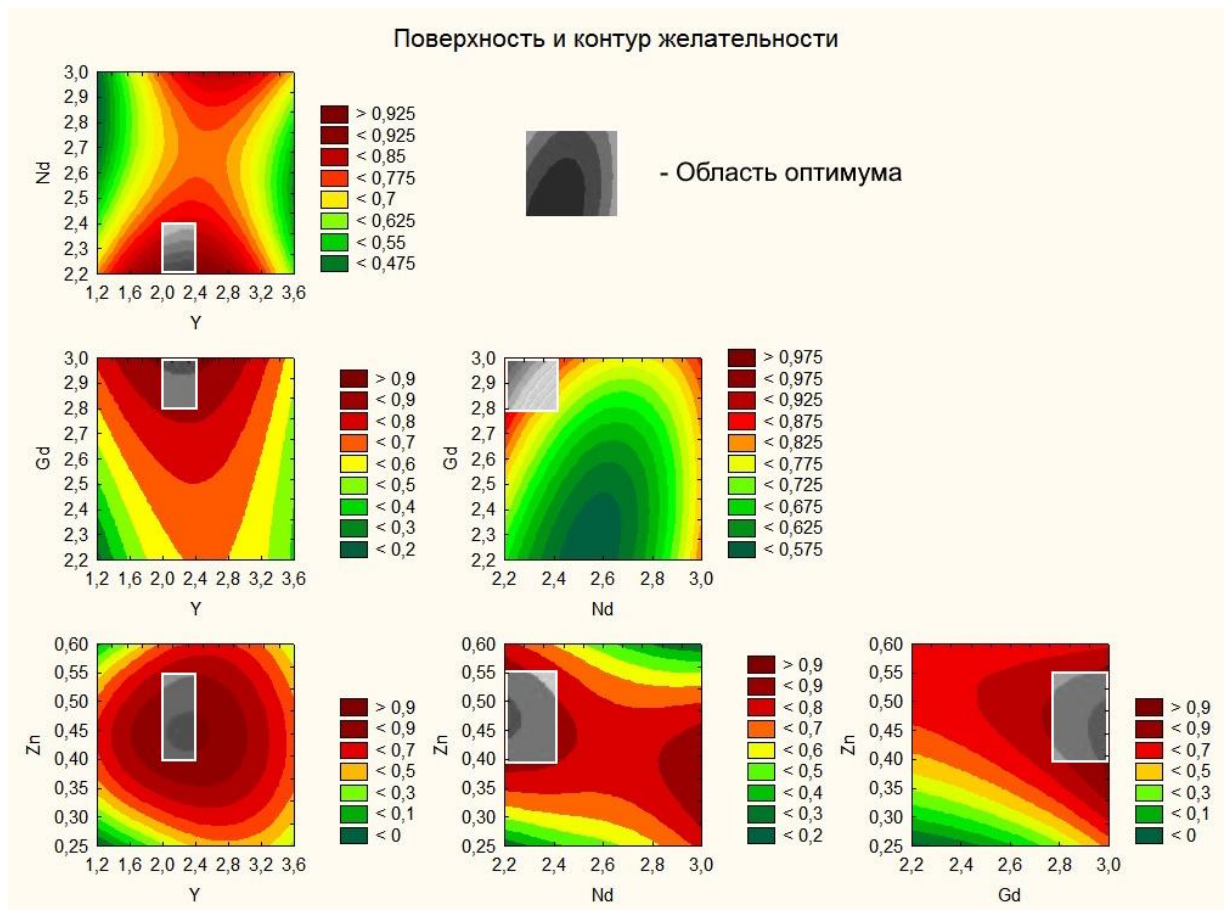


Рисунок 3.3.10. Двухмерная поверхность и контур желательности

Была проведена оценка сходимости свойств, полученных по результатам моделирования [169]. В таблице 3.3.16 приведены спрогнозированные и фактически полученные значения механических свойств при комнатной и повышенных (250 и 300 °С) температурах. Анализ полученных значений показал высокую сходимость результатов. Средняя относительная ошибка прогнозирования не превышает 2 %, максимальная - 4,7 %, что свидетельствует о высокой прогностической способности разработанных моделей.

Средняя относительная ошибка прогнозирования считалась по формуле 3.3.27:

$$\delta_{\text{сред}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{|\sigma_{\text{exp},i} - \sigma_{\text{pred},i}|}{\sigma_{\text{exp},i}} \cdot 100\% \quad (3.3.27)$$

Относительная ошибка прогнозирования считалась по формуле 3.3.28:

$$\delta = \frac{|\sigma_{exp} - \sigma_{pred}|}{\sigma_{exp}} \cdot 100\% \quad (3.3.28)$$

Таблица 3.3.16. Спрогнозированные и фактически полученные результаты механических свойств при комнатной и повышенных температурах.

Характеристика	Спрогнозированный уровень	Фактически полученный уровень
σ_B , МПа	306,2	<u>300-310</u> 305
$\sigma_{0,2}$, МПа	211,9	<u>205-215</u> 210
σ_B^{250} , МПа	272,25	<u>250-270</u> 260
σ_B^{300} , МПа	231,74	<u>215-245</u> 230

Ввиду того, что одной из важных эксплуатационных характеристик магниевых сплавов такой системы является длительная прочность при повышенных температурах, была дополнительно проведена оценка этой характеристики. Результаты приведены в таблице 3.3.17.

Таблица 3.3.17. Длительная прочность спрогнозированного состава сплава.

Характеристика	Нагрузка, МПа
σ_{100}^{250} , МПа	115
σ_{100}^{300} , МПа	60
σ_{100}^{350} , МПа	25

Указанный уровень сравним с базовым сплавом МЛ19, однако является недостаточным для практического применения в современных изделиях. В связи с этим было проведено дополнительное микролегирование компонентами и увеличение уже введенных.

Выводы по главе 3

В результате проведенных экспериментальных исследований влияния качественного и количественного легирования, а также режимов термической обработки на структурное состояние и комплекс механических свойств высокопрочных жаропрочных литейных магниевых сплавов системы Mg-PЗЭ-Zr с повышенной температурой воспламенения установлены следующие основные закономерности:

1. Экспериментально установлено, что система легирования Mg-PЗЭ-Zr является эффективной основой для разработки высокопрочных жаропрочных литейных магниевых сплавов с повышенным комплексом эксплуатационных характеристик. Совместное легирование магниевой матрицы редкоземельными элементами (Gd, Nd, Y, Ce) и цирконием обеспечивает формирование устойчивой мелкозернистой структуры с равномерным распределением вторичных фаз за счет совокупного действия твердорастворного, зернограничного и дисперсионного механизмов упрочнения.

2. Разработаны и подтверждены экспериментальными данными математические модели второго порядка для прогнозирования механических характеристик (временное сопротивление, предел текучести, кратковременная прочность при 250 и 300 °С). Показано хорошая сходимость результатов расчетов и экспериментальных данных со сходимостью 85-90 %. Средняя относительная ошибка прогнозирования не превышает 2 %, максимальная - 4,7 %, свидетельствуя о высокой прогностической способности разработанных моделей.

3. Показано, что механические свойства исследованных сплавов определяются не только суммарным содержанием редкоземельных элементов, но в решающей степени их соотношением и фазообразующей способностью. Установлено, что увеличение общего содержания PЗЭ в ряде случаев сопровождается снижением пластичности вследствие формирования грубодисперсных интерметаллидных включений по границам зерен.

4. Установлено, что термическая обработка по режиму (закалка при 520 °С с охлаждением в воде 80-90 °С и последующим искусственным старением при 220 °С в течение 10 ч) является оптимальной для большинства исследованных составов. Данный режим обеспечивает формирование пересыщенного твердого раствора с последующим интенсивным выделением дисперсных упрочняющих фаз при старении, приводя к максимальному уровню временного сопротивления и предела текучести по сравнению с другими исследованными режимами термообработки.

5. Металлографическими исследованиями установлено, что совместное использование циркония и РЗЭ в исследуемых сплавах обеспечивает эффективное измельчение магниевой матрицы: средний размер зерна после термической обработки по оптимальному режиму снижается с ~100-110 мкм в литом состоянии до 30-50 мкм в зависимости от состава.

6. Установлено, что сплавы составов № 3 и № 4, несмотря на более выраженное измельчение структуры (средний размер зерна 31-35 мкм), уступают по уровню временного сопротивления и предела текучести составам № 1 и № 2. Это обусловлено особенностями фазового состава и морфологии интерметаллидных включений, в частности увеличенной доли грубых и непрерывных фаз по границам зерен, снижающих эффективность дисперсионного упрочнения и ограничивающих рост прочности.

7. Показано, что экспериментальный состав № 1, легированный гадолинием, неодимом, иттрием и цирконием, после термической обработки по оптимальному режиму обеспечивает достижение уровня механических свойств $\sigma_B \approx 300$ МПа, $\sigma_{0,2} \approx 200$ МПа при сохранении удовлетворительной пластичности ($\delta \approx 2$ %). Полученные показатели превышают характеристики базового промышленного литейного магниевого сплава МЛ19 ($\sigma_B \geq 220$ МПа, $\sigma_{0,2} \geq 120$) и соответствуют современным требованиям к высокопрочным жаропрочным магниевым сплавам с повышенной температурой воспламенения.

8. Установлено, что экспериментальный состав № 1 обладает наивысшей жаропрочностью среди исследованных композиций: при температуре 250 °С и

напряжении 115-120 МПа время до разрушения превышает 100-150 ч. Достижение таких значения обусловлено высокой термостабильностью структуры и замедлением процессов высокотемпературной ползучести.

9. Экспериментально подтверждено, что легирование магниевого сплава Mg-PЗЭ-Zr редкоземельными элементами (Gd, Y, Nd, Ce) обеспечивает значительное повышение температуры воспламенения. Для состава № 1 температура воспламенения составляет 747-769 °С. Полученные значения подтверждают его высокую огнестойкость и позволяют отнести данный сплав к классу литейных магниевых сплавов, обладающих повышенной температурой воспламенения.

Выбранный состав № 1 принят в качестве базового для проведения последующих исследований, направленных на уточнение химического состава, оценку его жаропрочных и эксплуатационных характеристик, а также для дальнейшей оптимизации технологических параметров изготовления и термической обработки.

ГЛАВА 4. Разработка состава, технологии изготовления и термической обработки нового высокопрочного жаропрочного литейного магниевого сплава

4.1 Компьютерное моделирование термодинамических процессов фазовых превращений опытного состава магниевого сплава с использованием специализированного программного комплекса

С целью термодинамического обоснования фазового состава, оценки фазовых превращений и уточнения температурных интервалов термической обработки, выбранной в главе 3 композиции состава № 1 высокопрочного жаропрочного литейного магниевого сплава проведено компьютерное моделирование с использованием специализированного программного комплекса. Расчеты выполнялись для выбранного экспериментального состава в температурном интервале от температуры начала кристаллизации до комнатной температуры. Для удобства в дальнейших исследованиях выбранному составу присвоено условное обозначение ВМЛ_оп.

Химический состав сплава, использованный при моделировании, соответствовал фактически полученному в главе 3 составу экспериментальной композиции № 1 и приведен в таблице 4.1.1.

Таблица 4.1.1. Массовая доля химических элементов в составе сплава выбранного состава для проведения компьютерного моделирования и экспериментальных исследований

Массовая доля в %								
Условное обозначение состава выбранного состава	Mg	Zr	Ce	Gd	Nd	Y	Cd	Zn
ВМЛ_оп*	Осн.	0,75	0,1	3,0	2,2	2,0	0,001	0,8
* по результатам исследований на состав получен патент № 2753660								

Согласно результатам термодинамического моделирования, кристаллизация сплава выбранного состава протекает в температурном интервале 650-580 °С (рисунок 4.1.1), указывая на достаточно широкий интервал затвердевания. Данный факт свидетельствует о потенциальной склонности сплава к химической и структурной неоднородности в литом состоянии и обуславливает необходимость последующей высокотемпературной закалки для выравнивания состава твердого раствора.

Расчет равновесного фазового состава при комнатной температуре показал, что структура сплава представлена преимущественно α -твердым раствором магния ($\approx 87\%$), а также рядом вторичных фаз: LPSO-фазой ($\approx 5\%$), интерметаллидами типа $Mg_{41}Re_5$ ($\approx 4\%$), Mg_5Gd ($\approx 3\%$) и $Mg_{12}Re$ ($\approx 1\%$).

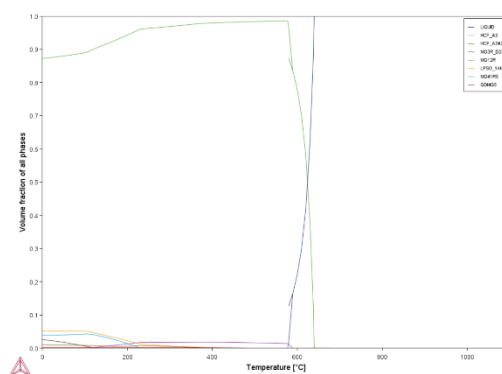


Рисунок 4.1.1 Политермическая диаграмма фазовых превращений в магниевом сплаве выбранного состава

Наличие LPSO-фазы и термостабильных интерметаллидных соединений редкоземельных элементов указывает на высокий потенциал сплава по жаропрочности, сопротивлению ползучести и повышенной температуре воспламенения. В то же время присутствие фаз типа Mg_5Gd создает предпосылки для реализации дисперсионного упрочнения в процессе искусственного старения.

Анализ температурной зависимости растворимости легирующих элементов в α_{Mg} показал, что максимальная растворимость редкоземельных элементов и цинка достигается в интервале 510-550 °С. В этом диапазоне обеспечивается наиболее полное растворение вторичных фаз без достижения температуры солидуса, что

подтверждает целесообразность проведения закалки при температурах порядка 520-540 °С.

Полученные результаты термодинамического моделирования хорошо согласуются с данными дифференциально-сканирующей калориметрии и экспериментальных исследований структуры и механических свойств, выполненных в главе 3. На основании совокупности расчетных и экспериментальных данных в качестве оптимального режима термической обработки выбран режим закалки при 520-540 °С с последующим искусственным старением в диапазоне 180-220 °С, обеспечивающий формирование однородной структуры и максимальную реализацию упрочняющего потенциала сплава.

4.2 Экспериментальные исследования структуры и фазового состава опытного состава высокопрочного жаропрочного магниевого сплава

Для проведения экспериментальных исследований сплава ВМЛ_{оп} использовались следующие технологические параметры, заключающиеся в варьировании температур при введении легирующих элементов, приведенные в таблице 4.2.1.

Таблица 4.2.1 Температурные интервалы введения легирующих элементов

Zn, Cd / t°C	Лигатура Mg-Zr / t°C	PЗЭ / t°C			
		Gd	Ce	Лигатура Mg-Nd / t°C	Лигатура Mg-Y / t°C
700-720	760-780	820-840	780-800	800-820	800-820

Выбор температурных интервалов введения легирующих элементов обусловлен их термодинамической активностью, температурами плавления и растворимости в магниевой матрице, а также необходимостью предотвращения окисления и выгорания элементов при выплавке. Более низкие температуры введения цинка и кадмия обусловлены их легкоплавкостью и выгоранием при высоких температурах, тогда как введение редкоземельных элементов и лигатур Mg-Zr, Mg-Nd и Mg-Y осуществлялось при более высоких температурах для

обеспечения полного растворения и равномерного распределения в расплаве. Расчетный химический состав, используемый при выплавке, приведен в таблице 4.2.2.

Таблица 4.2.2 Расчетный химический состав опытного высокопрочного литейного магниевого сплава

Содержание легирующих элементов, масс. %							
Mg	Zn	Zr	Cd	Gd	Nd	Y	Ce
осн	1,0	1,1	0,002	3,0	2,5	2,5	0,2

Фактически полученный состав приведен в таблице 4.2.3. Для получения более достоверных результатов были проанализированы 10 плавок.

Таблица 4.2.3 Химический состав экспериментальных составов пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава.

№ плавки	Химический состав сплава, % (по массе)													
	Mg	Zn	Zr	Cd	Gd	Nd	Ce	Y	Примеси (не более)					
									Ni	Cu	Al	Be	Fe	Si
1	Осн.	0,81	0,73	0,001	2,86	2,10	0,12	1,86	0,004	0,0015	0,002	0,0006	0,0040	0,0018
2	Осн.	0,82	0,70	0,002	2,95	2,22	0,13	2,15	0,005	0,0013	0,004	0,0006	0,0022	0,0020
3	Осн.	0,86	0,75	0,002	2,79	2,34	0,15	2,36	0,007	0,0010	0,002	0,0005	0,0031	0,0030
4	Осн.	0,72	0,72	0,002	2,99	2,35	0,18	2,21	0,002	0,0015	0,001	0,0007	0,0030	0,0018
5	Осн.	0,78	0,78	0,001	2,76	2,24	0,15	2,34	0,003	0,0011	0,003	0,0005	0,0021	0,0020
6	Осн.	0,75	0,75	0,001	2,70	2,26	0,14	2,11	0,005	0,0010	0,001	0,0004	0,0021	0,0030
7	Осн.	0,81	0,81	0,002	2,98	2,31	0,11	2,34	0,003	0,0012	0,001	0,0007	0,0030	0,0018
8	Осн.	0,86	0,87	0,0009	2,82	2,19	0,19	2,19	0,004	0,0012	0,003	0,0005	0,0032	0,0020
9	Осн.	0,83	0,84	0,0009	2,96	2,22	0,21	2,25	0,006	0,0012	0,003	0,0006	0,0041	0,0030
10	Осн.	0,89	0,70	0,002	2,78	2,35	0,17	2,09	0,003	0,0013	0,002	0,0005	0,0050	0,0018

Анализ результатов химического состава показал, что разброс содержания легирующих элементов по сериям плавок не превышает ± 5 % от заданного номинального значения. Данный факт свидетельствует о высокой воспроизводимости технологии выплавки и стабильности химического состава сплава ВМЛ_оп.

На рисунке 4.2.1 приведена структура, полученная на растровом электронном микроскопе, образца магниевого сплава ВМЛ_оп в литом состоянии.

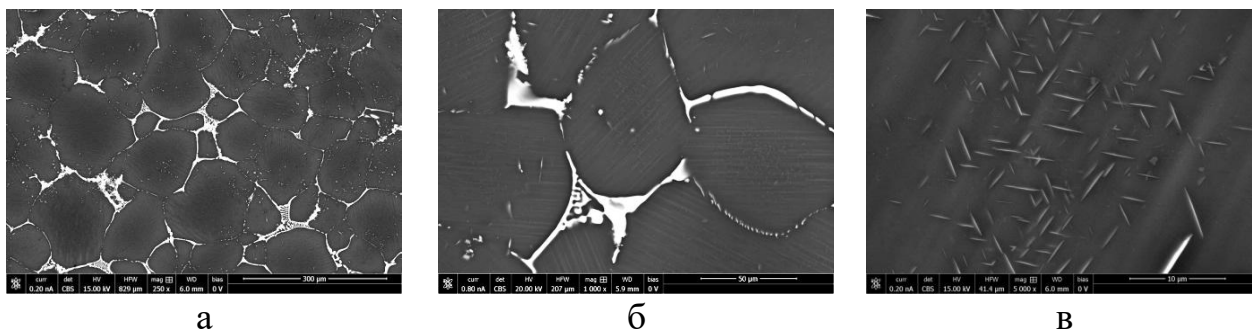


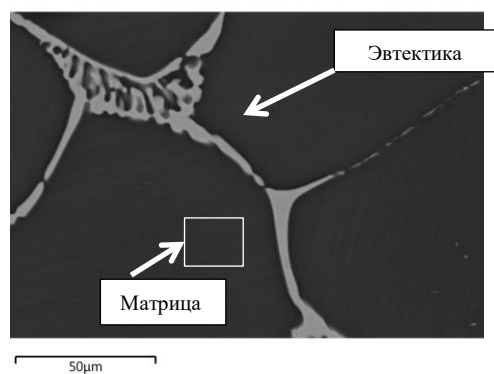
Рисунок 4.2.1. Микроструктура, полученная на растровом электронном микроскопе, образца магниевого сплава выбранного состава в литом состоянии: а) общий вид; б) эвтектика); в) интерметаллидные включения

Структура (рисунок 4.2.1 (а)) представляет собой α -твердый раствор на основе магния и легирующих компонентов (Gd, Nd, Zn, Zr) и эвтектикой (рисунок 4.2.1 (б)), располагающейся по границам зерен. Кроме того, наблюдается полосчатая структура (рисунок 4.2.1 (в)), характерная для сплавов с иттрием.

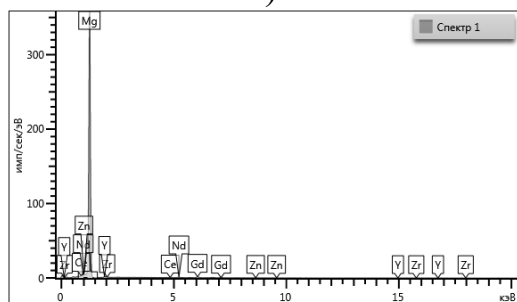
Результаты качественного электронно-зондового микроанализа приведены в таблице 4.2.4 и на рисунке 4.2.2.

Таблица 4.2.4. Результаты электронно-зондового микроанализа образца магниевого сплава выбранного состава в литом состоянии

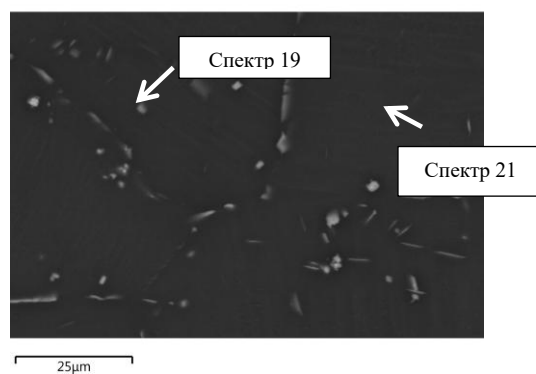
Место анализа	Содержание элементов, % масс.							
	Mg	Zn	Y	Zr	Ce	Nd	Gd	Fe
Матрица (Спектр 1)	91.8	0.6	1.4	н/о	н/о	2.0	4.2	н/о
Эвтектика (Спектр 9)	35.0	11.4	5.1	0.2	2.5	28.9	16.9	н/о
Частицы по границам зерен (Спектр 21)	71.7	3.5	3.8	0.3	0.9	12.2	7.6	н/о
Частицы в матрице 1 (Спектр 19)	18.7	0.6	0.6	77.8	н/о	1.2	1.1	н/о



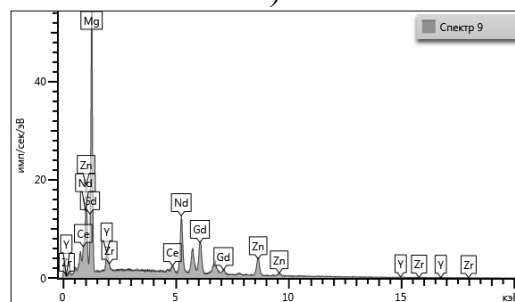
а)



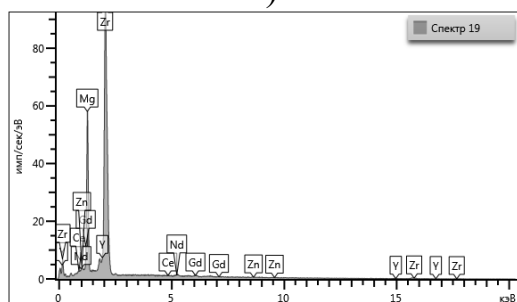
б)



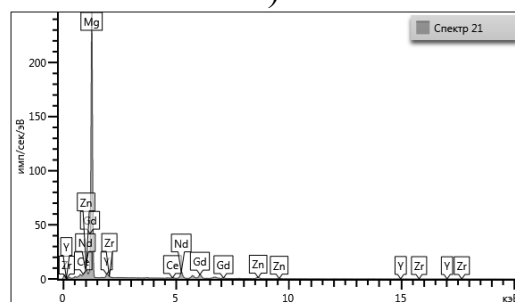
б)



г)



д)



е)

Рисунок 4.2.2. Микроструктура в обратно отраженных электронах и спектрограммы исследуемых зон в магниевом сплаве выбранного состава в литом состоянии: а, в, д) матрица и эвтектика; б, г, е) интерметаллидные фазы

4.3 Экспериментальные исследования структуры и свойств в зависимости от параметров термической обработки

Для научного обоснования и подтверждения выбора режима термической обработки проведена ДСК и получены кривые изменения ДСК сигнала образцов в литом, закаленном и состаренном состояниях (рисунки 4.3.1, 4.3.2).

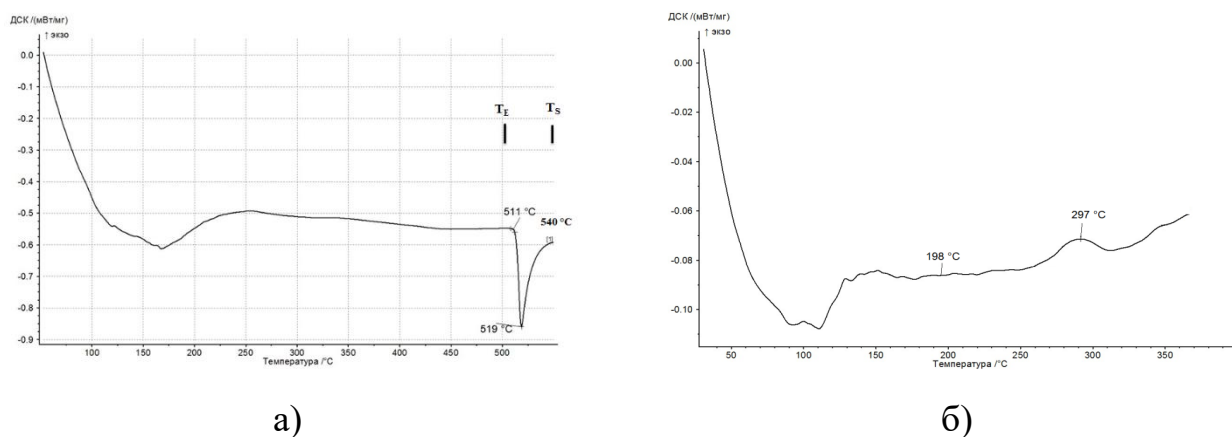


Рисунок 4.3.1. Кривые изменения ДСК сигнала литого (а) и закаленного (б) образца

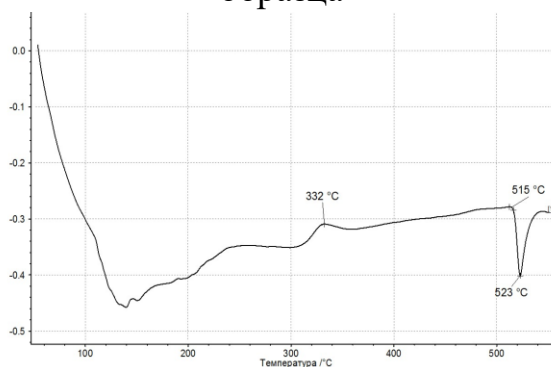


Рисунок 4.3.2. Кривые изменения ДСК сигнала закаленного и состаренного образца

Анализ графических изображений показал, что в интервале от 250 до 560 °С происходит растворение соединений магния с редкоземельными элементами. На графиках присутствует характерная для магниевых сплавов протяженность линии, демонстрирующая растворение эвтектики. Протяженный характер эндотермического эффекта свидетельствует о диффузионно-контролируемом процессе растворения эвтектических и интерметаллидных фаз. В связи с этим для достижения химической и структурной однородности твердого раствора требуется

длительная выдержка при температуре закалки. В таблице 4.3.1 приведен общий свод температур фазовых превращений магниевого сплава выбранного состава.

Таблица 4.3.1. Температуры фазовых превращений литейного магниевого сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr

Наименование температуры, характеризующей изменение фазового состояния при нагреве		Состояние образцов		
		Литое	Закаленное	Состаренное
Температура выделения метастабильной фазы, T, °C	Моделирование	-	-	-
	ДСК	-	200	200
Температура выделения стабильной фазы, T, °C	Моделирование	-	-	-
	ДСК		300	-
Температура максимального растворения стабильной фазы, T, °C	Моделирование	-	-	-
	ДСК		-	360
Температура начала плавления эвтектики, T, °C	Моделирование	533	523	523
	ДСК	520	515	514
Температура перехода сплава в однофазное состояние, T, °C	Моделирование	-	-	-
	ДСК	-	540	540
Температура солидус сплава, Ts, °C	Моделирование	823	823	823
	ДСК	809	809	809
Температура ликвидус сплава, T _L , °C	Моделирование	905	905	905
	ДСК	896	897	897

На основании результатов проведенных исследований для рассматриваемой композиции сплава был выбран режим закалки, предусматривающий выдержку при температуре 520-560 °C в течение 10 часов. Использование температурного интервала обусловлено возможными колебаниями химического состава сплавов, а также неравномерностью температурного поля в рабочем объеме закалочных печей. В качестве охлаждающей среды применялась горячая вода, традиционно используемая при термической обработке жаропрочных магневых сплавов, поскольку ее использование способствует повышению упругих характеристик материала после старения [168].

Для определения предварительных параметров старения методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) исследованы образцы

экспериментальной композиции после закалки. По результатам анализа графического изображения ДСК образцов после закалки (рис. 4.3.1) установлено, что при температурах свыше 300 °С из пересыщенного твердого раствора сначала выделяются стабильные фазы. Однако следует учитывать, что выделения стабильной фазы некогерентны матрице и вокруг них нет полей упругих напряжений, расстояния между ними достаточно велики и дислокации под действием сравнительно небольших напряжений могут их обходить, что не будет способствовать необходимому упрочнению [168]. Из этого следует, что температурный интервал необходимо выбирать до указанных температур, с целью получения в структуре сплава метастабильных фаз, обеспечивающих требуемое упрочнение материала.

Таким образом, на основании результатов ДСК выбраны предварительные температурные режимы старения: 180-220 °С.

На основании полученных данных выбраны четыре режима термической обработки магниевого сплава ВМЛ_оп, приведенные в таблице 4.3.2.

Таблица 4.3.2. Режимы термической обработки литейного магниевого сплава ВМЛ_оп.

№ режима	Параметры термической обработки
1	Закалка 520 °С - 10 часов, охлаждение в воде 80-90 °С, искусственное старение при 220 °С - 10 часов.
2	Закалка 530 °С - 10 часов, охлаждение в потоке воздуха, искусственное старение при 200 °С - 10 часов.
3	Закалка 540 °С - 10 часов, охлаждение в воде 80-90 °С, искусственное старение при 180 °С - 10 часов.
4	Закалка 560 °С - 10 часов, охлаждение в воде 80-90 °С, искусственное старение при 220 °С - 10 часов.

Проведено исследование влияния выбранных режимов термической обработки на структуру, механические и жаропрочные характеристики [178].

Методом оптической микроскопии проведена оценка структуры и размера зерна магниевого сплава ВМЛ_оп в зависимости от режима термической обработки. Результаты приведены в таблицах 4.3.3 и 4.3.4.

Таблица 4.3.3. Результаты определения величины зерна в образцах магниевого сплава ВМЛ_оп после термической обработки.

Режим термической обработки	Средний диаметр, мкм	Минимальный размер зерна, мкм	Максимальный размер зерна, мкм
Литое	108,1±1,5	89,3	234,1
Режим ТО № 1	47,1±1,1	8,3	127,4
Режим ТО № 2	66,76±0,9	11,3	138,2
Режим ТО № 3	46,76±1,2	7,8	134,7
Режим ТО № 4	46,0±1,2	6,8	131,5

Установлена зависимость объемной доли эвтектической составляющей от режима термической обработки: при закалке при 520 °С и старении при 220 °С объемная доля эвтектики снижается с ~5,1 % в литом состоянии до ~1,0 %, тогда как при повышении температуры закалки до 540 °С наблюдается менее выраженное снижение (до ~1,9 %), которое связано с ростом термической стабильности эвтектических фаз.

Таблица 4.3.4. Результаты определения объемной доли эвтектики в образцах магниевого сплава ВМЛ_оп после термической обработки.

Режим термической обработки	Объемная доля эвтектики, разброс, %
Литое	5,1 (4,2-6,1)
Режим ТО № 1	1,0 (0,7-1,2)
Режим ТО № 2	1,6 (1,4-2,0)
Режим ТО № 3	1,9 (1,5-2,6)
Режим ТО № 4	1,1 (0,8-1,4)

С целью уточнения характера перераспределения легирующих элементов между матрицей, эвтектическими и интерметаллидными фазами в зависимости от параметров термической обработки проведен электронно-зондовый микроанализ (ЭЗМА) образцов магниевого сплава выбранного состава, термообработанных по различным режимам.

На рисунках 4.3.3, 4.3.4 и в таблице 4.3.5 приведена микроструктура сплава, термообработанного по режиму № 1.

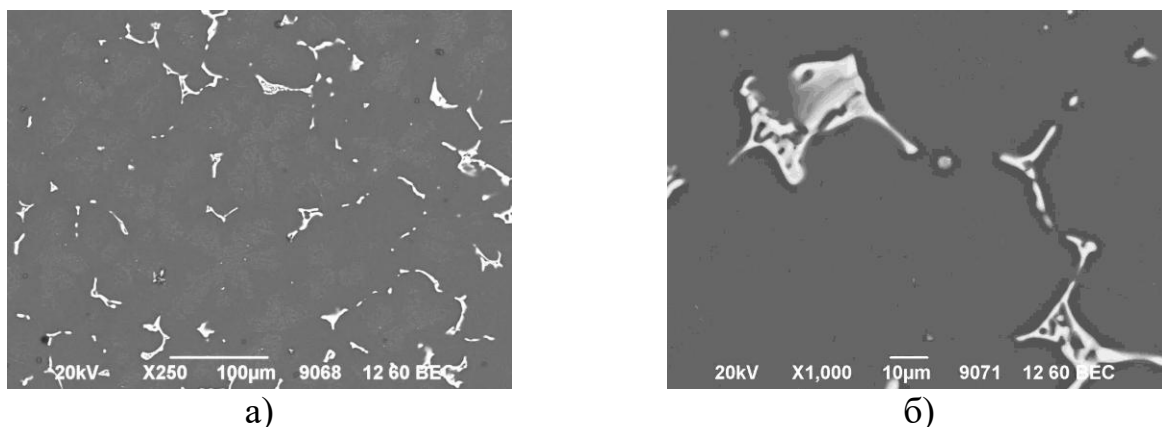


Рисунок 4.3.3. Микроструктура образца опытного состава литейного магниевого сплава ВМЛ_оп, термообработанного по режиму № 1: а) общий вид; б) эвтектика

Структура сплава представлена равноосными зернами α -твердого раствора легирующих элементов в магнии с ярко выраженной эвтектической фазой, состоящей из образований, прерывисто декорирующих границы литого зерна. Микроструктура образцов после термообработки мелкокристаллическая, равноосная с выраженной в разной степени зернограничной псевдоэвтектикой (рисунок 4.3.4 а, в, д): в образцах опытного состава образований, входящих в состав эвтектических фаз, меньше, чем в образцах, обработанных по режиму 2 и 3. В теле и по границам зерен распределение скоплений мелкодисперсных частиц различной морфологии более равномерное, чем в образцах состава, обработанных по режимам 2 и 3.

Гадолиний и неодим образуют с магнием фазу, которая расположена в виде сетки по границам зерен (рисунок 4.3.4 б, е). Отмечено также, что границная зона дендритных ячеек насыщена гадолинием.

В объеме образца наблюдаются агломераты частиц циркониевого раствора. После термообработки концентрация гадолиния и неодима в твердом растворе на основе магния увеличивается. Объемная доля эвтектики ниже, чем в литом состоянии. В теле зерен наблюдаются частицы циркониевого раствора (рисунок 4.3.4 б, г).

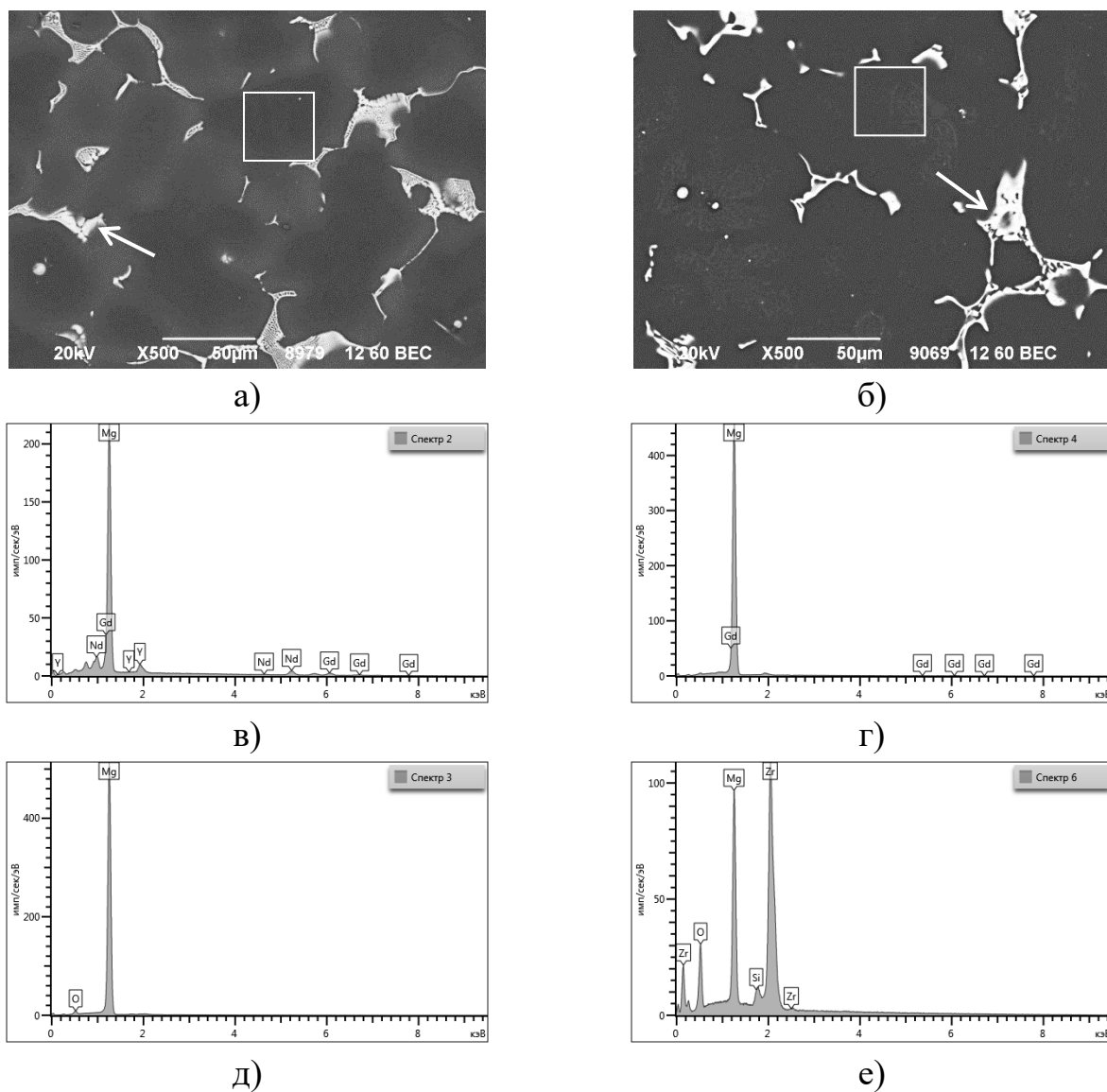


Рисунок 4.3.4. Микроструктура в обратно отраженных электронах и спектрограммы исследуемых зон в магниевом сплаве выбранного состава в термообработанном по режиму № 1 состоянии: а, в, д) матрица и эвтектика; б, г, е) интерметаллидные фазы

Таблица 4.3.5 Результаты электронно-зондового микроанализа образца магниевого сплава выбранного состава в термообработанном по режиму № 1 состоянии.

Место анализа	Содержание элементов, % масс.						
	Mg	Zn	Y	Zr	Ce	Nd	Gd
т.1 (матрица)	90.6	1.1	1.6	1.8	0,7	1.7	3.2
т.2 (эвтектика)	49.2	12.3	5.0	н/о	0,2	21.2	12.3
т.3 (фаза)	90.2	1.3	1.1	1.3	1,6	1.8	4.3
т.4 (эвтектика)	44.2	12.1	2.8	н/о	н/о	23.5	17.4

Результаты электронно-зондового микроанализа образца, термообработанного по режиму № 1, показали выраженное перераспределение редкоземельных элементов между матрицей и эвтектическими образованиями. В матрице α -Mg зафиксировано повышенное содержание Gd, Nd и Y (суммарно до ~6-7 мас. %), свидетельствуя о формировании пересыщенного твердого раствора после закалки и сохранении его метастабильного состояния после старения.

Эвтектические участки характеризуются повышенным содержанием редкоземельных элементов (Nd до ~23 мас. %, Gd до ~17 мас. %) и цинка (~12 мас. %), что соответствует интерметаллидным фазам системы Mg-PЗЭ-Zn. При этом по сравнению с литым состоянием отмечается снижение объемной доли эвтектики и более прерывистый характер ее распределения по границам зерен.

Частицы, зафиксированные в объеме зерен и содержащие цирконий, характеризуются повышенным содержанием Zr (до ~1,8 мас. %) при умеренном содержании редкоземельных элементов, указывая на присутствие цирконийсодержащих интерметаллидов, выступающих в роли центров гетерогенного зарождения метастабильных фаз при старении.

Таким образом, режим № 1 обеспечивает равномерное распределение легирующих элементов между матрицей и вторичными фазами, минимизацию химической неоднородности и формирование структуры, благоприятной для реализации дисперсионного упрочнения.

Электронно-зондовый микроанализ образцов, термообработанных по режиму № 2, выявил менее выраженное перераспределение редкоземельных элементов по сравнению с режимом № 1. В матрице α -Mg содержание Gd и Nd

ниже, что указывает на неполную фиксацию пересыщенного твердого раствора вследствие пониженной скорости охлаждения при закалке.

Эвтектические образования характеризуются повышенным содержанием Nd (до ~29 мас. %) и Gd (до ~15 мас. %), свидетельствуя о сохранении значительной доли эвтектики после термической обработки. Наличие частиц темно-серого цвета вблизи эвтектики с повышенным содержанием редкоземельных элементов указывает на коагуляцию интерметаллидных фаз при старении.

На рисунках 4.3.5-4.3.6 и в таблице 4.3.6 приведена микроструктура сплава, термообработанного по режиму № 2.

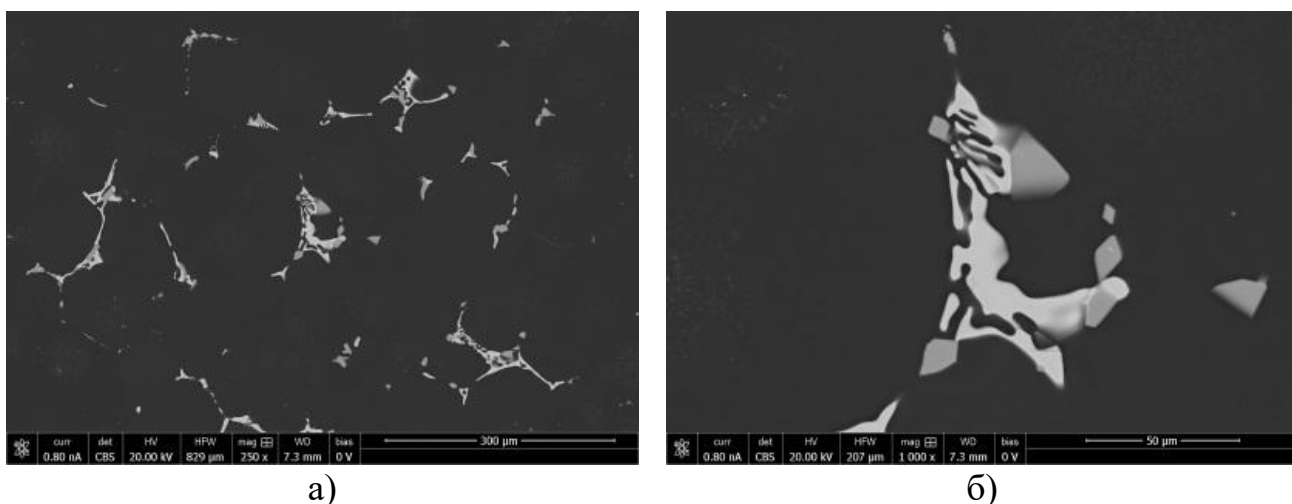
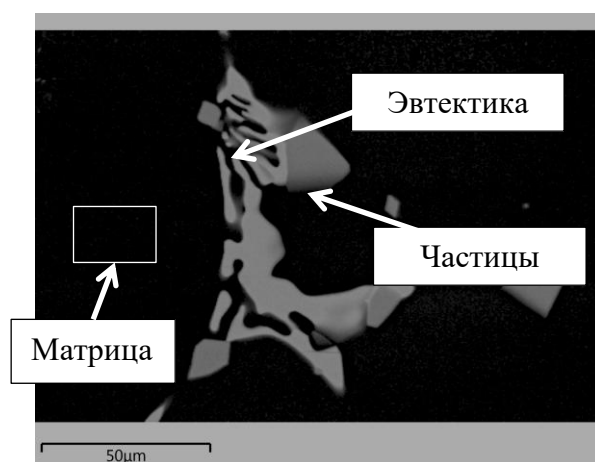
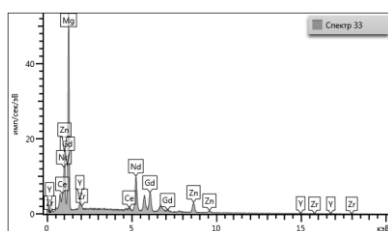


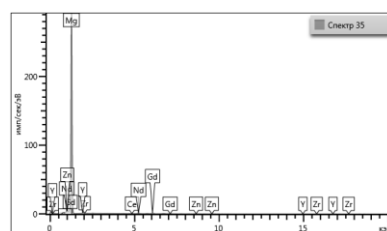
Рисунок 4.3.5. Микроструктура образца опытного состава высокопрочного жаропрочного литейного магниевого сплава, термообработанного по режиму № 2: а) общий вид; б) эвтектика



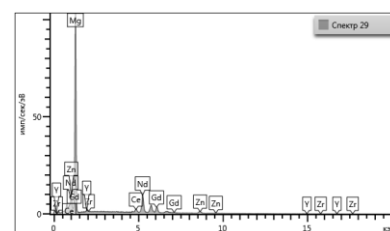
а)



б)



в)



г)

Рисунок 4.3.6. Микроструктура в обратно отраженных электронах и спектрограммы исследуемых зон в магниевом сплаве выбранного состава в термообработанном по режиму № 2 состоянии: а) общий вид; б) спектрограмма матрицы, в) спектрограмма эвтектики, г) спектрограмма интерметаллидных частиц

Таблица 4.3.6 Результаты электронно-зондового микроанализа образца магниевое сплава выбранного состава в термообработанном по режиму № 2 состоянии.

Место анализа	Содержание элементов, % масс.							
	Mg	Zn	Y	Zr	Ce	Nd	Gd	Fe
Матрица (спектр 35)	91.9	0.8	1.5	н/о	н/о	2.2	3.6	н/о
Эвтектика (Спектр 33) рис 1	38.2	11.2	4.3	0.2	2.0	29.0	15.0	н/о
Частицы темно-серого цвета вблизи эвтектики (Спектр 29) рис 2	56.6	4.2	1.1	0.2	5.0	27.3	5.6	н/о

Результаты электронно-зондового микроанализа образцов, термообработанных по режиму № 3, показали дальнейшее перераспределение легирующих элементов в сторону эвтектических и интерметаллидных фаз. В

матрице α_{Mg} содержание редкоземельных элементов несколько ниже, чем в образцах после режима № 1, что указывает на частичное обеднение твердого раствора вследствие повышенной температуры закалки.

Эвтектические участки характеризуются повышенным содержанием Zn (до ~14 мас. %), Nd (~18 мас. %) и Gd (~9 мас. %), что свидетельствует об укрупнении и стабилизации интерметаллидных фаз. Данное перераспределение сопровождается ростом размеров выделений и снижением их дисперсности.

Таким образом, при режиме № 3 формируется структура с пониженной степенью пересыщения твердого раствора и менее благоприятным распределением упрочняющих фаз.

На рисунке 4.3.7-4.3.8 и в таблице 4.3.7 приведена микроструктура сплава, термообработанного по режиму № 3.

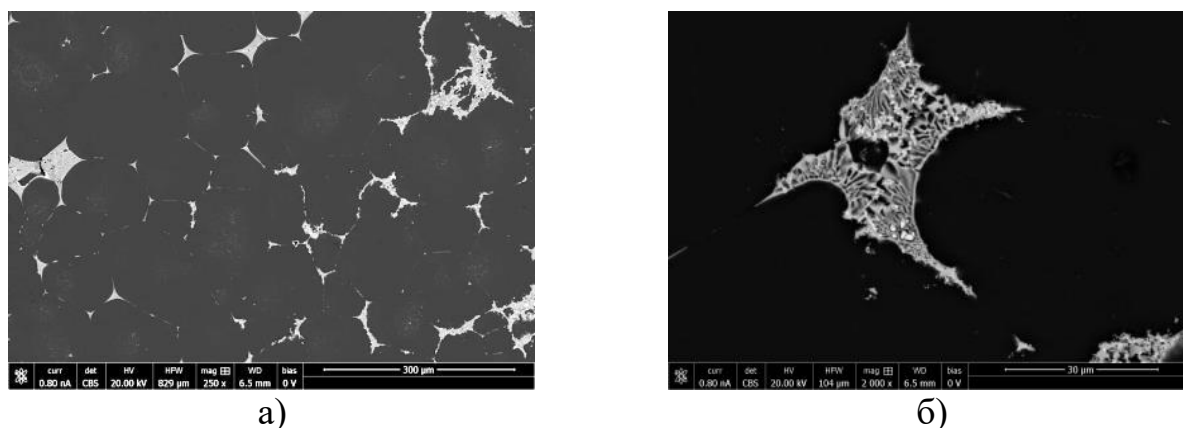
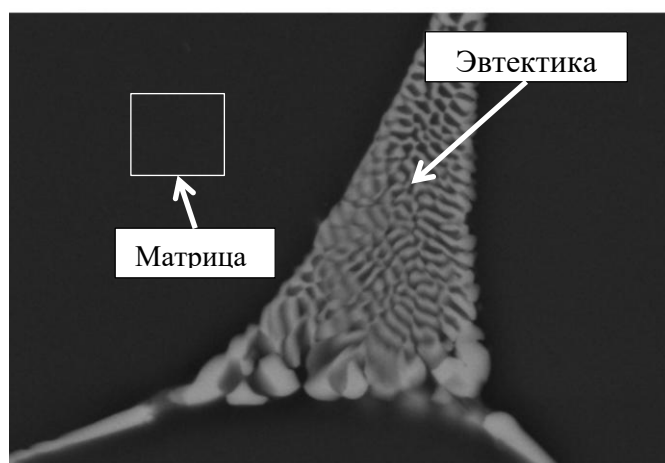
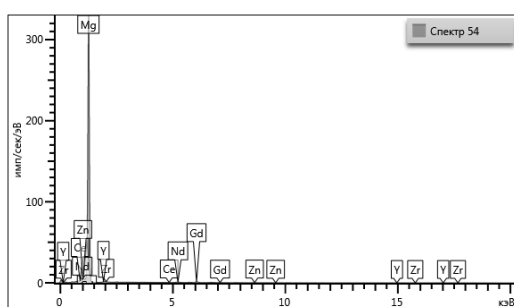


Рисунок 4.3.7. Микроструктура образца опытного состава высокопрочного жаропрочного литейного магниевого сплава, термообработанного по режиму № 3: а) общий вид; б) эвтектика

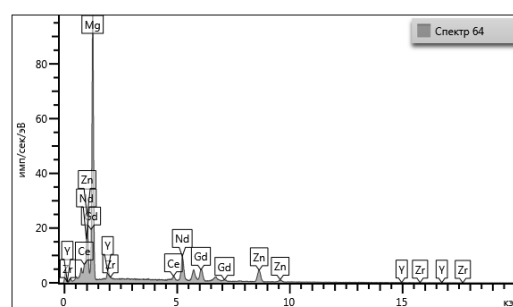


10μm

а)



б)



в)

Рисунок 4.3.8. Микроструктура в обратно отраженных электронах и спектрограммы исследуемых зон в магниевом сплаве выбранного состава в термообработанном по режиму № 2 состоянии: а) общий вид; б) спектрограмма матрицы, в) спектрограмма эвтектики,

Таблица 4.3.7 Результаты электронно-зондового микроанализа образца магниевое сплава выбранного состава в термообработанном по режиму № 3 состоянии.

Место анализа	Содержание элементов, % масс.						
	Mg	Zn	Y	Zr	Ce	Nd	Gd
Матрица 1 рис (Спектр 54)	91.9	0.7	1.4	0.4	н/о	1.9	3.7
Эвтектика 1 рис (Спектр 64)	51.9	13.6	4.0	н/о	2.8	18.5	9.2

Установленные по данным электронно-зондового микроанализа различия в распределении легирующих элементов и морфологии вторичных фаз определяют особенности формирования упрочняющей структуры и оказывают непосредственное влияние на уровень механических и жаропрочных характеристик исследуемых образцов.

На рисунке 4.3.9-4.3.10 приведена микроструктура сплава, термообработанного по режиму № 4.

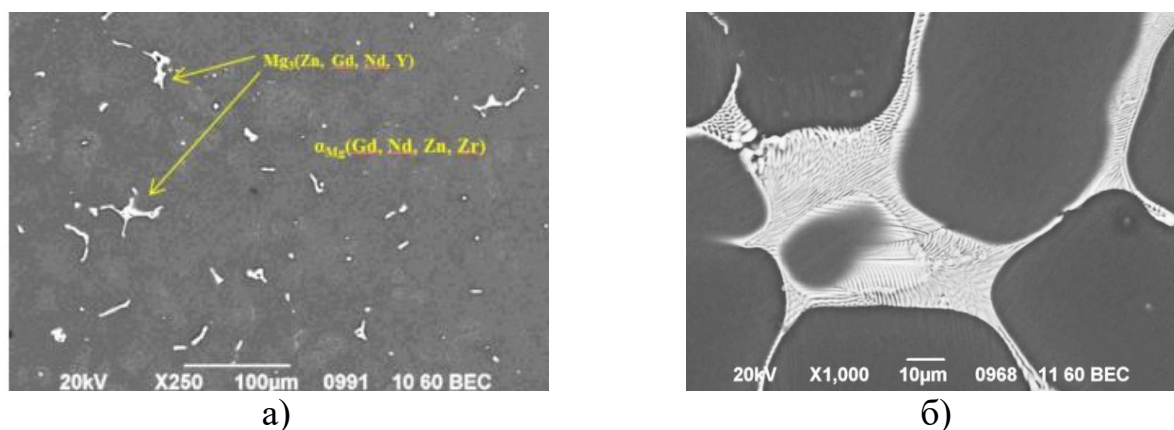
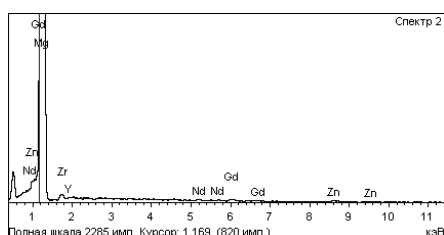
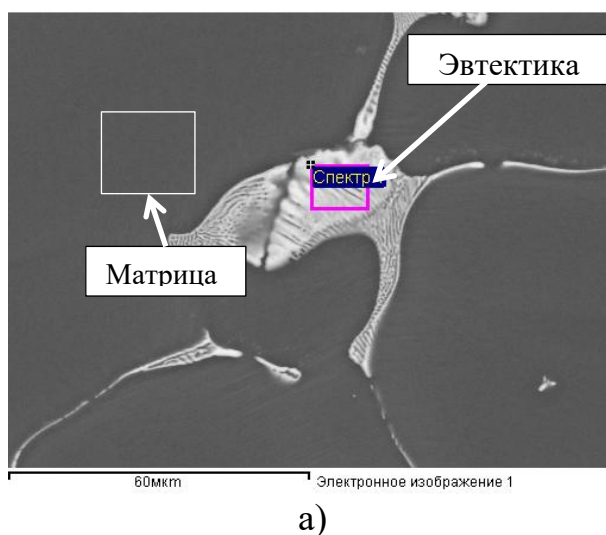
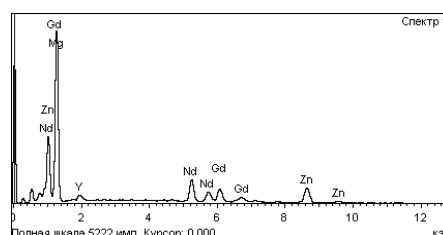


Рисунок 4.3.9. Микроструктура образца опытного состава высокопрочного жаропрочного литейного магниевого сплава, термообработанного по режиму № 4: а) общий вид; б) эвтектика



б)



в)

Рисунок 4.3.10. Микроструктура в обратно отраженных электронах и спектрограммы исследуемых зон в магневом сплаве выбранного состава в термообработанном по режиму № 2 состоянии: а) общий вид; б) спектрограмма матрицы, в) спектрограмма эвтектики,

Результаты механических свойств при комнатной температуре приведены в таблице 4.3.8.

Таблица 4.3.8. Механические свойства магниевого сплава ВМЛ_оп, обработанного по различным режимам термической обработки

Режим Т/О	Механические свойства сплава ВМЛ_оп		
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Режим № 1	<u>298-305</u> 303	<u>189-208</u> 200	<u>1,9-2,5</u> 2,1
Режим № 2	<u>274-284</u> 282	<u>157-169</u> 164	<u>2,0-2,7</u> 2,2
Режим № 3	<u>291-303</u> 299	<u>164-178</u> 171	<u>2,4-3,0</u> 2,5
Режим № 4	<u>300-307</u> 304	<u>190-208</u> 200	<u>1,9-2,4</u> 2,2

Анализ механических свойств показал, что максимальный уровень прочности достигается при термической обработке по режимам № 1, 3 и 4. Исходя из анализа состояния микроструктуры можно сделать вывод о том, что повышение свойств обусловлено оптимальным сочетанием степени растворения эвтектики, дисперсности метастабильных выделений и равномерности их распределения в объеме зерна за счет критических скоростей охлаждения под закалку.

Снижение прочностных характеристик при режиме № 3 связано с недостаточной скоростью охлаждения (режим № 2), приводящей к частичному распаду пересыщенного твердого раствора, способствующей укрупнению зерна и формированию менее дисперсных выделений.

В таблице 4.3.9 приведены результаты исследования жаропрочных характеристик (длительной прочности на базе 100 часов).

Анализ результатов длительной прочности показал, что образцы, термообработанные по режимам № 1, 2 и 4, обладают наивысшей устойчивостью к ползучести при температуре 250 °С.

Таблица 4.3.9. Результаты определения длительной прочности при температуре 250 °С на базе 100 часов образцов литейного магниевого сплава ВМЛ_оп

Режим Т/О	Напряжение, МПа	Время, ч
Режим № 1	120	124-154
	125	110-118
	130	104-110
Режим № 2	120	100-107
	125	98-105
	130	84-99
Режим № 3	120	95-101
	125	87-95
	130	72-84
Режим № 4	120	105-124
	125	100-107
	130	86-95

Проведены исследования [168, 181] образца по режиму № 4 рентгеноструктурным методом. На рисунке 4.3.11 приведены дифрактограммы в диапазоне углов $2\Theta=15-75^\circ$. На дифрактограммах кроме рефлексов α -твердого раствора на основе Mg с ГПУ решеткой присутствуют отчетливые рефлексы, которые соответствуют кристаллической структуре интерметаллидных фаз Mg_3X . Выявленная интерметаллидная фаза имеет ГЦК решетку и существенно отличается от интерметаллидов (7,170-7,231 Å для Mg_3X ; 7,39 Å для Mg_3Nd и 7,33 Å для Mg_3Gd) величиной периода решетки, представленной в таблице 4.3.10.

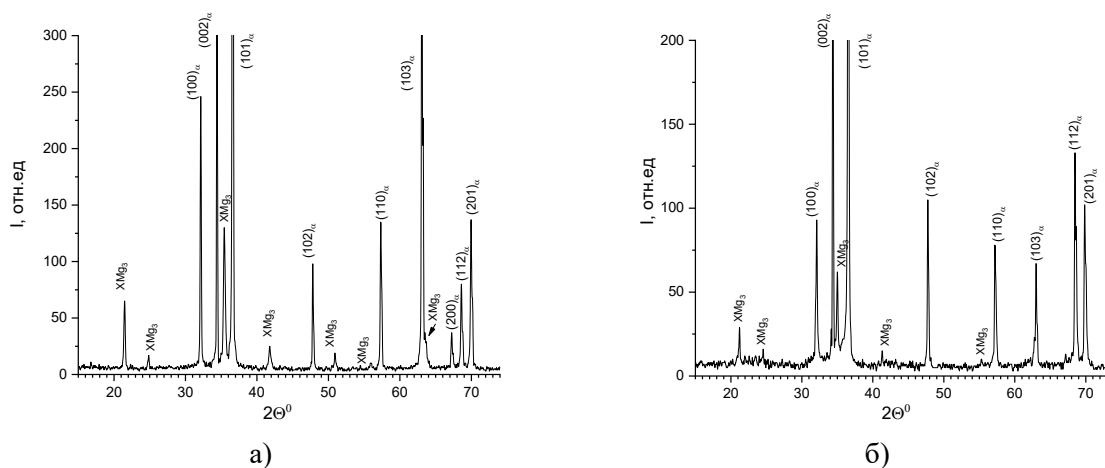
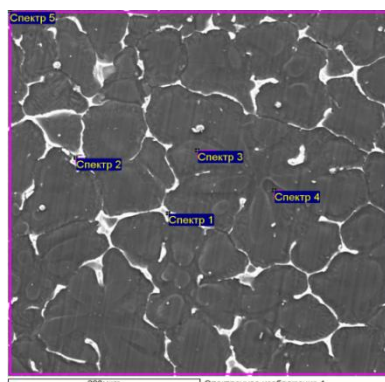


Рисунок 4.3.11. Дифрактограмма образца в литом (а) и термообработанном (б) состояниях

Таблица 4.3.10. Периоды решетки α -твердого раствора и интерметаллидной фазы Mg_3X

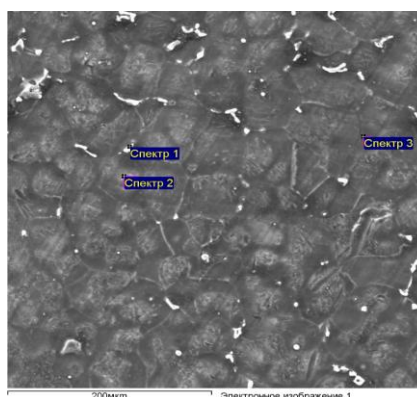
Образец	Объемная доля	Периоды решетки			с/а	z Mg_3X	Ат. объем
	XMg_3	Mg_3X	a_α	c_α			
	Отн.ед	Å			Отн.ед	Å ³	
Mg	-	-	3,208	5,210	1.624		
Mg_3Nd	-	7,39	-	-		16	25,2
Mg_3Gd	-	7,33	-	-		16	24,6
Экспериментальные значения							
Литое	1	7,170	3,213	5,207	1,621	16	23.0
После ТО	0,38	7,231	3,216	5,213	1,621	16	23.6

На рисунках 4.3.12 и 4.3.13 приведены результаты исследований на растровом сканирующем микроскопе в режиме обратно отраженных электронов с использованием электронно-зондового микроанализа. Из результатов микроанализа установлено, что интерметаллидная фаза содержит в атомных процентах больше всего магния, потом идет цинк и неодим, существенно меньше гадолиния (спектры 1 и 2 на рисунке 4.3.10). Наличие большой доли цинка объясняет пониженную величину периода решетки интерметаллидной фазы XMg_3 , поскольку атомный радиус цинка ($1,37\text{Å}$) значительно меньше не только любых РЗЭ ($1,74\text{-}1,87\text{ Å}$), но и самого магния ($1,6\text{ Å}$). Если оценить средние значения атомных объемов фазы XMg_3 , в которой $X=0,4Zn+0,4Nd+0,2Gd+0,1Y$ в соответствие с данными микроанализа, то получим величину атомного объема $\sim 23,0\text{ Å}^3$, что соответствует величине атомного объема образца.



Спектр	В стат.	O	Mg	Zn	Y	Zr	Nd	Gd	Итого
Спектр 1	Да	8.15	37.70	16.43	2.82	0.34	21.69	12.86	100.00
Спектр 2	Да	8.34	26.81	21.63	3.55	0.37	25.17	14.12	100.00
Спектр 3	Да	3.24	93.50	0.74	0.05	1.71	0.26	0.49	100.00
Спектр 4	Да	3.59	92.95	0.91	0.40	0.21	0.67	1.25	100.00
Спектр 5	Да	3.80	89.31	1.98	0.37	0.78	2.03	1.73	100.00
Среднее		5.43	68.05	8.34	1.44	0.68	9.97	6.09	100.00

Рисунок 4.3.12. Микроструктура в обратно отраженных электронах и результаты электронно-зондового микроанализа образца литейного магниевого сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr в литом состоянии



Спектр	В стат.	O	Mg	Al	Ca	Zn	Y	Zr	Nd	Gd	Итого
Спектр 1	Да	14.81	66.99	0.58	0.72	1.80	3.06	0.25	5.63	6.15	100.00
Спектр 2	Да	3.01	87.71		0.02	1.24	0.87	2.10	2.09	2.95	100.00
Спектр 3	Да	4.79	87.01		0.00	0.77	1.04	0.24	2.43	3.72	100.00
Макс.		14.81	87.71	0.58	0.72	1.80	3.06	2.10	5.63	6.15	
Мин.		3.01	66.99	0.58	0.00	0.77	0.87	0.24	2.09	2.95	

Рисунок 4.3.13. Микроструктура в обратно отраженных электронах и результаты электронно – зондового микроанализа образца литейного магниевого сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr после термообработки

В таблице 4.3.10 также приведены периоды решетки и осевое отношение c/a гексагональной плотноупакованной решетки α -твердого раствора на основе магния. Установлено, что периоды решетки α -твердого раствора существенно превышают соответствующие значения для чистого магния, причем наибольшее увеличение наблюдается для параметра a_c . Это свидетельствует о растворении в

магниевого матрице атомов редкоземельных элементов, радиусы которых значительно превышают радиус атома магния.

При этом в α -твердом растворе могут находиться преимущественно атомы гадолиния и иттрия, поскольку растворимость неодима в магнии крайне мала. Увеличение периодов решетки α -твердого раствора после термической обработки указывает на рост содержания Gd и Y в матрице и свидетельствует об эффективности термической обработки с точки зрения реализации механизма твердорастворного упрочнения.

Наряду с твердорастворным упрочнением существенную роль в повышении прочностных характеристик сплава играет механизм дисперсионного упрочнения, связанный с выделением интерметаллидных фаз. Анализ рентгенограмм (рисунок 4.3.11) показал, что после термической обработки интенсивность дифракционных линий интерметаллидной фазы типа Mg_3X существенно снижается по сравнению с литым состоянием при сохранении общего фазового состава сплава. Относительные значения интенсивностей соответствующих рефлексов приведены в таблице 4.3.10.

Снижение интенсивности дифракционных линий обусловлено принципиальным изменением морфологии и дисперсности интерметаллидных выделений. В литом состоянии интерметаллиды концентрируются преимущественно по границам зерен, что не обеспечивает эффективного упрочнения вследствие их крупного размера и ограниченной площади контакта с матрицей. Кроме того, такие выделения могут служить концентраторами напряжений и снижать устойчивость структуры при деформации [179, 180].

В результате термической обработки интерметаллидные выделения перераспределяются в объеме зерен и дробятся до наноразмерного состояния. Значительная часть таких частиц имеет размеры менее ~ 10 нм, что приводит к их переходу в рентгеноаморфное состояние и, как следствие, к резкому снижению интенсивности соответствующих дифракционных линий. Формирование дисперсных, равномерно распределенных интерметаллидных частиц обеспечивает

эффективное торможение движения дислокаций и существенный вклад в дисперсионное упрочнение сплава [181, 182].

Таким образом, эффективность термической обработки может быть количественно оценена по двум взаимодополняющим критериям:

- по величине увеличения периодов решетки α -твердого раствора, отражающей степень твердорастворного упрочнения за счет растворения атомов гадолиния и иттрия;

- по снижению интенсивности дифракционных линий интерметаллидной фазы Mg_3X , отражающему рост доли наноразмерных (рентгеноаморфных) выделений и эффективность дисперсионного упрочнения.

С целью выявления структурных особенностей, обуславливающих достижение полученных характеристик, проведены углубленные исследования структурно-фазового состояния образцов в литом и термообработанных по трем режимам состояниях методом просвечивающей электронной микроскопии.

В объеме зерен сплава после литья наблюдается равномерно распределенные пластины LPSO-фазы (рисунок 4.3.14), проходящие через все зерно в кристаллографической плоскости $(002)_{Mg}$ твердого раствора Mg. Пластины LPSO-фазы преимущественно одно- и двухслойные с толщиной 3-6 нм. Присутствуют редкие многослойные пластины шириной до 16 нм. Других фаз в объеме зерен не обнаружено.

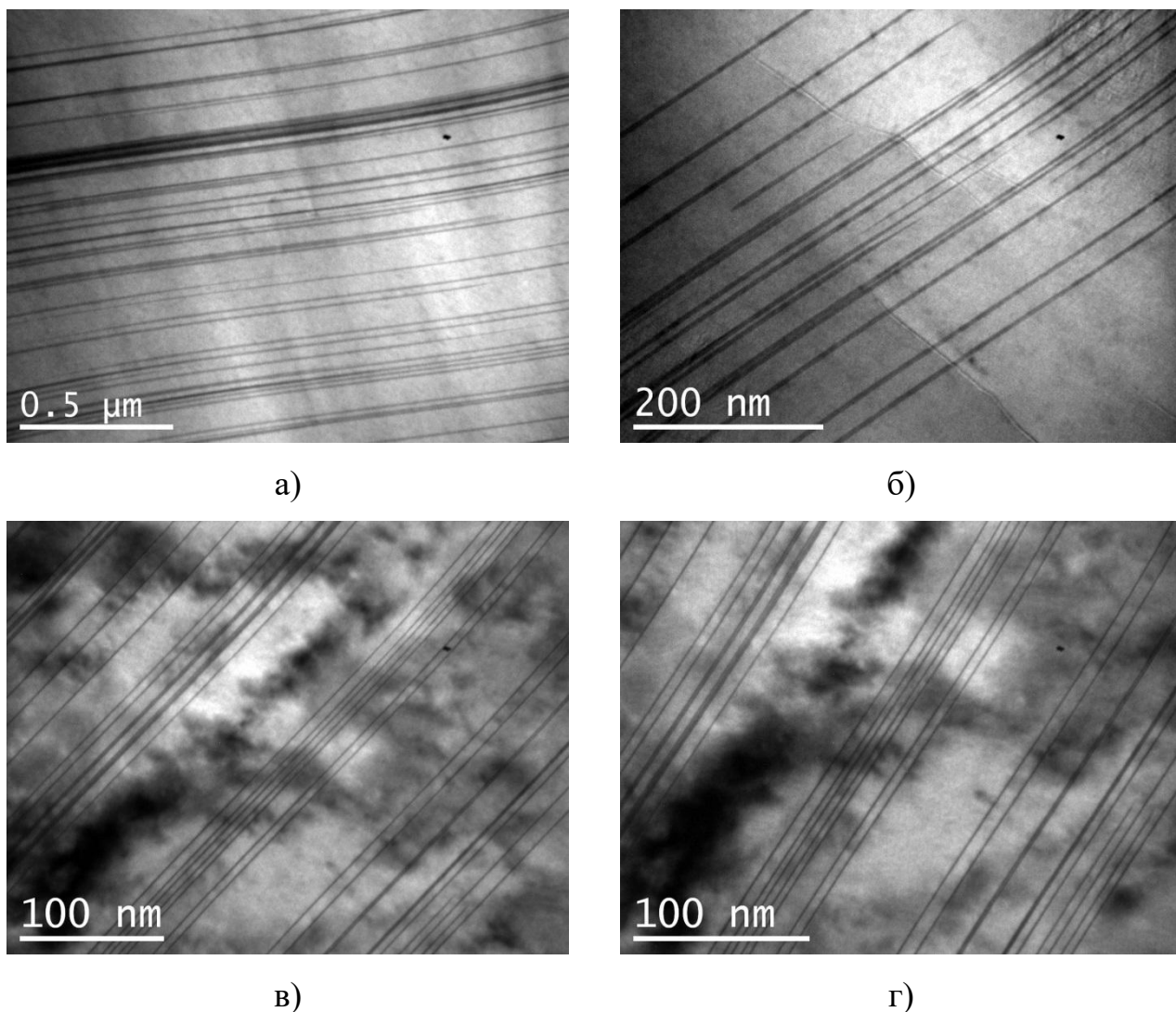
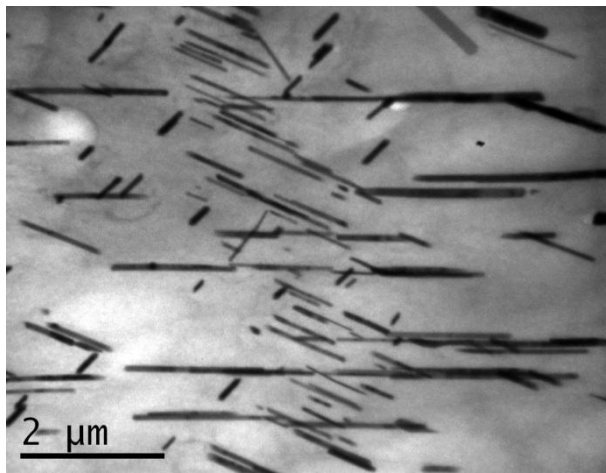
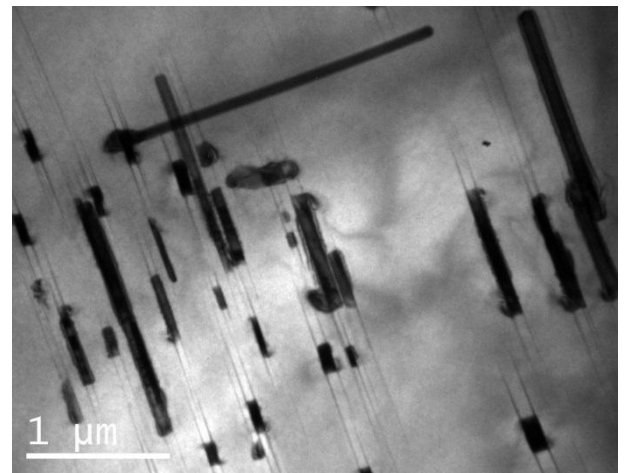


Рисунок 4.3.14. LPSO-фаза в объеме зерна образца в литом состоянии при различном приборном увеличении: а) 73000х; б) 200000х; в) 270000х; г) 330000х

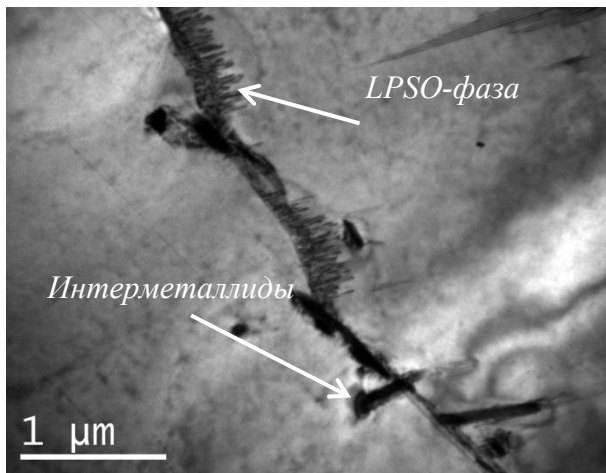
В объеме зерен образца после термообработки по режиму № 2 присутствуют пластинчатые и стержневидные частицы интерметаллидной фазы неустановленного состава (рисунок 4.3.15 а, б). Пластины LPSO-фазы располагаются непосредственно рядом с частицами интерметаллидов (рисунок 4.3.15 б) и вдоль границ зерен (рисунок 4.3.15 в, г) в базисных плоскостях $(002)_{Mg}$ твердого раствора Mg. Пластины LPSO-фазы однослойные, длина в нормальной проекции составляет 1-2 мкм. В объеме зерен, свободном от интерметаллидных частиц, LPSO-фаза отсутствует.



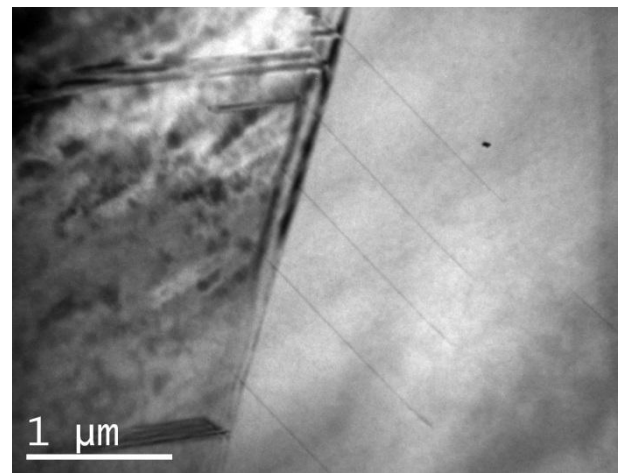
а)



б)



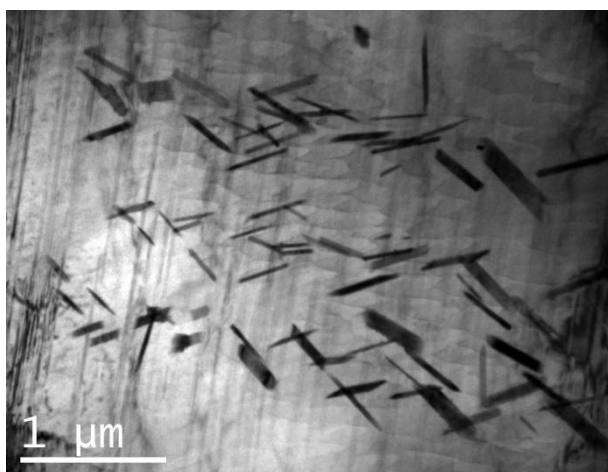
в)



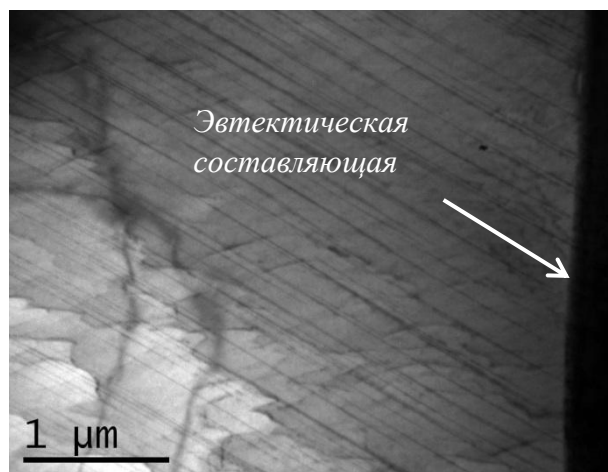
г)

Рисунок 4.3.15. Структура магниевого сплава опытного состава после ТО по режиму 1: а) скопление частиц интерметаллидов; б) совместное расположение частиц интерметаллидов и LPSO-фазы; в), г) частицы интерметаллидов и LPSO-фаза на границе зерен.

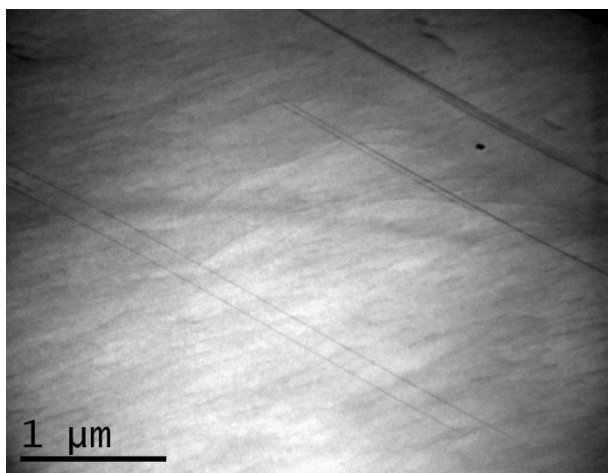
В объеме зерен образца после термообработки по режиму № 3 наблюдается неравномерно распределенные пластинчатые и стержневидные частицы интерметаллидов (рисунок 4.3.16 а). Длина отдельных стержневидных частиц достигает 15 мкм. LPSO-фаза также имеет неравномерное распределение по объему зерна: повышенное количество в областях с интерметаллидными частицами и вблизи эвтектической составляющей (рисунок 4.3.14 б) и меньшее содержание в объеме зерна, свободном от интерметаллидных частиц (рисунок 4.3.16 в, г). Пластины LPSO-фазы преимущественно однослойные.



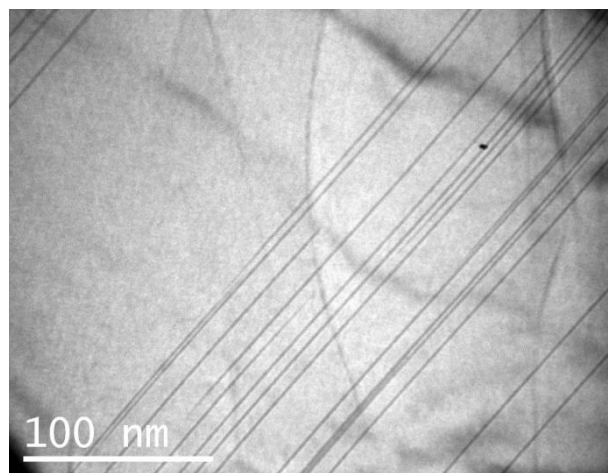
а)



б)



в)



г)

Рисунок 4.3.16. Структура магниевого сплава после ТО по режиму № 4:
а) скопление частиц интерметаллидов; б) повышенное содержание LPSO-фазы рядом с эвтектикой; в), г) LPSO-фаза в объеме зерна

Особое внимание было уделено анализу образца, термообработанного по режиму № 4.

На рисунке 4.3.17 представлены HAADF-STEM изображения метастабильных выделений в твердом растворе α -Mg (сред $a = 0.321 - 0.327$ нм, $c = 0.51$ нм) после старения сплава при 220 °С в течение 10 ч. Все многообразие сложных структур образовано тремя основными фазами – β_T , β' и β_1 фазами. SAED (вставка на рис. 4.3.17 а) позволяет уверенно обнаружить только β' фазу. Рефлексы от остальных фаз либо слишком слабы, либо полностью перекрываются с рефлексами β' фазы. На изображениях в ориентации $[001]_\alpha$ преобладают β_T фаза, в виде отдельных

стержней и β' фаза в виде соединительных «островков». Направление роста β_T выделений соответствует трем направлениям типа $\langle \bar{1}10 \rangle_\alpha (// \langle 010 \rangle_{\beta_T})$, разделенных углом в 120° - то есть, перпендикулярно призматическим плоскостям типа $\{100\}_\alpha$, что находится в полном соответствии с другими работами [168, 183, 184]. Длина стержней β_T фазы достигает 22 нм.

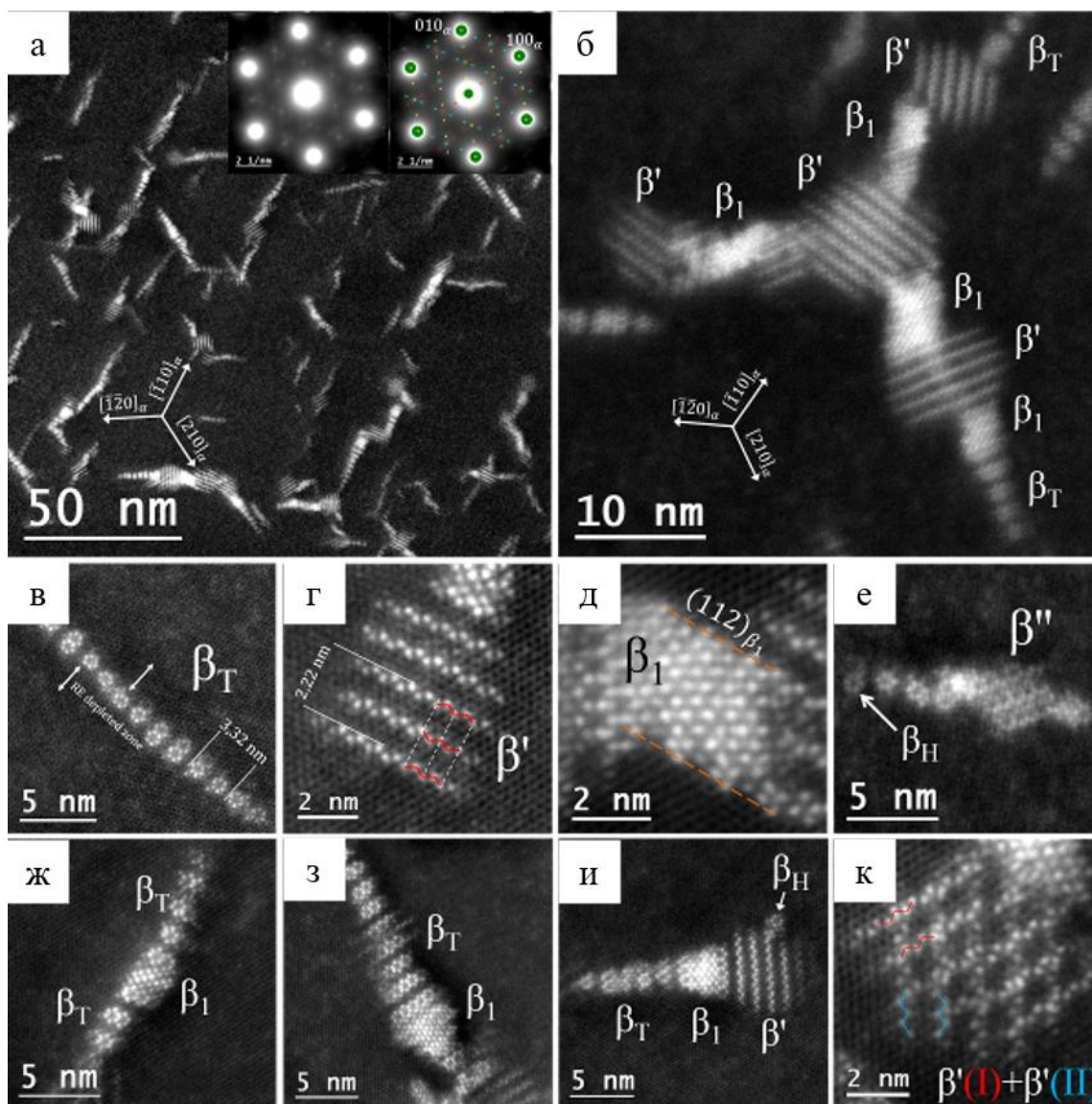


Рисунок 4.3.17. HAADF-STEM изображения метастабильных фаз β -типа в сплаве ВМЛ_{оп}, состаренном при температуре 220 °С в течение 10 ч. Электронный пучок параллелен $[001]_\alpha$. (а) общий вид; вставки – экспериментальные и расчетные вставки SAED для ориентации $[001]_\alpha + 3 [001] (\beta^{\wedge})$; (б) и (ж)-(к) наиболее распространенные фазы; (в)-(е) кристаллическая структура фаз β_T , β' , β_1 и β'' ; (и) перекрытие двух фаз β' , ориентированных в двух эквивалентных направлениях of α -Mg.

Структура β_T фазы (сbco, $a = 0.65$ нм, $b = 3.32$ нм, $c = 0.51$ нм) представляет собой периодически повторяющиеся пары или тройки гексагонов, образованных Nd, Gd и Y, разделенных участками твердого раствора α -Mg (рисунок 4.3.17 в). Каждый последующий ряд гексагонов имеет смещение вдоль направления $\langle 100 \rangle_{\beta_T}$ на половину ширины гексагона ($a_{\beta_T}/2 = a_{\alpha} \approx 0,32$ нм). Именно поэтому период b вдоль направления роста $\langle 010 \rangle_{\beta_T}$ измеряется через каждые два ряда и составляет 3,32 нм ($1,66 \times 2$ нм) [168]. В работе [185] приведены исчерпывающие схемы строения фаз β_T , β'' и β' , дающие ясное представление о различиях и особенностях каждой фазы. Отметим также, что HAADF изображения позволяют напрямую увидеть обеднение твердого раствора по RE вокруг выделений β_T (и других), что проявляется в виде зон потемнения твердого раствора на ширину 2-3 нм вокруг выделений.

Кроме отдельных β_T выделений часто встречаются составные типы выделений (рисунок 4.3.17 ж-к): 1) иглы β_T с утолщением из β_1 -фазы, образующие блоки типа $\beta_T - \beta_1 - \beta_T$ или $\beta_T - \beta_1$; 2) тройные структуры типа $\beta_T - \beta_1 - \beta'$. Такие выделения имеют то же направление роста, что и отдельные выделения β_T фазы – вдоль $\langle \bar{1}10 \rangle_{\alpha}$. Размеры стержневидных структур достигают 25 нм. Сочетание трех подобных структур в одном месте приводит к образованию более сложных агломератов (Рисунок 4.3.17 б) с различным чередованием фаз. Описанные структуры являются самыми часто наблюдаемыми, но вариации сложных структур выделений ими не ограничиваются [168].

Фазы β' (сbco $a = 0.66$ нм, $b = 2,22$ нм, $c = 0.51$ нм) и β_1 (f.c.c. $a = 0.69 - 0.70$ нм) (рисунок 4.3.17 г, д) в сплаве ВМЛ_оп не образуют отдельных выделений, но присутствуют в составе сложных образований из нескольких фаз. Согласно рисунку 1 в агломератах фазы β' , β_1 и β_T имеют следующие ориентационные соотношения с матрицей:

$$\{001\}_{\beta_T} // \{001\}_{\alpha} \text{ and } \langle 010 \rangle_{\beta_T} // \langle \bar{1}10 \rangle_{\alpha}; (1)$$

$$\{001\}_{\beta'} // \{001\}_{\alpha} \text{ and } \langle 010 \rangle_{\beta'} // \langle \bar{1}10 \rangle_{\alpha}; (2)$$

$$\{001\}_{\beta_1} // \{110\}_{\alpha} \text{ and } \langle 110 \rangle_{\beta_1} // \langle 001 \rangle_{\alpha}; (3) \text{ (далее ORI)}$$

Граница между β_1 и α -Mg проходит вдоль плоскостей $\{112\}_{\beta_1}$ (рисунок 4.3.17 д). Однако ORI между β_1 и α -Mg не совпадают с теми, что указаны в других работах. Согласно результатам [185] ОС β_1/α -Mg имеют вид: $\{112\}_{\beta_1} // \{100\}_{\alpha}$ and $\langle 110 \rangle_{\beta_1} // \langle 001 \rangle_{\alpha}$ (далее ORII). Расчет электронограмм для обоих ОС (рисунок 4.3.18 б) показал, что различие между ними составляет $\pm 5^\circ$ разворота кристалла β_1 фазы вокруг направления $[001]_{\alpha}$. На изображениях HRSTEM такое отклонение сложно заметить, однако детальный анализ FFT изображений (рисунок 4.3.18) позволяет уверенно обнаружить несоответствие OR II с расчетными электронограммами (рисунок 4.3.18 ж, з). В то время как OR I в полной мере удовлетворяют положению рефлексов на FFT изображении (рисунок 4.3.18 е).

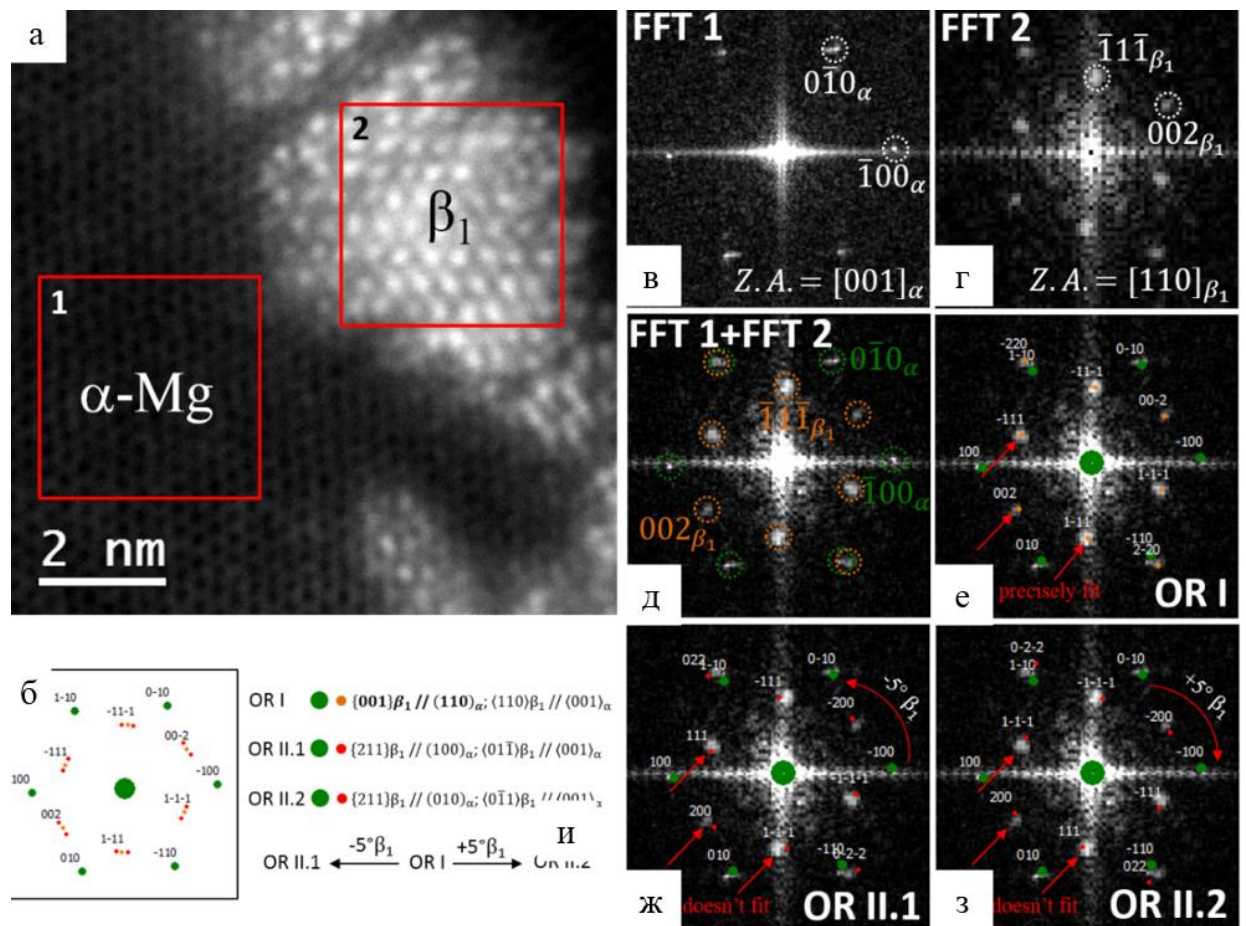


Рисунок 4.3.18. Анализ ориентационного соотношения между метастабильными β_1 и α -Mg: (а) исследуемая область; (б) рассчитанная дифракционная картина для ORI и ORII; (в) FFT для α -Mg; (г) FFT для фазы β_1 ; (д) суммарная FFT1 и FFT2; (е)-(з) наложение рассчитанных дифракционных картин на экспериментальные изображения FFT для ORI и ORII. Четко видно несоответствие отражения β_1 на

(ж) и (з)

Кроме уже упомянутых трех фаз β_T , β' , β_1 и структур, которые они образуют, изредка наблюдаются отдельные образования β'' -фазы (сред $a = 0.323$ нм, $c = 0.51$ нм) в виде «островков» произвольной формы (рисунок 4.3.15 е). Вблизи образований β'' -фазы иногда видны отдельные super-hexagons (β_H), отделенные от β'' областью обедненного твердого раствора α -Mg. За исключением таких редких «островков», β'' фаза в сплаве отсутствует.

На изображениях в ориентации $[001]_\alpha$ были обнаружены выделения со структурой, которая не встречалась нам в других публикациях (рисунок 4.3.17 к). Вероятнее всего, такие структуры являются результатом перекрытия двух пластин β' -фазы, расположенных на различной высоте в толще фольги. В работе [185] уже наблюдались перекрытия пластин β' на изображениях вдоль $[100]_\alpha$. В нашем случае подобное перекрытие наблюдается вдоль направления $[001]_\alpha$. Учитывая типичную толщину фольги 50-100 нм, вполне вероятно, что две пластины β' в двух ориентациях $\langle \bar{1}10 \rangle_\alpha$ ($// \langle 010 \rangle_{\beta'}$) расположились одна под другой. В результате чего наблюдается структура «псевдо-новой» метастабильной фазы.

HAADF STEM изображения вдоль направления $[001]_\alpha$ являются наиболее информативными и позволяют оценить фазовый состав наиболее полно. Однако изображения вдоль ориентации $[100]_\alpha$ также дают дополнительную информацию.

На рисунке 4.3.19 показана структура метастабильных фаз в ориентации $[100]_\alpha$. На снимках в ориентации $[100]_\alpha$ видны только 3 фазы: β' , LPSO building blocks (она же γ') и γ'' . Длина пластин β' после старения 220 °C в течение 10 ч составляет 15 – 45 нм (рисунок 4.3.19 в). Толщина составляет 4 – 8 нм. Структура β' в ориентации $[100]_\alpha // [100]_{\beta_1}$ представляет собой периодические ряды атомов PЗЭ, разделенные α -Mg через каждые 1,12 нм. В этой ориентации (в отличие от изображений в ориентации $[001]_\alpha // [001]_{\beta_1}$) ряды атомов PЗЭ не имеют относительного смещения вдоль $[001]_{\beta_1}$ (рисунок 4.3.19 г), что согласуется с установленной структурой β' фазы [37, 168].

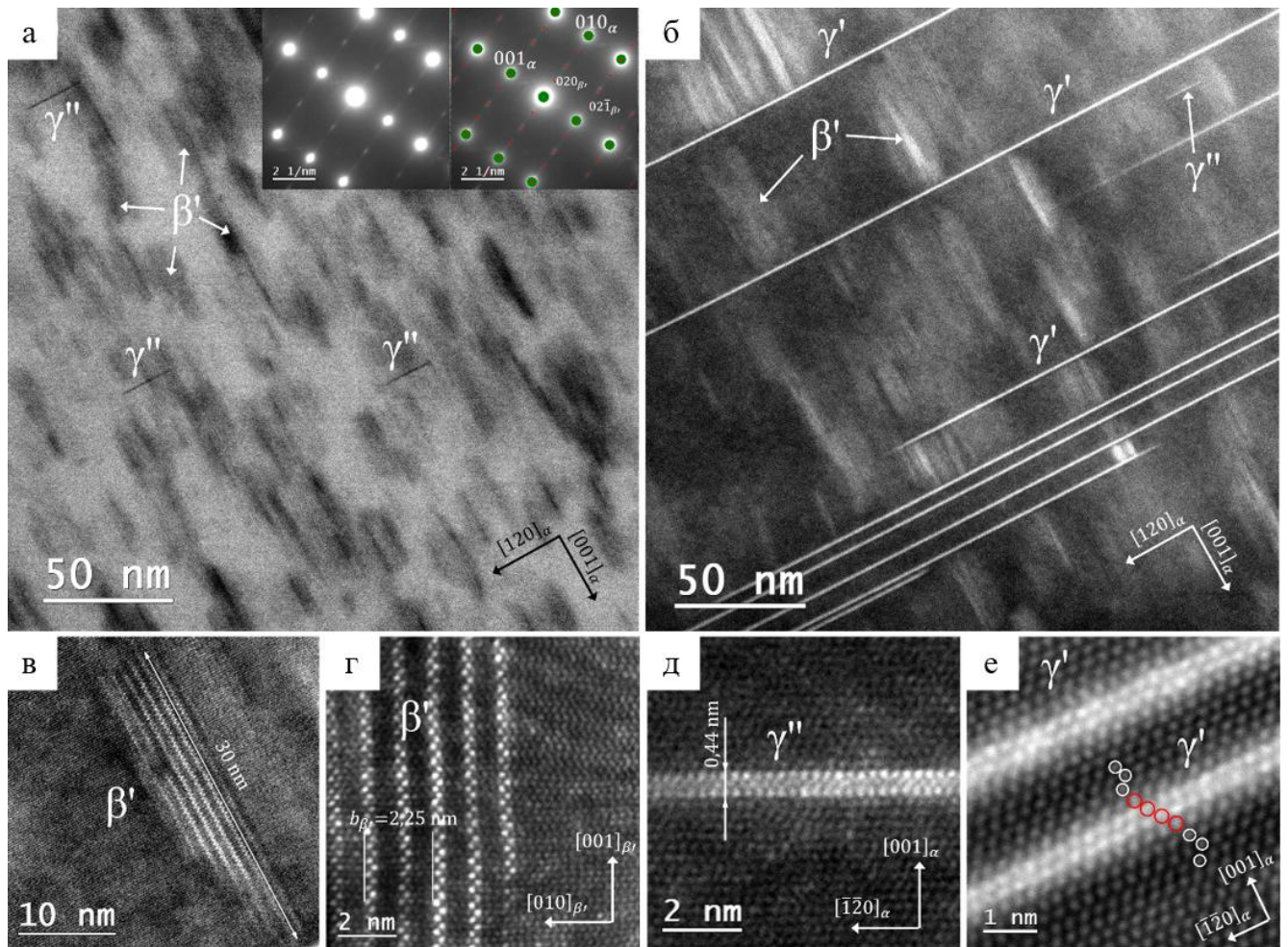


Рисунок 4.3.19. Фазы β' , γ' и γ'' в ВМЛ_оп, состаренном при температуре 220 °С в течение 10 ч. Электронный пучок параллелен $[100]_{\alpha}$. (а) Общий вид (BF STEM); вставки – экспериментальные и расчетные SAED для $[100]_{\alpha}+3$ ориентации β' ; (б) область с высоким содержанием пластин γ' (HAADF-STEM); (в) – (е) кристаллическая структура фаз β' , γ'' и γ' (HAADF STEM).

Кроме пластин β' фазы в сплаве наблюдаются пластинчатые γ'' и γ' фазы (рисунок 4.3.19 д, е). Обе фазы существуют в магниевых сплавах, содержащих РЗЭ и цинк [8]. Длинные пластины γ' -фазы (LPSO building blocks) представляют собой дефекты упаковки типа ABCA (рисунок 4.3.19 е) с высоким содержанием Y и Zn. В сплаве ВМЛ_оп γ' фаза содержится в малом количестве и расположена нерегулярно. Пересечений пластин γ' и β' фазы между собой не наблюдается, что было отмечено другими авторами [185]. Также после старения присутствуют короткие пластины, структура которых идентична структуре γ'' фазы [186]. Пластины γ'' фазы лежат в базисной плоскости, имеют чередование

плотнупакованных слоев типа АВА, но меньший период c (расстояние А-А), чем у α -Mg: 0,44 нм и 0,51 нм, соответственно (рисунок 4.3.19 д). Длина пластин γ'' составляет 15-20 нм, толщина – одна высота элементарной ячейки (два межплоскостных расстояния) [168].

Распад твердого раствора с выделением метастабильных фаз является основным механизмом упрочнения в сплавах системы Mg-PЗЭ. Однако в реальных сплавах всегда наблюдается структурная неоднородность, вызванная химической ликвацией и наличием границ зерен. После старения сплава ВМЛ_оп при 220 °С в течение 10 ч присутствуют скопления крупных пластин в объеме зерна и частицы на границах (рисунок 4.3.20 а, г, ж). Дифракционный анализ выявил, что эти пластины и частицы являются β_1 -фазой. Период кристаллической решетки несколько больше (f.c.c. $a = 0.72 - 0.74$ нм), чем у наноразмерной β_1 фазы (f.c.c. $a = 0.69 - 0.70$ нм). Ориентационные соотношения между β_1 пластинами и α -Mg (рисунок 4.3.15 в) могут быть записаны как:

$$\{111\}\beta_1 // \{110\}_\alpha \text{ and } \langle 110 \rangle \beta_1 // \langle 001 \rangle_\alpha; (4) \text{ (ORII)}$$

Или в эквивалентной записи: $\{112\}\beta_1 // \{100\}_\alpha \text{ and } \langle 110 \rangle \beta_1 // \langle 001 \rangle_\alpha; (4.1)$
(ORII).

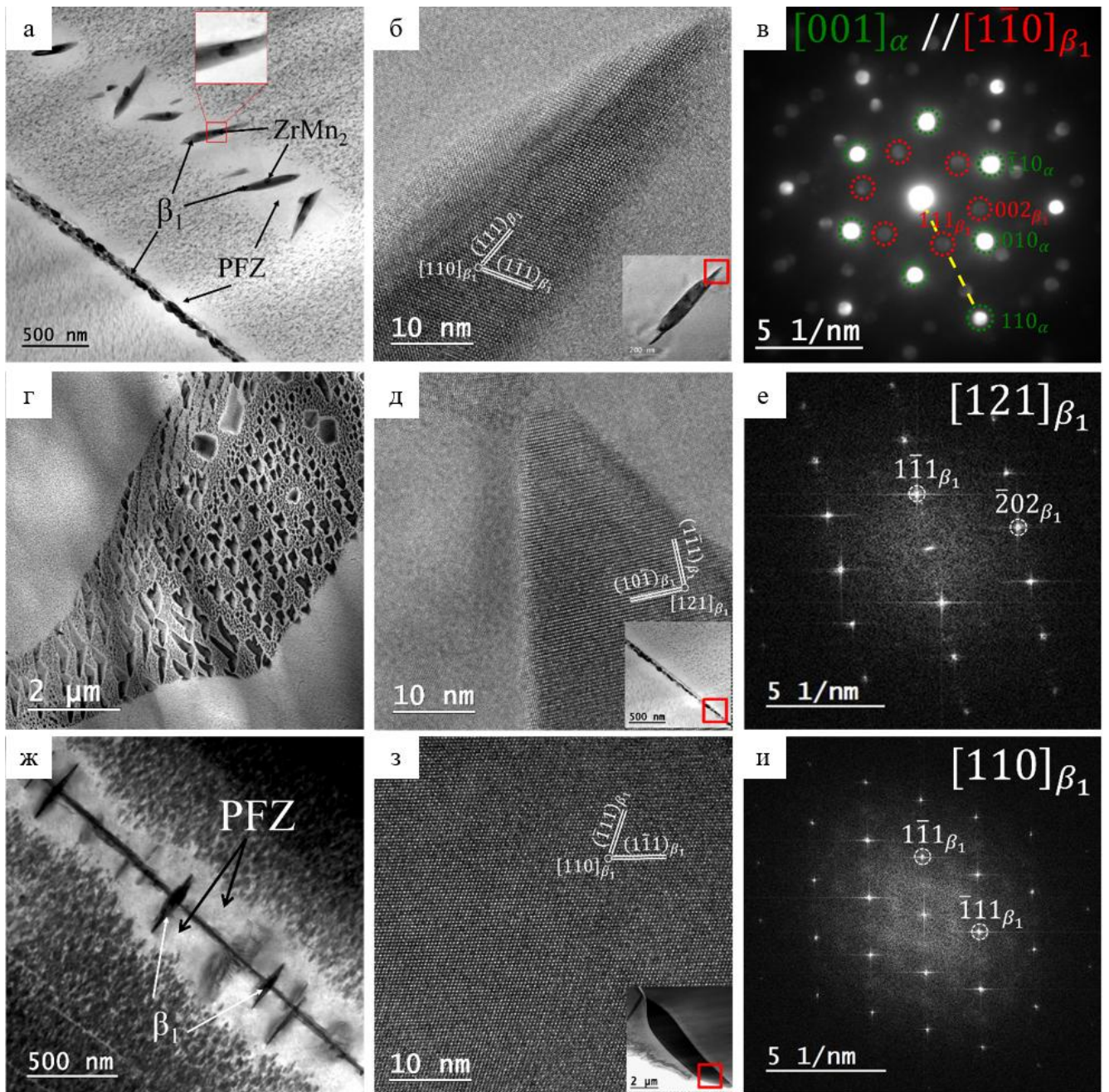


Рисунок 4.3.20. Фаза β_1 в сплаве ВМЛ_{оп} после старения при температуре 220 °С в течение 10 ч: (а) агломерация пластин β_1 , растущих на включениях $ZrMn_2$; (б) HRTEM пластин β_1 ; (в) сложная дифракционная картинка SAED вдоль $[001]_{\alpha}+[110]_{\beta_1}$; (г) Сетка частиц фазы β_1 на границе зерен (поверхность границы зерен, близкая к плоскости образца); (д), (е) HRTEM мелких частиц β_1 на границе зерен и соответствующая FFT; (ж) зона PFZ вблизи частиц на границе зерен; (з), (и) крупная частица β_1 на границе зерен и соответствующая FFT.

Из рисунка 4.3.20 а видно, что пластины β_1 фазы зарождаются гетерогенно на частицах, расположенных в центральной части пластин. Ранее [187] уже отмечался гетерогенный характер зарождения β_1 фазы на частицах Zn_2Zr_3 . В данном случае β_1 пластины зарождаются преимущественно на частицах $ZrMn_2$ (hcp $a = 0,51$ нм, $c = 0,83$ нм), которые образовались в результате попадания в сплав примеси марганца. Стоит отметить, что оба типа выделений β_1 фазы (наноразмерная и крупная) образовались в процессе старения при одних и тех же условиях (200 °С, 10 ч). Однако гетерогенный характер зарождения позволяет при той же температуре достичь размера β_1 пластин на два порядка больше, чем при гомогенном распаде (500 и 5 нм соответственно).

На границах зерен также наблюдается сплошная сетка частиц β_1 фазы двух размеров и форм: округлые 20 – 110 нм и double-plate 250 – 850 нм (рисунок 4.3.20 г). Образование сетки β_1 частиц приводит к обеднению приграничного слоя редкоземельными элементами и появлению зон свободных от выделений (ЗСВ) шириной 100 – 400 нм (рисунок 4.3.20 а, ж). Также ЗСВ наблюдаются вокруг β_1 пластин в теле зерна. Отметим, что крупные (до 10 мкм) сохраняют решетку β_1 фазы, а не превращаются в стабильную β фазу (рисунок 4.3.20 з, и). Средний состав пластинчатой β_1 фазы, как и крупных частиц на границе приблизительно одинаков: Mg-17Zn-13Nd-7Gd-2Y, что удовлетворяет стехиометрии β_1 -фазы $\sim(Mg,Zn)_3RE$. Несмотря на то, что ряд авторов утверждали о наличии β фазы на границах зерен уже после старения при 200 °С [188], в нашей работе [168] установлено, что пластины и зернограничные выделения имеют одну и ту же кристаллическую решетку и состав, соответствующий β_1 фазе.

После старения при 200 °С в сплаве ВМЛ_оп присутствуют несколько соединений с цирконием в виде частиц различной морфологии. Первый тип частиц - это неравномерно распределенные частицы размером до 5 мкм, хорошо видимые на небольших увеличениях (рисунок 4.3.21 а, б). Более детальное ТЕМ изучение показало, что каждая частица состоит из наноразмерных (30-100 нм) зерен с хаотичной ориентацией (рисунок 4.3.21 е). Согласно анализу кольцевой электронограммы (рисунок 4.3.21 д) параметры кристаллической решетки

(tetragonal $a = 0.76$ нм, $c = 0.69$ нм) согласуются с решеткой Zr_3Zn_2 [189]. Согласно ЭДС анализу (рисунок 4.3.21 г, д) состав фазы соответствует 55,6Zr-37,9Zn-6,5Mg в ат. %. Соотношение Zr:Zn = 1,47, что также соответствует соединению Zr_3Zn_2 (Zr:Zn = 1,5).

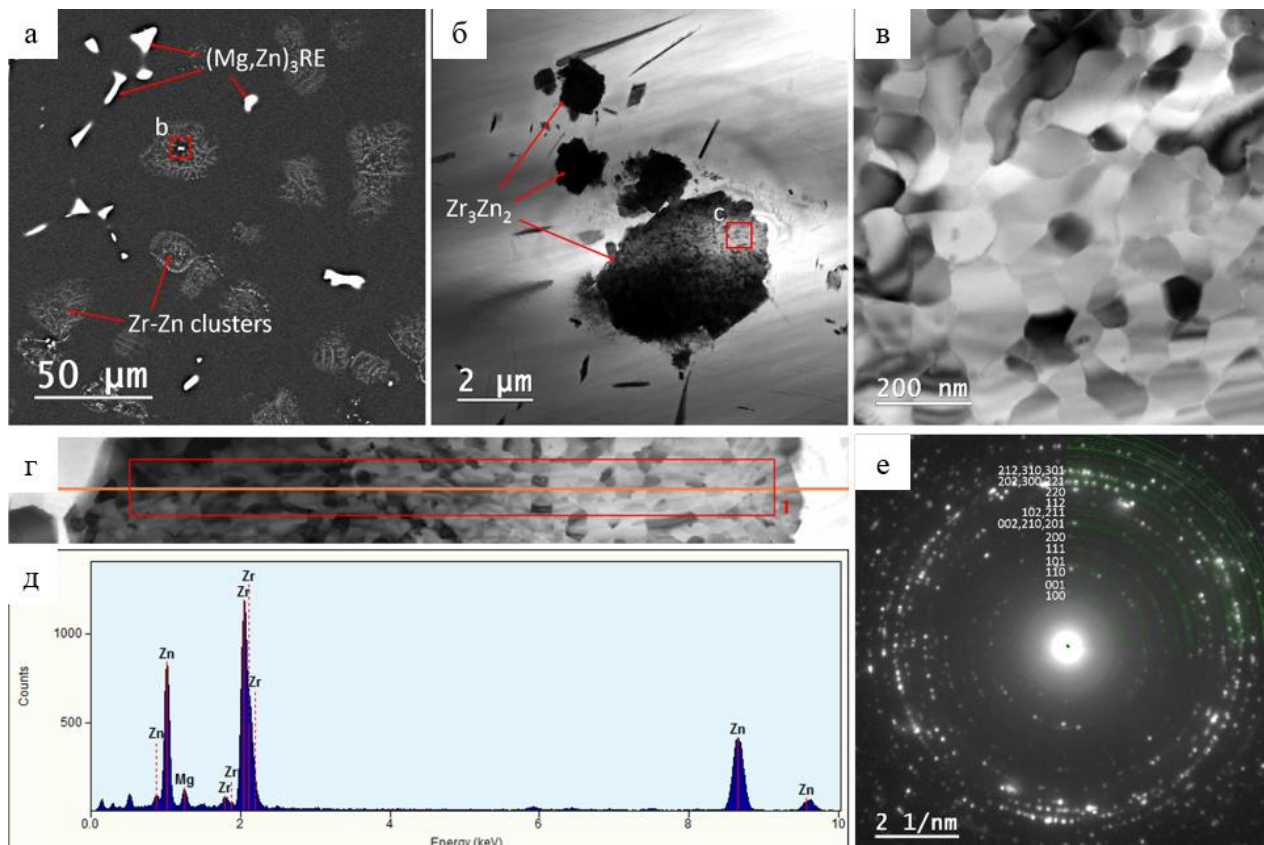


Рисунок 4.3.21. Глобулярные частицы фазы Zr_3Zn_2 в сплаве ВМЛ_оп: (а) SEM изображение; (б) STEM изображение; (в) внутренняя структура глобулярных частиц; (г), (д) ROI и EDS спектры Zr_3Zn_2 ; (е) SAED картина электронов вблизи кольца

Второй тип частиц (Рисунок 4.3.22) обладает стержневидной формой с длиной от 0,8 – 1,8 мкм и толщиной 15 – 20 нм (40:1 – 120:1). Анализ электронограмм в сходящемся пучке (СВЭД) выявил, что стержневидные частицы обладают разной кристаллической решеткой. Первые из них имеют тетрагональную примитивную решетку с параметрами $a = 0.79$ нм, $c = 0.72$ нм (рисунок 4.3.22 в-д) и средний состав 52,3Zr-41,0Zn-6,8Mg в ат. %. Параметры решетки и соотношение Zr:Zn = 1,44 соответствуют соединению Zr_3Zn_2 . Выделения Zr_3Zn_2 стержневидной формы были подробно изучены ранее рядом автором [187, 190, 191].

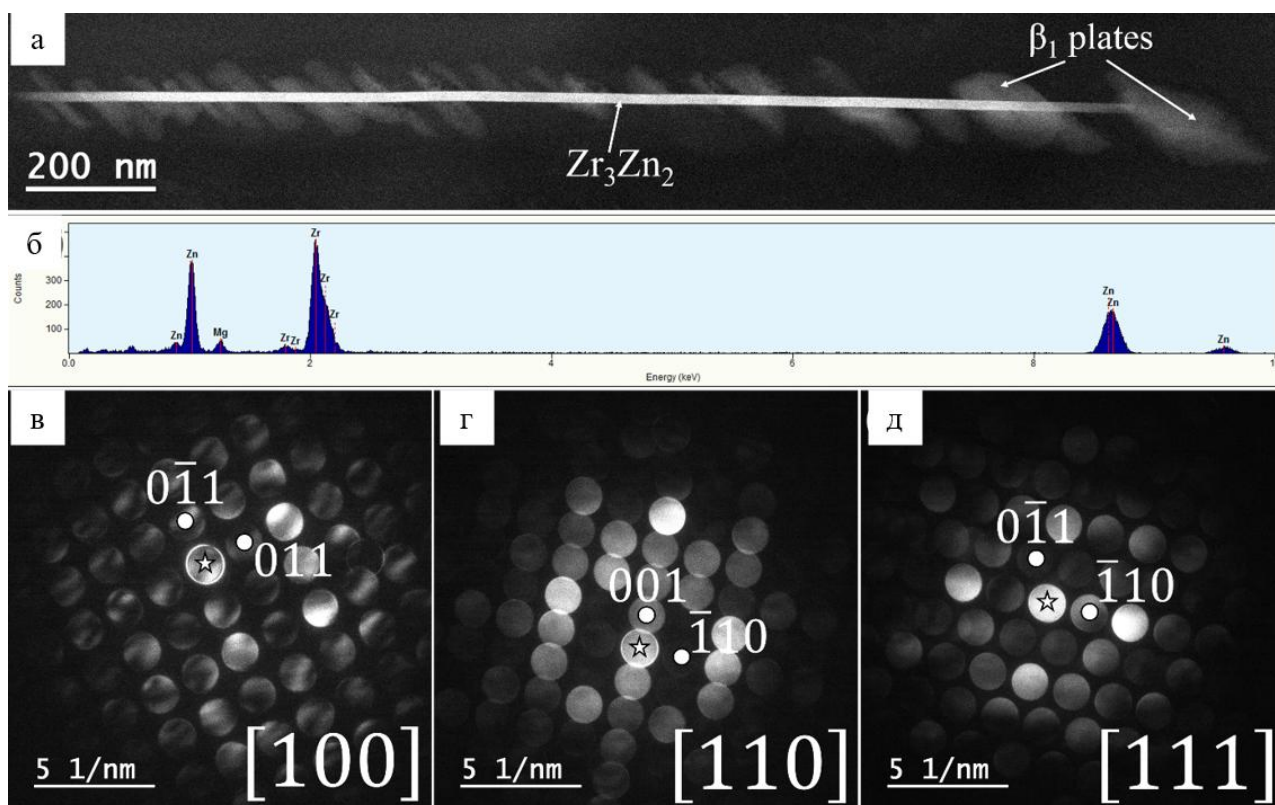


Рисунок 4.3.22. Стержневидные включения Zr_2Zn в сплаве ВМЛ_оп: (а) HAADF-STEM изображение; (б) EDS спектр; (в)-(д) дифракционные картины CBED, параллельные осям $[100]$, $[110]$ и $[111]$.

Второй тип стержневидных частиц (рисунок 4.3.23) имеет средний состав $65Zr-30Zn-5Mg$. Согласно нескольким EDS измерениям значение отношения $Zr:Zn$ лежит в диапазоне от 1,9 до 2,3, что относительно близко соответствует стехиометрии соединения Zr_2Zn . Поэтому далее этот тип стержневидных выделений обозначен как Zr_2Zn . Для расшифровки кристаллической структуры была отснята серия электронограмм в сходящемся пучке и составлена ориентационная карта (рисунок 4.3.24). Согласно анализу CBED стержневидные выделения Zr_2Zn имеют тетрагональную объемно-центрированную кристаллическую решетку с параметрами $a = 0.70$ нм, $c = 0.55$ нм. Известна другая модификация соединения Zr_2Zn с тетрагональной решеткой ($I4/mmm$, $a = 0.33$ нм, $c = 1,13$ нм) [192, 193], параметры которой значительно отличаются от тех, что определены в настоящем исследовании.

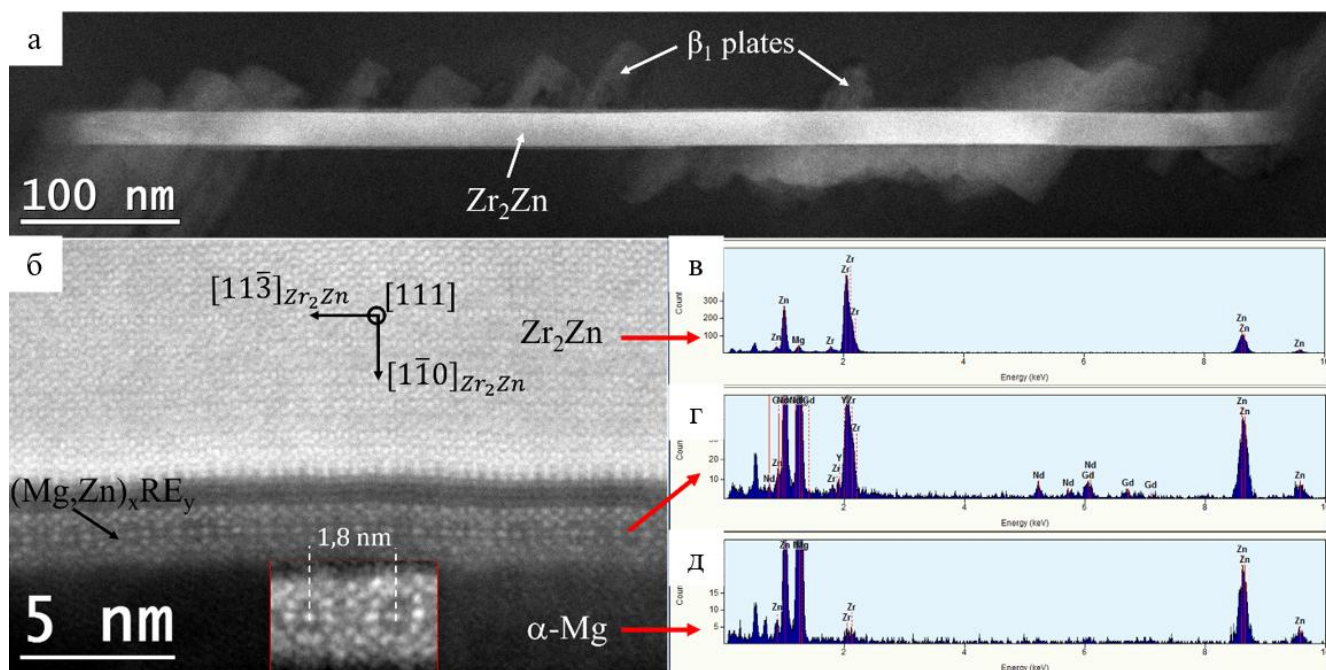


Рисунок 4.3.23 Стержневидные Zr_2Zn в сплаве ВМЛ_оп: (а) HAADF-STEM изображение; (б) увеличенная область границы раздела между Zr_2Zn и α -Mg с фазой, обогащенной РЗЭ; (в)-(д) EDS спектры Zr_2Zn , фазы, обогащенной РЗЭ, и α -Mg

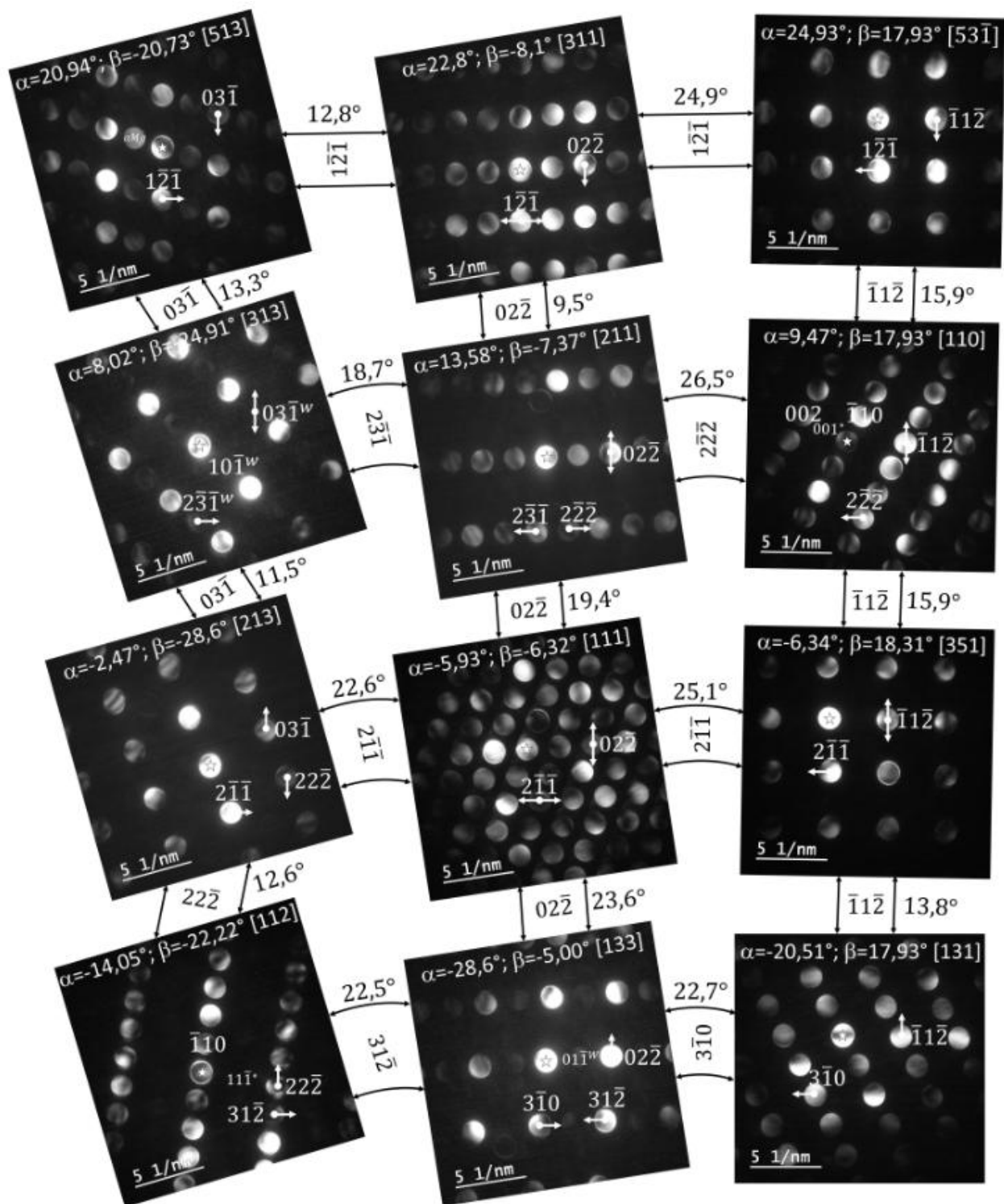


Рисунок 4.3.24 СВЭД карта новых стержневидных Zr_2Zn . Стрелками указаны отражения, которые остаются на соседних участках СВЭД. Повороты некоторых изображений вызваны геометрией держателя образца с двойным наклоном.

Каждая пара соседних электронограмм имеет общее направление hkl , которое сохраняется при развороте на указанный угол. Эти углы соответствуют углам между направлениями $[uvw]$, осями зон, в тетрагональной решетке с параметрами $a = 0.70$ нм, $c = 0.55$ нм. На части электронограмм присутствуют систематические полные погасания, отмеченные как hkl^* . Обозначение hkl^w соответствует слабым рефлексам. Все присутствующие отражения удовлетворяют правилу $h+k+l=2n$, что соответствует объемноцентрированной ячейке Бравэ (tI) [194]. Соответственно все отражения $h+k+l \neq 2n$ на электронограммах отсутствуют. Определение пространственной группы соединения Zr_2Zn не входило в задачи этой работы и является предметом отдельного исследования.

Третий тип соединений $ZrMn_2$ (hcp $a = 0,51$ нм, $c = 0,83$ нм) (рисунок 4.3.25) уже был упомянут в предыдущем разделе. Состав согласно EDX – 55Mn-27Zr-14,5Mg-2Zn-1,5Al (Mn:Zr = 2:1). Несмотря на повышенное содержание Mg из-за перекрытия с α матрицей (рисунок 4.4.25 г), параметры решетки и соотношение Mn:Zr соответствуют соединению $ZrMn_2$ [195]. Размеры частиц не превышают 100 нм, и присутствуют как внутри зерна, так и на границе зерен. Частицы $ZrMn_2$, как и стержневидные выделения Zr-Zn, являются центрами зарождения и активного роста пластин β_1 фазы.

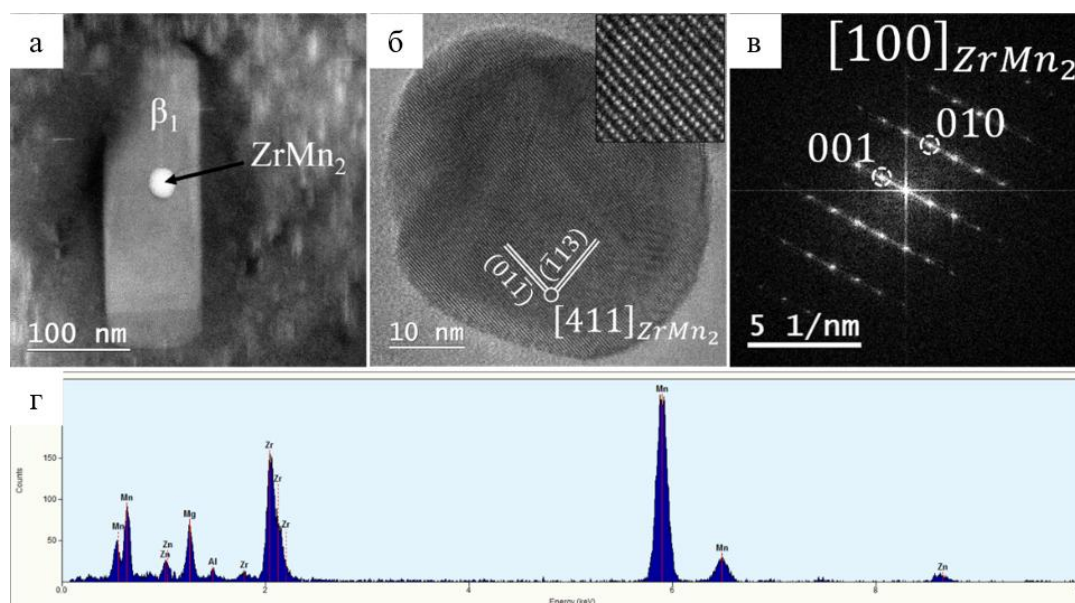


Рисунок 4.3.25. Частицы $ZrMn_2$ в сплаве ВМЛ_оп: (а) HAADF-STEM изображение; (б) HRTEM изображение; (в) FFT изображение вдоль оси $[100]$; (г) EDS спектр

Более детальные исследования HAADF STEM выявили не только наличие β_1 пластин вдоль границ α -Mg/ Zr_3Zn_2 (or Zr_2Zn), что наблюдали ранее [187], но и новую ранее не изученную фазу. Вдоль границ стержневидных выделений второго типа (Zr_2Zn) наблюдается упорядоченная структура шириной 2 нм, отделенная от Zr_2Zn тремя плоскостями твердого раствора α -Mg (рисунок 4.3.23 б). Согласно EDS анализу эта структура образована атомами Gd, Nd и Y (рисунок 4.3.23 г). Кристаллическая решетка имеет периодичность 1,8 нм вдоль направления $[113]_{Zr_2Zn}$

Общий фазовый состав сплава ВМЛ_оп приведен в таблице 4.3.11.

Таблица 4.3.11. Фазовый состав сплава ВМЛ_оп, характерный для термической обработки со старением при температуре 220 °С в течение 10 часов.

№	Фаза	Кристаллическая решетка	Параметры решетки	Примечание
1	α -Mg	Гексагональная	$a = 0.321 - 0.327$ нм, $c = 0.51$ нм	Твердый раствор
2	β_H	Гексагональная	$a = 0.323$ нм, $c = 0.51$ нм	Гексагоны (агломераты атомов РЗЭ)
3	β''	Гексагональная	$a = 0.32$ нм, $c = 0.51$ нм	Следы
4	β_T	cbco	$a = 0.65$ нм, $b = 3.32$ нм, $c = 0.51$ нм	Преобладающая
5	β'	cbco	$a = 0.66$ нм, $b = 2.22$ нм, $c = 0.51$ нм	Преобладающая
6	β_1	f.c.c.	$a = 0.69 - 0.70$ нм / $0.72 - 0.74$ нм	Метастабильная (наноразмерные/ крупные выделения)
7	γ''	Гексагональная	$a - n/d$, $c = 0.44$ нм	Короткие пластины
8	γ'	Гексагональная	Дефекты упаковки типа ABCA	Длинные пластины (единичный блок LPSO)
9	LPSO	-	-	Наноразмерные пластины, содержащие различное количество слоев, обогащенных иттрием и цинком
10	Zr_3Zn_2	Тетрагональная	$a = 0.79$ нм, $c = 0.72$ нм	Центры гетерогенного зарождения β_1 фазы
11	Zr_2Zn	Тетрагональная	$a = 0.70$ нм, $c = 0.55$ нм	
12	$ZrMn_2$	Гексагональная	$a = 0.51$ нм, $c = 0.83$ нм	

Общий вид метастабильных выделений в сплаве ВМЛ_оп характерен для сплавов магния с низкой концентрацией РЗЭ. В настоящем исследовании (РЗЭ = 7,2 масс. %) и в работах [196, 197] (РЗЭ < 7.5 масс. %) выделения представлены в основном направленными стержнями β_T фазы. В работе [189] (РЗЭ = 9,5 масс. %) преобладающей фазой становится β' фаза линзовидной формы. При еще большей концентрации РЗЭ [198-202] (РЗЭ > 13 масс. %) частицы β' фазы приобретают еще более округлые формы, могут объединяться в цепочки, соединенные фазами β_1 или β'_T , появляются «протрузии» β_T фазы. В целом метастабильная фаза высоколегированных сплавов представлена более оформленными и крупными выделениями.

Согласно полученным результатам первой фазой (не считая β_H), выделяющейся из твердого раствора, является β_T ($Mg_5PZЭ$) фаза. Это согласуется с работой [192] (РЗЭ = 7,5 масс. %), в которой после старения 200 °С, 16 ч наблюдалась только β_T фаза. Далее за счет обогащения атомами РЗЭ происходит образование утолщений из β_1 ($Mg_3PZЭ$) фазы. Как следствие в структуре сплава ВМЛ_оп часто наблюдаются сложные частицы с границами β_T/β_1 ($Mg_5PZЭ/Mg_3PZЭ$). Границы β'/β_1 ($Mg_7PZЭ/Mg_3PZЭ$) – также часто наблюдаемая структурная единица [185,203]. Такие границы формируются как результат образования β_1 перемычек между двумя пластинами β' фазы. В структуре могли бы присутствовать границы β'/β_T , как, например, в работе [203, 204]. Однако границы β'/β_T в нашей работе наблюдались крайне редко. Поэтому в данном случае нельзя однозначно говорить, в каком промежутке времени происходит зарождение β' фазы, последовательно с β_1 или параллельно.

Разнообразие комбинаций метастабильных фаз сплавах Mg-РЗЭ довольно велико, что заставляет исследователей составлять различные последовательности превращений [205-207]. В действительности фазовый состав и сочетание фаз намного разнообразнее предлагаемых условных последовательностей.

Отдельное внимание стоит уделить ориентационным соотношениям между β_1 фазой и α -Mg. В метастабильной виде β_1 фаза ориентирована в α -Mg согласно ORI: $\{001\}_{\beta_1} // \{110\}_{\alpha}$ and $\langle 110 \rangle_{\beta_1} // \langle 001 \rangle_{\alpha}$ (рисунок 4.3.18 а, е). Подобные OR для β_1/α -Mg ранее не наблюдались, однако Du [185] приводит атомную модель образования β_1 фазы в α -Mg, согласно которой взаимное положение решеток β_1 и α -Mg в точности удовлетворяет ORI. При этом в своем эксперименте авторы наблюдали расположение β_1 фазы согласно ORII ($\{111\}_{\beta_1} // \{110\}_{\alpha}$ and $\langle 110 \rangle_{\beta_1} // \langle 001 \rangle_{\alpha}$), а не ORI. В сплаве ВМЛ_оп наблюдается β_1 фаза, ориентированная в α -Mg таким образом, как если бы она только что образовалась в твердом растворе α -Mg. Вероятно, что это различие в наблюдательных данных связано с содержанием РЗЭ в сплаве. В сплавах с большим содержанием РЗЭ β_1 фаза быстрее теряет когерентность с α матрицей, что сопровождается ее разворотом на $\pm 5^\circ$ и переходу от ORI к ORII. В сплаве ВМЛ_оп, содержание РЗЭ не столь велико (7,2 масс. %), что позволяет зафиксировать β_1 фазу в изначальном положении относительно α -Mg.

Подобную разницу ориентаций можно наблюдать и в сплаве ВМЛ_оп для метастабильной (ORI) и сформированной пластинчатой (ORII) β_1 фазы (рисунок 4.3.18 е, 4.3.20 в). Вероятной причиной изменения ОС в процессе роста является разный состав. Разница в параметре решеток наноразмерной ($a = 0.69 - 0.70$ нм) и пластинчатой ($a = 0.72 - 0.74$ нм) β_1 фазы обусловлена большим содержанием РЗЭ в пластинчатой β_1 фазе. Изменения параметра решетки β_1 фазы определяют несоответствие решеток β_1 и α -Mg. В процессе роста β_1 фазы и увеличения периода решетки происходит разворот β_1 фазы относительно матрицы α -Mg на $\pm 5^\circ$ вокруг направления $\langle 110 \rangle_{\beta_1} // \langle 001 \rangle_{\alpha}$, как показано на рис. 4.3.26. Разворот происходит до совмещения плоскостей $\{111\}_{\beta_1}$ с одной из плоскостей $\{110\}_{\alpha}$ (или $\{112\}_{\beta_1}$ до $\{100\}_{\alpha}$ в эквивалентной записи).

Согласно ORI β_1 фаза имеет три эквивалентные ориентации в решетке α -Mg. При переходе от ORI к ORII происходит удвоение количества ориентаций пластин β_1 фазы в решетке α -Mg. Это удвоение обусловлено несоответствием углов между парами эквивалентных плоскостей в каждой решетке: $70,5^\circ$ между двумя

плоскостями $\{111\}_{\beta_1}$ и 60° между двумя плоскостями $\{110\}_{\alpha}$ (рисунок 4.3.26). Таким образом, в процессе роста и изменения параметра β_1 фазы каждая ориентация (ORI) разбивается на две (ORII), что приводит к образованию 6 эквивалентных ориентаций пластин в α -Mg. Раздвоение ориентаций β_1 фазы уже отмечалось ранее в работе [208], однако ORI $\{001\}_{\beta_1} // \{110\}_{\alpha}$ and $\langle 110 \rangle_{\beta_1} // \langle 001 \rangle_{\alpha}$ на начальной стадии роста β_1 фазы ранее освещены не были.

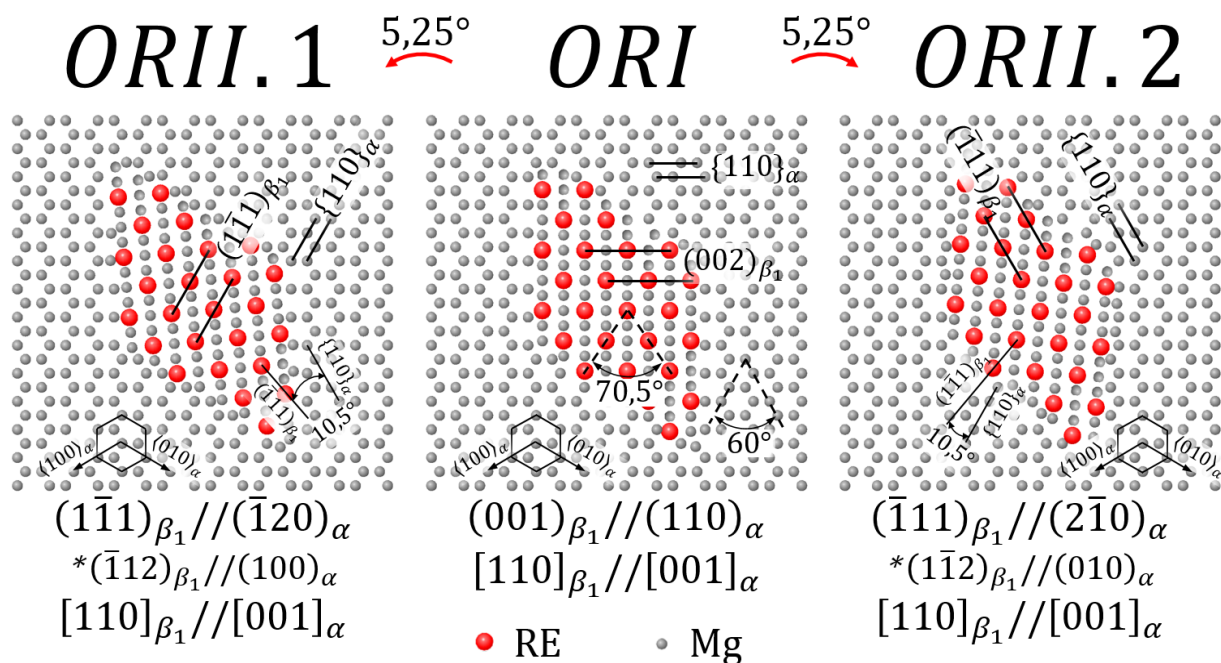


Рисунок 4.3.26. Модель атомарной структуры фазы β_1 внутри α -Mg в соответствии с ORI и ORII. Направление $[001]_{\alpha}$ перпендикулярно плоскости изображения

Присутствие крупных выделений β_1 фазы является неоднозначным с точки зрения влияния на механические свойства. С одной стороны, зернограничные выделения могут реализовать дополнительный механизм упрочнения по границам зерен. С другой стороны, формирование ЗСВ (PFZ) является признанным фактором разупрочнения твердого раствора, в т.ч. вблизи границ зерен. Одним из путей устранения крупных включений Mg_3RE может быть повышение температуры отжига, что позволит полностью растворить зернограничные выделения. Также необходимо соблюдать высокую чистоту исходных лигатур для того, чтобы избежать выделения соединений с примесями типа $ZrMn_2$, которые провоцируют ускоренный рост β_1 пластин и обеднение твердого раствора.

Фазовое многообразие сплавов систем Mg-PЗЭ-Zn-Zr помимо прочего обусловлено интерметаллидами циркония, который имеет малую растворимость (менее 0,2 ат. %) в твердом растворе α -Mg [209]. Интересно, что в большинстве работ соединение Zr_3Zn_2 (тетрагональная $a = 0.76$ нм, $c = 0.68$ нм) [187, 191] представлено стержневидными частицами в составе скоплений. В настоящем исследовании, соединение Zr_3Zn_2 образуется в сплаве ВМЛ_оп как в виде крупных частиц округлой формы (рисунок 4.3.21), так и в виде длинных стержней (рисунок 4.3.22). При этом параметры решеток стержневидных и крупных сферических частиц имеют различие в 5 %.

Также обнаружены стержневидные выделения Zr_2Zn (рисунок 4.3.18, рисунок 4.4.19) с ранее не наблюдавшейся кристаллической решеткой с параметрами $a = 0.70$ нм, $c = 0.55$ нм. В работе [210] в сплаве Mg-1,2Zn-0,09Zr-0,18Ce была обнаружена фаза Zr_2Al (пространственная группа № 140, тип $CuAl_2$) с подобной решеткой – тетрагональная, $a = 0.68$ нм, $c = 0.55$ нм. Авторы сделали предположение, что цирконий образует соединение с примесью алюминия. В нашей работе методами EDX и CBED мы показали, что цирконий может образовывать подобное соединение с цинком. Очевидно, что существование стержневидных частиц в двух кристаллических решетках обусловлено различным соотношением Zr:Zn – 1,5 для Zr_3Zn_2 и 2,0 для Zr_2Zn . Дальнейший анализ может быть посвящен определению пространственной группы соединения Zr_2Zn и уточнению его стехиометрии.

4.4 Экспериментальные исследования структуры и свойств сплава ВМЛ_оп при пережоге

При изготовлении магниевых сплавов, легированных редкоземельными элементами, особую актуальность приобретает вопрос устойчивости структуры и свойств к отклонениям технологических параметров, в первую очередь приводящих к явлениям пережога. Пережог сопровождается интенсификацией окислительных и диффузионных процессов, выгоранием легирующих

компонентов, изменением морфологии вторичных фаз и деградацией структуры, напрямую влияя на характеристики материала.

Для понимания поведения сплав ВМЛ_оп был подвергнут пережогу путем увеличения температуры нагрева под закалку до 540 и 560 °С и выдержке в течение 20 часов. Как видно из рисунка 4.4.1 структура для данного состояния представляет собой ярко выраженные зерна с расположенной по их границам в виде каркаса фазы $Mg_3(Zn, PЗЭ)$. Утолщенные границы зерен, увеличенные размеры и количество фазы являются подтверждением пережога.

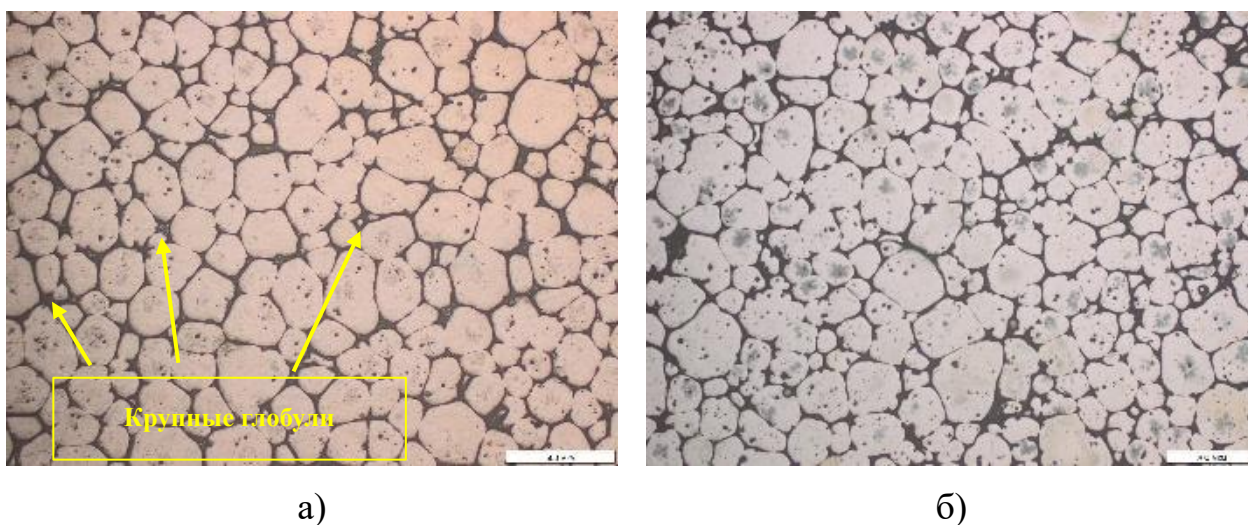
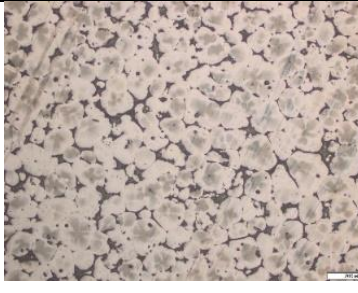
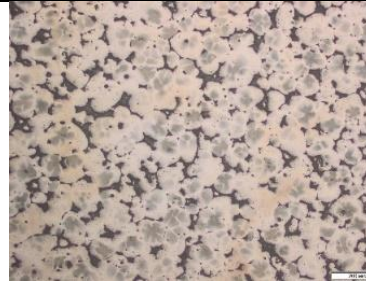


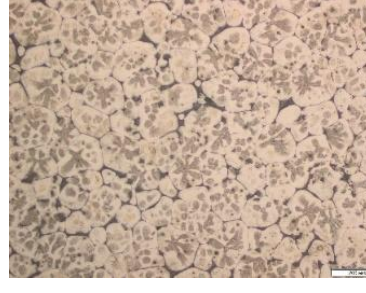




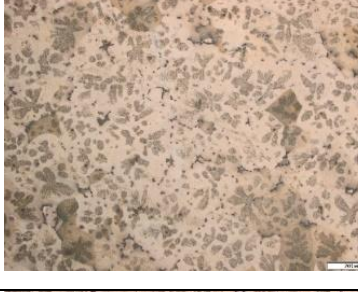


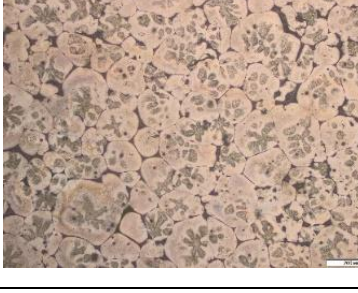


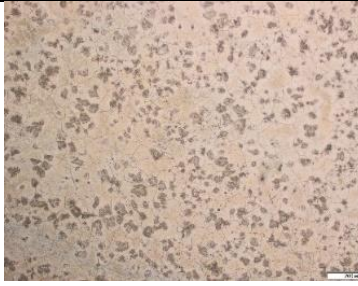

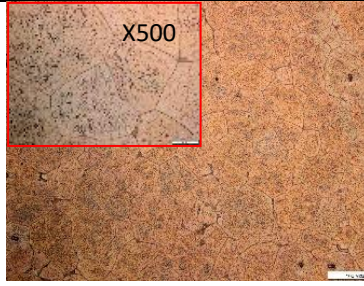


Рисунок 4.4.1. Микроструктура образца из сплава ВМЛ_оп, пережженного при термической обработке при температурах 540 °С (а) и 560 °С (б) в течение 20 часов

После проведения первого этапа термической обработки образцы, подвергнутые пережогу, искусственно старились при температурах 200, 250 и 300 °С с выдержкой 1, 5, 10, 25, 50 и 100 часов. В таблице 4.4.1 приведены результаты исследования микроструктуры оптическим методом.

Таблица 4.4.1. Сравнительная микроструктура пережженного при температуре 560 °С сплава ВМЛ_оп, подвергнутого различным режимам старения

Время старения	Температура старения		
	200	250	300
1			
5			
10			
25			
50			

Время старения	Температура старения		
	200	250	300
100			

Так как распад пересыщенного твердого раствора является диффузионным процессом, то степень распада, тип выделений, их дисперсность и форма зависят от температуры и продолжительности старения, также, как и от природы сплава, химического состава и примесей, что видно из представленных в таблице 4.4.1 микроструктур. Присутствие фазы $Mg_3(Zn, PЗЭ)$ характерно для температур 200 и 250 °С и связано с остаточным эффектом первоначального пережога, протекающие диффузионные процессы и фазовые превращения обеспечивают распад этой фазы только по прошествии длительного времени (100 часов). Однако, при воздействии температуры 300 °С диффузионные процессы и фазовые превращения протекают быстрее, что обуславливает растворение фазы $Mg_3(Zn, PЗЭ)$ уже после 5 часов выдержки. После 50 часов выдержки методом оптической микроскопии при большом увеличении становятся видны пластины стабильной фазы $Mg_5(Zn, PЗЭ)$, наблюдаемые ранее только при исследованиях просвечивающей микроскопии.

Полученная методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) кривая (рисунок 4.4.2) подтвердила, что выделение стабильной фазы начинается при температуре 297 °С.



Рисунок 4.4.2. Кривые изменения ДСК сигнала закаленного образца

Структурные изменения прямым образом влияют на прочностные характеристики. В таблице 4.4.2 приведены результаты исследований временного сопротивления, предела текучести и относительного удлинения.

Таблица 4.4.2 Результаты прочностных свойств пережженного сплава ВМЛ_оп, подвергнутого различным режимам старения

Параметры старения		Наименование характеристики (среднее значение)		
Температура	Время	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
200	5	226,0	174,5	3,75
	10	210,0	193,5	0,60
	25	206,5	179,5	1,65
	50	203,5	101,0	0,25
	100	258,0	0,0	0,00
250	5	184,0	151,0	0,70
	10	185,5	92,0	0,40
	25	213,5	181,5	0,35
	50	198,0	181,5	0,70
	100	189,5	177,5	0,30
300	5	202,5	164,0	3,40
	10	190,0	160,5	2,30
	25	203,5	160,5	3,85
	50	194,5	159,5	3,95
	100	196,5	158,5	3,40

Анализ полученных результатов показал, что временное сопротивление (рисунок 4.4.3) для всех параметров старения снижается относительно нормальных значений (300 МПа) на 32 % и составляет 205 МПа (среднее значение), при этом пиковые значения данной характеристики соответствуют пиковым значениям твердости, представленным на рисунке 4.4.4

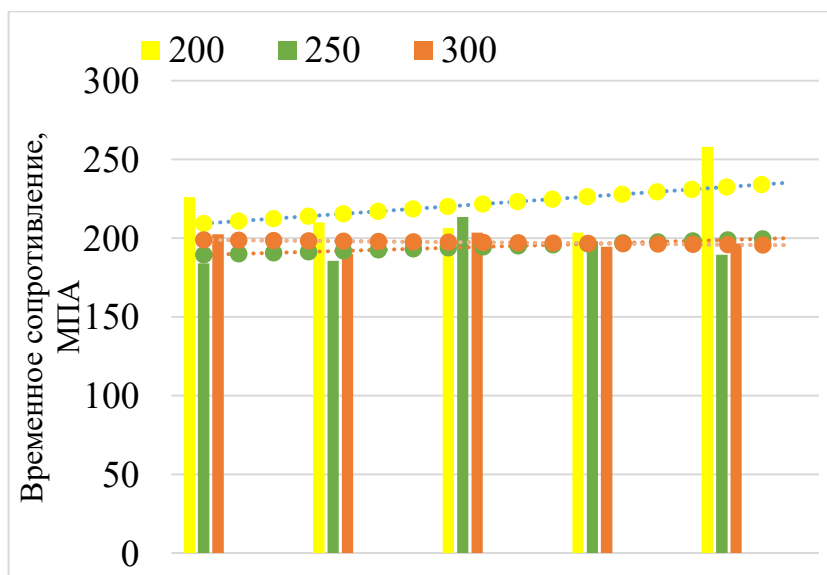


Рисунок 4.4.3. Сравнительные показатели временного сопротивления пережженного сплава ВМЛ_оп, подвергнутого различным режимам старения

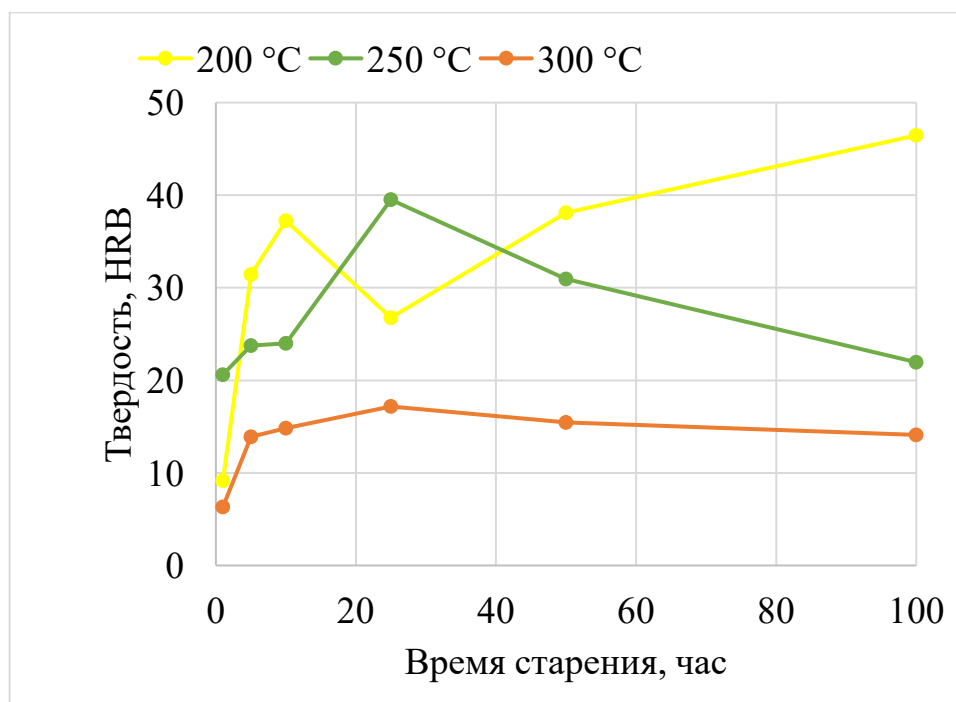


Рисунок 4.4.4. Сравнительные показатели твердости пережженного сплава ВМЛ_оп, подвергнутого различным режимам старения

Снижение предела текучести (рисунок 4.4.5) относительно нормальных значений (190 МПа) составляет 22 % (150 МПа (среднее значение)). Отмечено, что для температуры старения 200 °С снижение данной характеристики происходит вплоть до 100 часов. Для температур 250 и 300 °С характерна стабильность показателей на протяжении всего процесса старения от 1 до 100 часов.

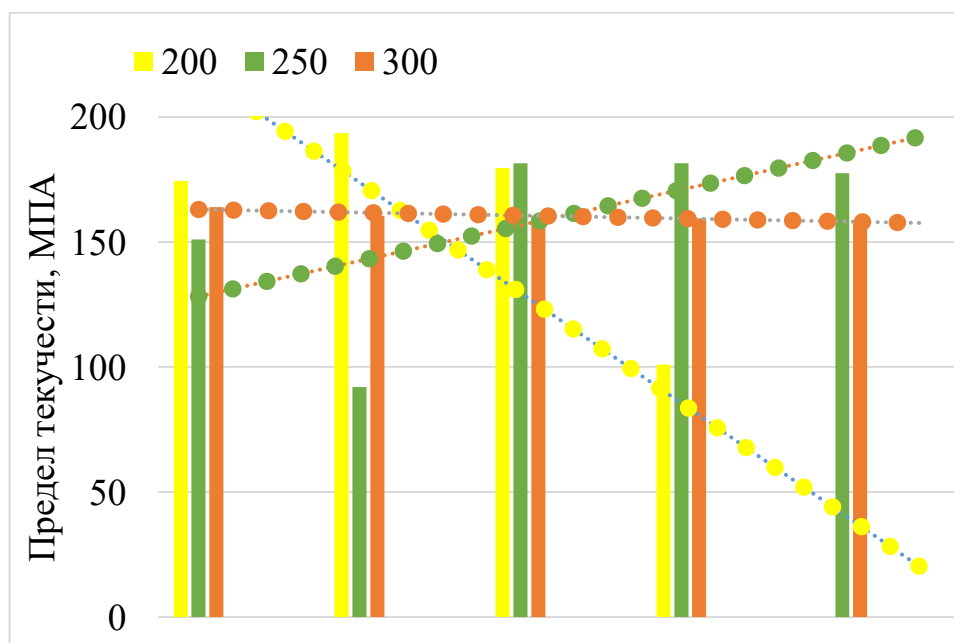


Рисунок 4.4.5. Сравнительные показатели предела текучести пережженного сплава ВМЛ_оп, подвергнутого различным режимам старения

Анализ результатов испытаний относительного удлинения (рисунок 4.4.6) показал, что старение пережженных образцов при температурах 200 и 250 °С не позволяет достичь даже минимально допустимого (2 %) значения характеристики, исключение составляет старение при температуре 200 °С в течение 5 часов, что обусловлено полученной структурой, характерной для закаленного состояния, когда эвтектическая составляющая растворена в твердом растворе, а процессы распада твердого раствора еще не успели начаться. Соответствие данной характеристики установлено для старения при температуре 300 °С. Заметное охрупчивание материала является следствием пережога.

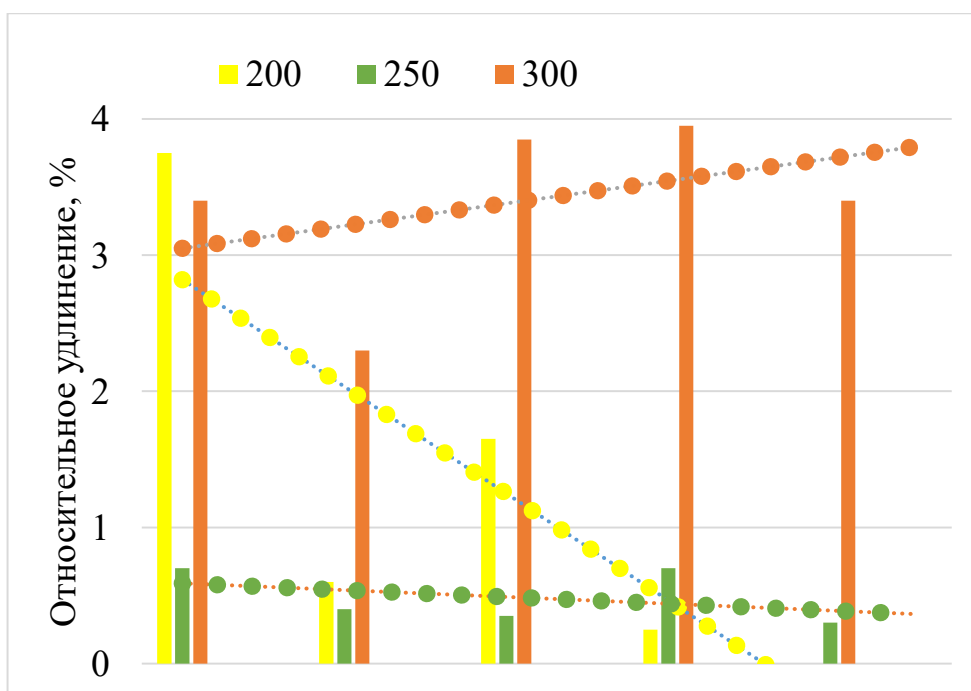


Рисунок 4.4.6. Сравнительные показатели относительного удлинения пережженного сплава ВМЛ_оп, подвергнутого различным режимам старения

Проведенные исследования [211] показали, что превышение оптимального температурного интервала закалки (пережог при 540-560 °С с длительной выдержкой) приводит к принципиальному изменению структурно-фазового состояния сплава. Пережог сопровождается интенсивной диффузией легирующих элементов и формированием грубых интерметаллидных фаз $Mg_3(Zn, PЗЭ)$, локализованных преимущественно по границам зерен в виде непрерывного каркаса, приводя к утолщению границ и деградации дисперсной упрочняющей структуры. Установлено, что последующее искусственное старение при температурах 200 и 250 °С не обеспечивает восстановления исходного структурного состояния и сопровождается выраженным снижением прочностных и пластических характеристик. Лишь при старении при 300 °С наблюдается частичное перераспределение легирующих элементов и формирование более стабильной пластинчатой фазы $Mg_5(Zn, PЗЭ)$, однако даже в этом случае комплекс механических свойств остается существенно ниже уровня, достигаемого при оптимальных режимах термической обработки. Полученные результаты свидетельствуют о необратимом характере структурных превращений при

пережоге и подчеркивают критическую роль строгого соблюдения температурно-временных параметров термической обработки для реализации установленных механизмов упрочнения.

4.5 Оценка поведения сплава ВМЛ_оп при проведении огневых испытаний

В продолжение исследований структурно-фазового состояния и жаропрочных характеристик проведена оценка огнестойкости сплава ВМЛ_оп.

Одним из факторов, ограничивающих применение магниевых сплавов в авиационной технике, является их склонность к воспламенению. Несмотря на сравнительно невысокую теплоту сгорания магния (25 кДж/г) по сравнению с алюминием (31,087 кДж/г), в реальных условиях пожара алюминиевые изделия, как правило, лишь плавятся, тогда как магниевые способны инициировать интенсивное горение с формированием очага температурой свыше 2500 °С. Причина такого различия заключается в особенностях строения оксидных пленок. Оксид алюминия формирует плотный барьерный слой, препятствующий дальнейшему окислению металла. Оксид магния, напротив, имеет рыхлую и газопроницаемую структуру, облегчающую доступ кислорода к металлической основе и способствующую развитию реакции [212, 213].

Повышение устойчивости к воздействию пламени магниевых сплавов достигается двумя основными путями:

1. формированием защитных покрытий;
2. легированием элементами, способными образовывать более стабильные оксиды (кальций, редкоземельные элементы и др.).

Например, на протяжении длительного времени применение магниевых сплавов в пассажирских кабинах воздушных судов находилось под запретом. Техническим стандартом TSO C127 предусматривалось только применение материалов, соответствующих требованиям AS 8049, разработанного Международным обществом автомобильных инженеров, пунктом 3.3.3 которого регламентировался запрет на применение магниевых сплавов. При этом под

магниевыми сплавами понимались твёрдые материалы, содержащие не менее 10 % магния [17-21, 233].

Для оценки поведения магниевых сплавов в условиях воздействия пламени были разработаны лабораторные методики проведения испытаний, включенные в разделы №№ 25 и 26 Справочника по методам огневых испытаний авиационных, которые показали, что новые сплавы, содержащие редкоземельные элементы являются пожаробезопасными. Этот вывод был подтвержден и выполненными натурными огневыми испытаниями отсека фюзеляжа самолета [см.13/52]. По результатам проведенных исследований в AS 8049 были внесены изменения, регламентирующие возможность применения магниевых сплавов в пассажирских салонах. Особенностью и недостатком разработанного метода огневых испытаний можно считать необходимость использования крупногабаритной установки, включающей мощную керосиновую горелку, схема которой приведена на рисунке 4.5.1 [22, 233].

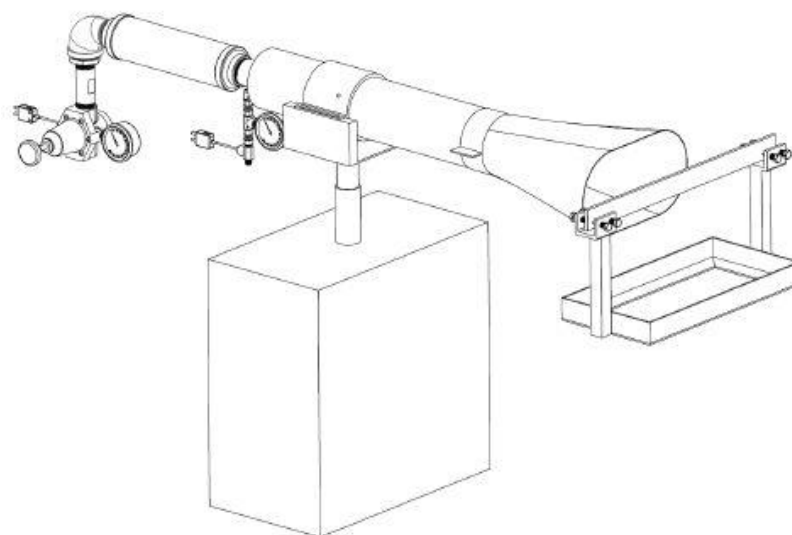


Рисунок 4.5.1. Схема испытательного оборудования для проведения огневых испытаний магниевых сплавов при воздействии пламени керосиновой горелки [18, 233]

Для проведения испытаний используются образцы длиной ~ 505-510 мм, высотой ~35-40 мм, толщиной ~ 6 мм, на которые воздействует пламя температурой $927\pm 55^{\circ}\text{C}$ в течение 4 минут. Согласно требованиям пожарной безопасности, воспламенение образцов не должно происходить ранее чем через 2 минуты после начала испытания, а потеря массы по его завершении не должна превышать 10 %.

Как отмечено выше, недостатком данного метода является необходимость использования крупногабаритных образцов и оборудования, которое необходимо размещать в отдельном специально оборудованном помещении, предпочтительно размещенного в отдельно стоящем здании, что ограничивают возможность и экономические издержки при оценке огневых характеристик магниевых сплавов в рамках экспериментальных и поисковых работ.

С целью исключения выявленных недостатков Корпорацией Airbus была предложена малоразмерная методика испытаний, предполагающая применение горелки Теклю с температурой пламени около $1\ 100^{\circ}\text{C}$ (рис. 4.5.2) [214, 233].



Рис.4.5.2. Малоразмерный стенд для проведения огневых испытаний на воспламеняемость образцов магниевых сплавов [214, 233]

Поскольку исследуемый образец размещается на стальной подложке, к тыльной стороне которой подводится пламя газовой горелки, непосредственный контакт материала с пламенем отсутствует, в связи с чем ограничивается возможность полноценной оценки поведения материала в условиях огневого воздействия открытого пламени с температурой $1\ 100\ ^\circ\text{C}$. В связи с этим для более точной оценки поведения магниевых сплавов в условиях воздействия пламени и их огневых характеристик выявлена необходимость разработок отечественных методик проведения огневых испытаний.

Схема изготовленной для проведения испытаний оснастки приведена на рисунке 4.5.3.

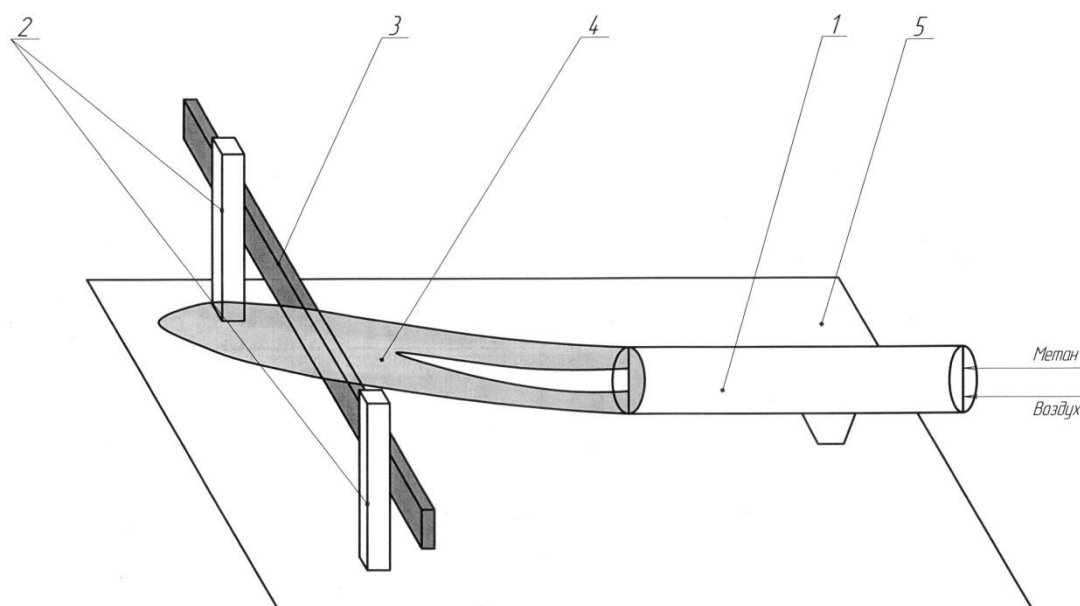


Рис.4.5.3. Схема оснастки для проведения сравнительных испытаний образцов магниевых сплавов на воспламеняемость при воздействии пламени с температурой $1\ 100\ ^\circ\text{C}$: 1 – газовая горелка, 2 – стойки для крепления испытываемых образцов, 3 – образец, 4 – пламя газовой горелки, 5 – металлическое основание [168].

В качестве источника воспламенения использовалось пламя газовой горелки с диаметром сопла 40 мм с температурой пламени в области воздействия на испытываемый образец 1100_{-50}^{+80} °С. В качестве топлива использовался газ метан, окислителя – воздух. Горелка создает устойчивое предварительно перемешанное пламя за счет принудительной подачи в зону горения одновременно: смеси метан + воздух (центральная внутренняя часть пламени), воздух (средняя часть пламени) и метан (внешняя часть пламени). Были исследованы несколько вариантов проведения испытаний аналогично [233]:

Вариант 1 – Испытания коротких, консольно зажимаемых образцов с продолжительностью экспозиции пламенем горелки в течение 1 минуты.

Вариант 2 – Испытания коротких, консольно зажимаемых образцов с продолжительностью экспозиции пламенем горелки в течение 2 минуты.

Вариант 3 – Испытания коротких образцов, устанавливаемых на блок из теплоизолирующего материала с продолжительностью экспозиции пламенем горелки в течение 2 минуты.

Вариант 4 – Испытания длинных образцов, закрепляемых за две точки с продолжительностью экспозиции пламенем горелки в течение 2 минуты.

Вариант 5 – Испытания длинных образцов, закрепляемых за две точки с подложкой из асбестовой ткани с продолжительностью экспозиции пламенем горелки в течение 2 или 4 минуты.

Полученные результаты приведены в таблице 4.5.1.

Таблица 4.5.1. Результаты испытаний образцов магниевых сплавов на воспламеняемость при воздействии пламени с температурой 1 100 °С.

Марка сплава	Продолжительность экспозиции пламенем горелки, минут	Время воспламенения, с	Продолжительность горения после удаления пламени горелки, мин.сек	Масса образца исходная, г	Масса несгоревшего образца, г	Относительная потеря массы, %	Примечание
Вариант 1							
МЛ10	1	47	2.35	11,43	9,65	15,5	Оплавление, падение куска образца
ВМЛ_оп	1	45	0.07	10,69	10,61	0,8	
Вариант 2							
МЛ10	2	47	0.02	10,47	8,77	16,2	Оплавление, падение куска образца
ВМЛ_оп	2	45	0.04	11,99	11,89	0,9	
Вариант 3							
МЛ10	2	97	2.55	16,91	0	100	Выгорание подложки
ВМЛ_оп	2	НВ	0	10,69	10,63	0,56	Расплавление, растекание образца по подложке
Вариант 4							
МЛ10	2	56	1.11	20,61	18,56	9,94	Оплавление, падение куска образца
ВМЛ_оп	2	НВ	0	18,16	18,13	0,16	
Вариант 5							
МЛ10	2	115	12.25	20,73	0	100	—
ВМЛ_оп	2	НВ	0	18,00	17,95	0,3	Расплавление, растекание образца по подложке

Из результатов испытаний видно, что при вариантах испытаний №№ 1, 2 и 4 по мере нагрева образца пламенем горелки происходит его расплавление и расплавившаяся часть уходит из пламени. Оставшаяся часть образца подвергается температурному воздействию в существенно меньшей степени.

При испытаниях образцов на негорючей подложке (варианты №№ 3 и 5) ухода от пламени образцов не происходит, однако существенно снижается интенсивность их нагрева.

Стандартный магниевый сплав МЛ10 при вариантах испытаний №№ 1 и 2, вследствие оплавления образца и ухода его из пламени, может как воспламениться, так и не воспламениться. При варианте испытаний № 4 вероятность ухода от пламени существенно ниже, так как образец закреплен с двух сторон. Вследствие оплавления, потеря массы образца за счет выгорания может колебаться от 0,1 до 18 %. При вариантах испытаний №№ 3 и 5 такая вероятность отсутствует вследствие нахождения образца на несущей подложке. Потеря массы образца в этих случаях составляет 80...100 % (может оставаться остаток образцов в зоне контакта с крепежом).

Новый опытный пожаробезопасный сплав при вариантах испытаний №№ 1, 2, 3 и 4 либо вообще не воспламенялся, либо погасал в течение нескольких секунд (3...5 с), потеря массы образцов составляла не более 0,4 %. Таким образом, зарегистрирована существенно более высокая пожарная безопасность нового магниевого сплава.

При испытаниях пожаробезопасного сплава по варианту № 5, при воздействии пламени горелки в течение 2 минут образец не воспламенялся, однако после 4 минутной экспозиции пламенем и удаления пламени горелки от образца, образец воспламенялся, сопровождаясь длительным горением и полным выгоранием, что означает, что длительное тепловое воздействие на образец приводит к его прогреву до температур близких к 1 000 °С. При этих температурах образующийся на поверхности слой окислов не способен предотвратить контакт атомов магния с кислородом воздуха, что и приводит к протеканию экзотермической реакции окисления – гетерогенному горению.

Из результатов испытаний видно, что при вариантах испытаний №№ 1, 2 и 4 по мере нагрева образца пламенем горелки происходит его расплавление и расплавившаяся часть уходит из пламени. Оставшаяся часть образца подвергается температурному воздействию в существенно меньшей степени.

При испытаниях образцов на негорючей подложке (варианты №№ 3 и 5) ухода от пламени образцов не происходит, однако существенно снижается интенсивность их нагрева.

В условиях использования в качестве элемента конструкции важна не только температура воспламенения, но и способность материала сохранять свою форму. В рамках исследования для этой оценки была использована относительная потеря массы образца (%) – разность между массой исходного образца и массой образца после испытания (без учета массы окисленной составляющей), отнесенная к массе исходного образца и умноженная на 100 %. Сущность метода представляла тоже самое воздействие на магниевый образец пламени газовой горелки в течение заданного времени экспозиции и определении степени пожарной опасности по величине относительной потери массы образца вследствие воздействия пламени и процесса горения.

В таблице 4.5.1 приведены результаты полученной относительной потери массы после испытаний.

Установлено, что образцы ВМЛ_оп имеют минимальную потерю массы, в отличие от образцов сплава МЛ10 (рисунок 4.5.4).

Следует отметить, что повышенная устойчивость к воспламенению сплава ВМЛ_оп коррелирует с результатами термодинамического моделирования (раздел 4.1) и структурных исследований (раздел 4.3). Растворение эвтектической составляющей и увеличение содержания иттрия и гадолиния в α -твердом растворе после термической обработки по режиму №1 создают предпосылки для формирования более термостойкого защитного оксидного слоя при нагреве.

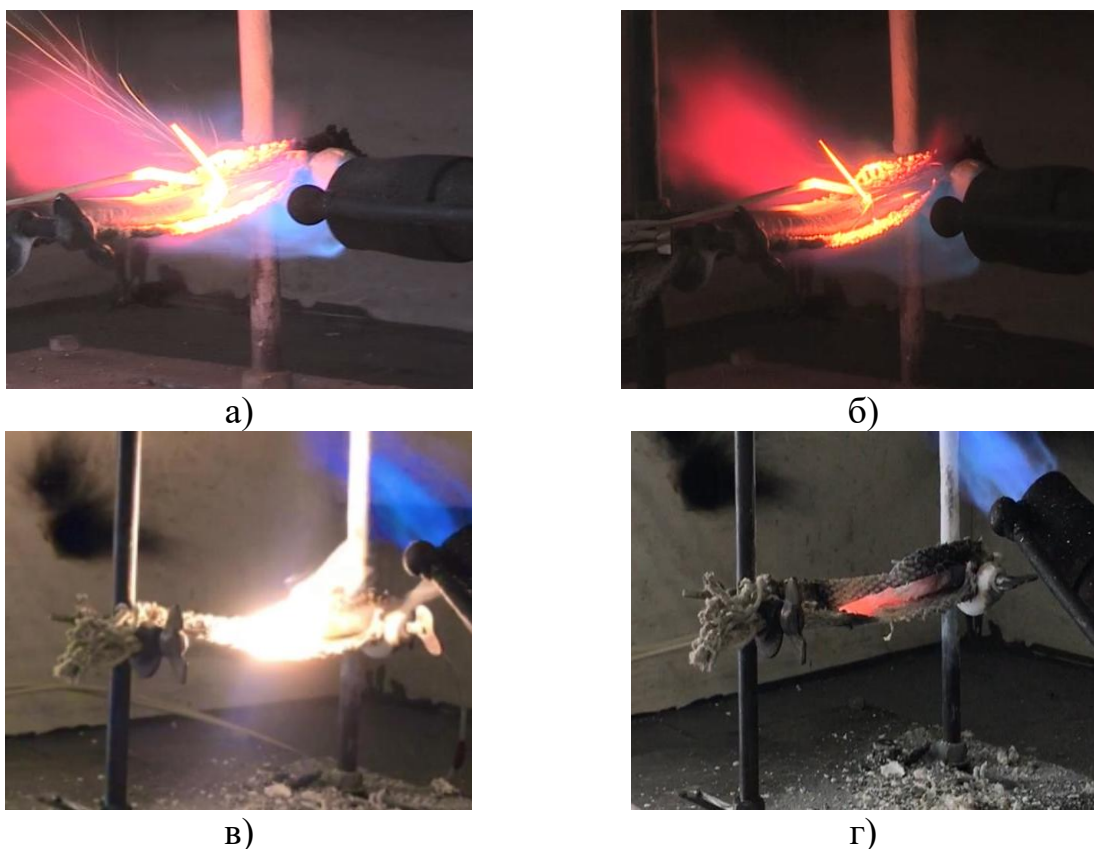


Рисунок 4.5.4. Огневые испытания серийного магниевого сплава МЛ10 (а, в) и пожаробезопасного магниевого сплава ВМЛ_оп (б, г).

В результате проведенных огневых испытаний установлено, что минимальная температура начала устойчивого горения образцов сплава ВМЛ_оп составляет не ниже $805\text{ }^{\circ}\text{C}$. В большинстве экспериментов образцы нагревались до температур $844\text{-}960\text{ }^{\circ}\text{C}$ без перехода к интенсивному устойчивому горению [178, 182].

Полученные значения существенно превышают температуры начала растворения эвтектической составляющей ($520\text{-}540\text{ }^{\circ}\text{C}$) и близки к температуре солидуса ($809\text{ }^{\circ}\text{C}$ по данным ДСК), определенной в разделе 4.3. Таким образом, интервал температур между активизацией диффузионных процессов и началом интенсивного горения является значительным, свидетельствуя о повышенной термической стабильности структуры сплава.

В ходе испытаний образцы демонстрировали выраженную пластическую деформацию и вспучивание, обусловленные накоплением паров магния при нагреве. Несмотря на это, в большинстве случаев после удаления источника

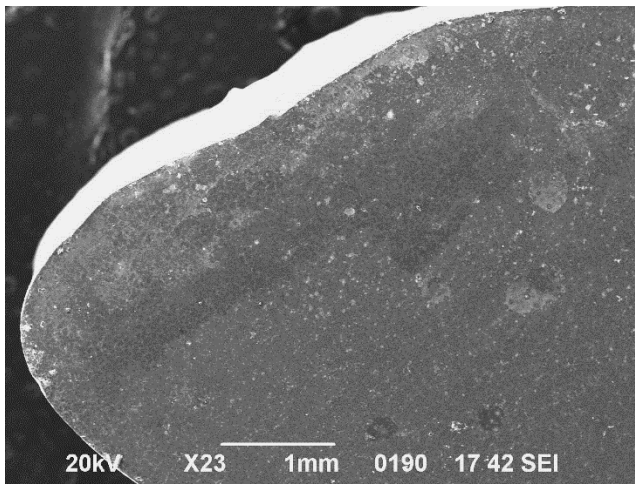
пламени наблюдалось самозатухание, что является характерной особенностью пожаробезопасных магниевых сплавов (рис. 4.5.5).



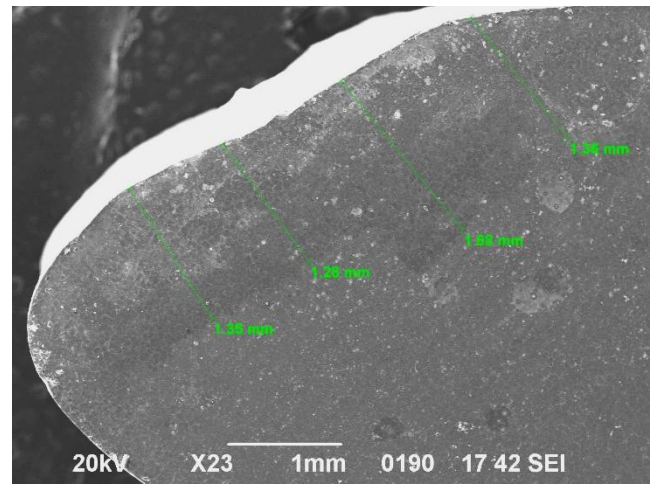
Рисунок 4.5.5. Образец из пожаробезопасного магниевых сплава ВМЛ_оп после испытаний

После проведения огневых испытаний выполнено исследование структурного состояния поверхностной зоны сплава ВМЛ_оп методом оптической и растровой электронной микроскопии с локальным энергодисперсионным анализом. Основное внимание уделяли оценке толщины деградированного слоя, характеру изменения межзеренной эвтектической составляющей, а также особенностям формирования окисленного поверхностного слоя после воздействия пламени.

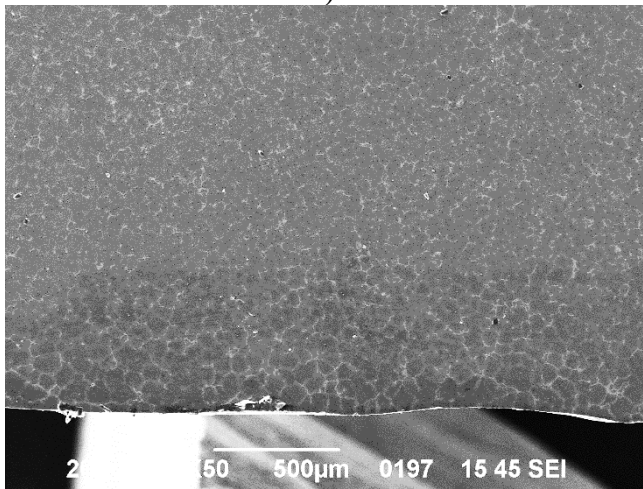
Установлено, что при огневом воздействии в поверхностной зоне сплава ВМЛ_оп формируется выраженный деградированный слой, строение и толщина которого зависят от продолжительности воздействия. После выдержки в течение 5 мин толщина измененной приповерхностной зоны составляет 0,5-1,5 мм, а при увеличении времени воздействия до 15 мин возрастает до 1,5-2,0 мм. Рост толщины измененного слоя свидетельствует о развитии процессов высокотемпературного окисления и постепенном продвижении фронта структурной деградации вглубь материала. При этом характер изменения структуры определяется не только окислением магниевой матрицы, но и перераспределением легирующих элементов, прежде всего иттрия и редкоземельных элементов.



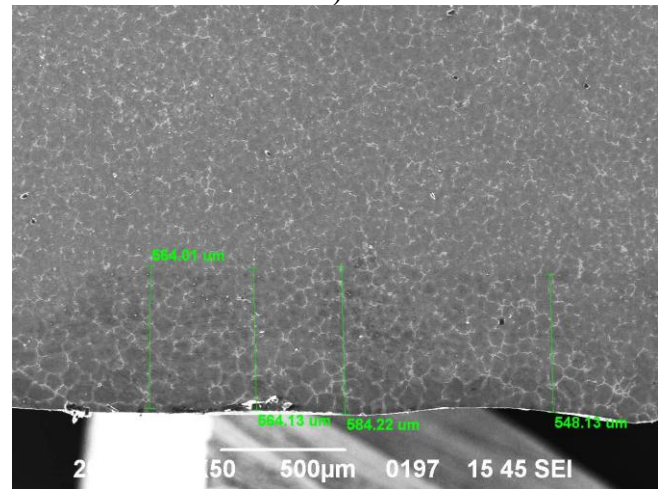
а)



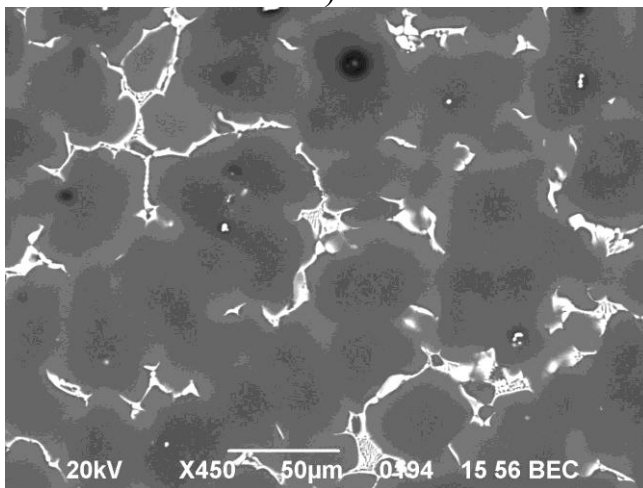
б)



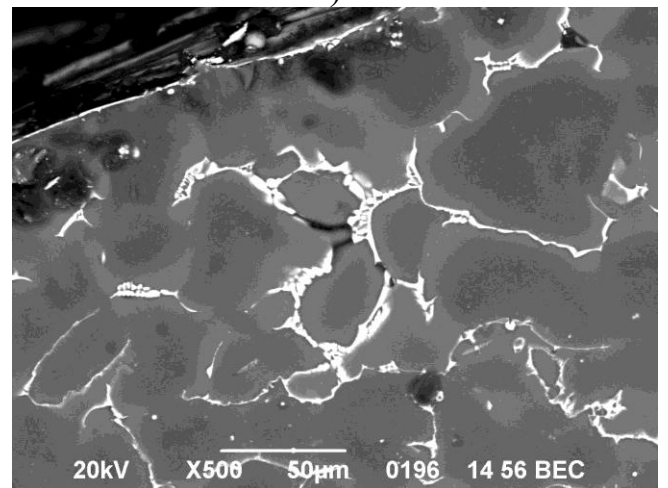
в)



г)



д)



е)

Рисунок 4.5.6. Структура поверхностной зоны сплава ВМЛ_оп после огневого воздействия в течение 5 мин: а- г – общий вид и толщина деградированного слоя; д – эвтектическая составляющая по границам зерен в основном металле; е – изменение межзеренной структуры в поверхностном слое.

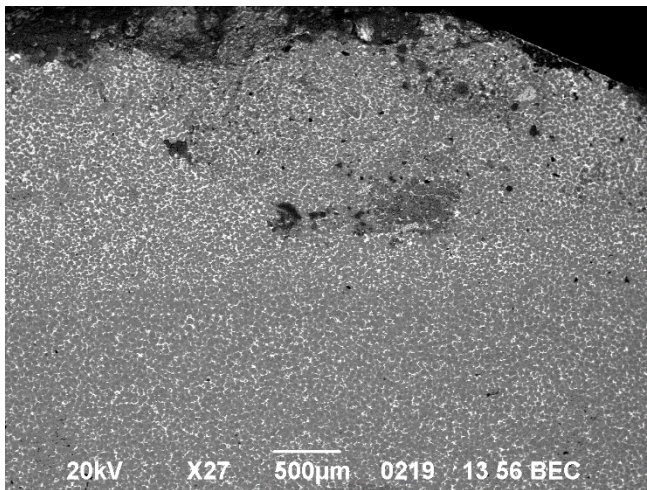
Как видно из рисунка 4.5.6, после огневого воздействия в течение 5 мин в поверхностной зоне сплава формируется выраженный деградированный слой, характеризующийся изменением морфологии межзеренных участков и развитием окислительных процессов.

В исходном состоянии структура сплава ВМЛ_оп характеризуется наличием эвтектической составляющей пластинчатой морфологии, локализованной преимущественно по границам зерен (рисунок 4.5.6 д). После воздействия пламени в поверхностной зоне наблюдается изменение строения межзеренной составляющей, сопровождаемое локальным разрушением эвтектики и образованием межзеренных пустот (рисунок 4.5.6 е), которое связано с термической деградацией эвтектической составляющей и развитием процессов высокотемпературного окисления. При этом наиболее интенсивные структурные изменения наблюдаются непосредственно вблизи поверхности материала, где реализуются максимальные температурные и диффузионные воздействия.

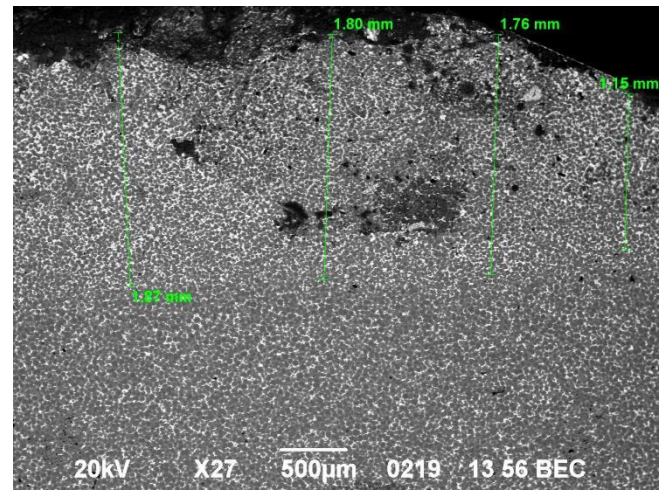
Как видно из рисунка 4.5.7, увеличение продолжительности огневого воздействия до 15 мин приводит к дальнейшему развитию процессов структурной деградации поверхностного слоя.

По сравнению с образцами после 5 мин воздействия наблюдается увеличение толщины деградированной зоны, а также более выраженное разрушение межзеренной эвтектической составляющей. В поверхностной зоне фиксируется формирование межзеренной пористости и локальных пустот, связанных с термической деградацией эвтектики и развитием процессов высокотемпературного окисления (рисунок 4.5.7 е).

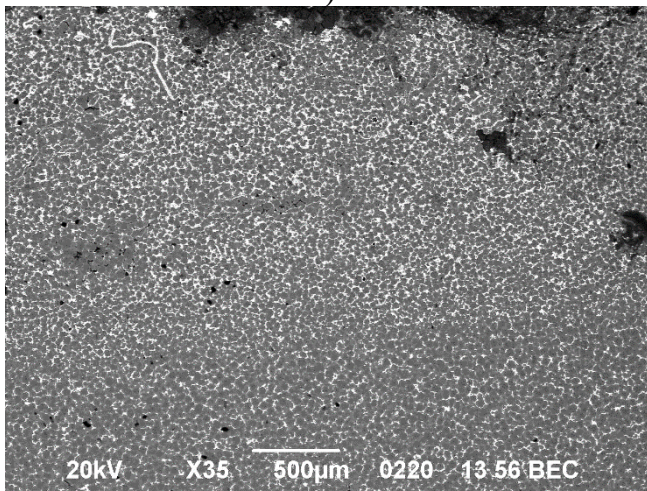
Наиболее интенсивные изменения структуры локализуются в приповерхностных областях материала, непосредственно контактирующих с пламенем. При этом по мере удаления от поверхности признаки деградации выражены существенно слабее, что свидетельствует о постепенном продвижении фронта термоокислительного разрушения вглубь материала.



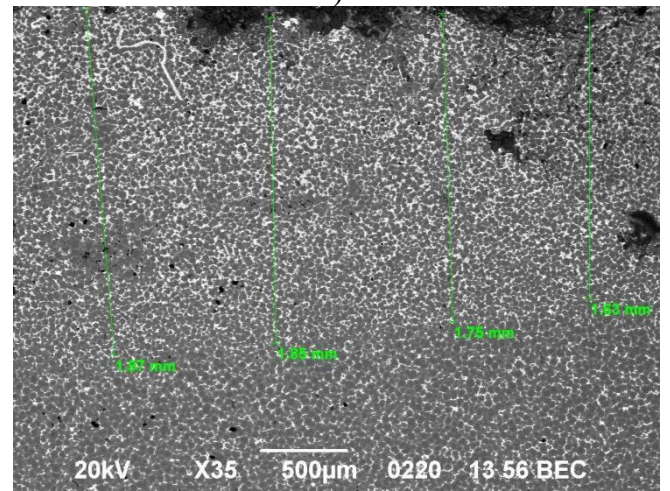
а)



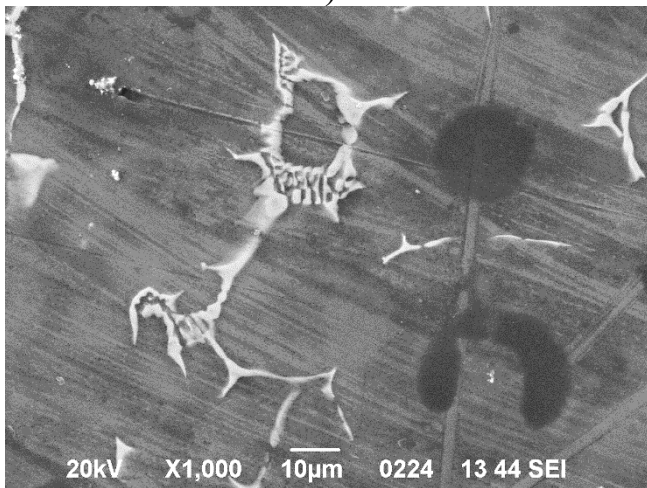
б)



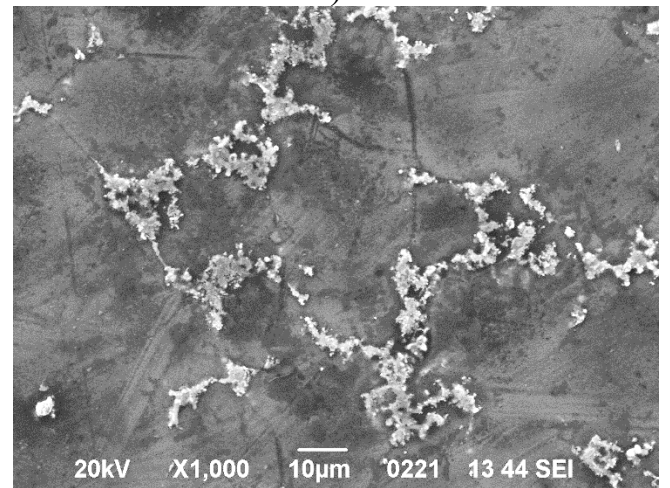
в)



г)



д)



е)

Рисунок 4.5.7. Структура поверхностной зоны сплава ВМЛ_оп после огневого воздействия в течение 15 мин: а-г – общий вид и толщина деградированного слоя; д – эвтектическая составляющая по границам зерен в основном металле; е – межзеренная деградация и образование пустот в поверхностном слое.

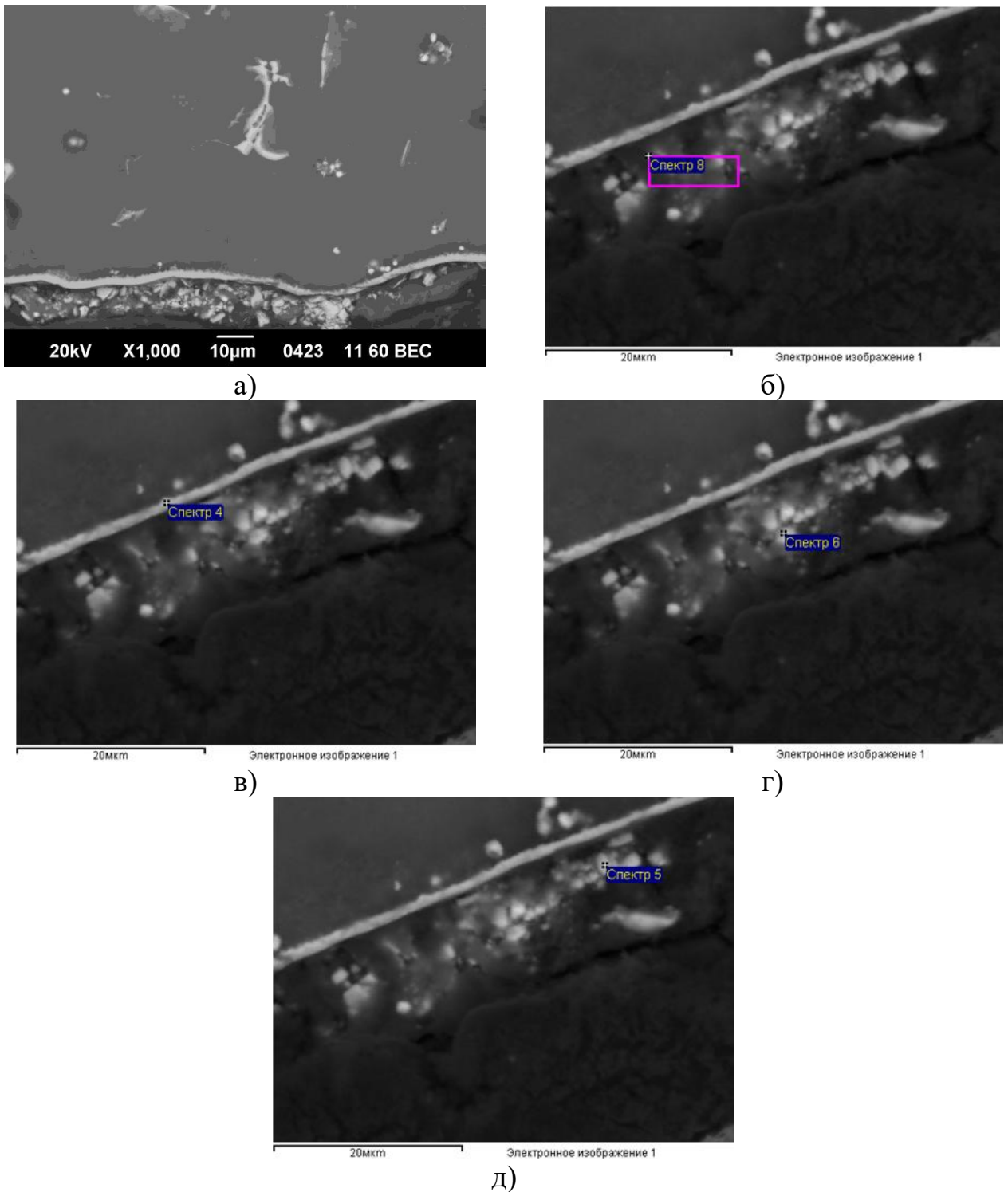


Рисунок 4.5.8. Микроструктура и результаты локального энергодисперсионного анализа поверхностного слоя сплава ВМЛ_оп после огневого воздействия в течение 15 мин: а – общий вид окисленного поверхностного слоя; б – участок локального анализа слоя (спектр 8); в – участок анализа белого поверхностного слоя (спектр 4); г – Y-содержащая частица (спектр 6); д – RE-содержащая частица (спектр 5);

Результаты локального энергодисперсионного анализа показали, что сформированный поверхностный слой характеризуется высоким содержанием кислорода, иттрия и редкоземельных элементов (рисунок 4.5.8, таблица 4.5.2).

Таблица 4.5.2. Результаты локального энергодисперсионного анализа поверхностного слоя сплава ВМЛ_оп после огневого воздействия в течение 15 мин.

Место анализа	Содержание элементов, масс%						
	O	Mg	Zn	Y	Zr	Nd	Gd
Слой Спектр 8	26.5	30.2	4.0	26.8	3.9	0.7	7.8
Частицы Спектр 6	32.1	4.6	1.0	55.7	2.2	0.6	3.8
Частицы Спектр 5	23.8	13.6	8.6	32.3	2.9	0.7	18.1
Слой Спектр 4	26.2	8.7	0.3	58.6	2.2	0.6	3.4

В различных участках поверхностного слоя содержание кислорода составляет 23-32 масс. %, указывая на интенсивное развитие процессов высокотемпературного окисления. При этом в отдельных участках содержание иттрия достигает 55-58 масс. %, а в локальных областях также наблюдается повышенное содержание гадолиния.

Установлено, что в процессе огневого воздействия происходит перераспределение редкоземельных элементов в направлении поверхности материала с формированием Y- и RE-содержащих участков в составе окисленного слоя. Одновременно наблюдается снижение содержания магния в поверхностной зоне из-за преимущественного окисления и термической деградации при воздействии высокотемпературного пламени.

По результатам комплекса исследований разработанному сплаву была присвоена марка ВМЛ26.

4.6 Исследование прочностных свойств и структуры пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26 после эксплуатационных нагревов

Для оценки влияния эксплуатационных нагревов на структуру пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26 были проведены исследования микроструктуры образцов, вырезанных из отливок, после выдержки при температурах 150, 250 и 350 °С в течение 100, 500 и 1000 ч без приложения нагрузки.

В исходном состоянии после термообработки Т61 сплав характеризуется равноосной зеренной структурой со средним размером зерна около 65 мкм (рисунок 4.6.1). В структуре наблюдаются вторичные фазы, локализованные как по границам зерен, так и в их объеме (рисунок 4.6.1).

С учетом результатов ПЭМ (раздел 4.5) установлено, что упрочнение сплава в исходном состоянии определяется наличием метастабильных фаз β -типа (β_T , β' , β_1), а также фаз γ' -типа (LPSO), формирующихся в объеме зерна и вблизи границ зерен.

После эксплуатационных нагревов при температуре 150 °С структура сохраняет исходный характер. Из-за низкой интенсивности диффузионных процессов при данной температуре существенных изменений морфологии и распределения вторичных фаз не наблюдается.

При температуре 250 °С наблюдается развитие дисперсной системы выделений в объеме зерна. Формируются преимущественно игольчатые и пластинчатые выделения, равномерно распределенные в матрице. С учетом данных ПЭМ можно заключить, что в данном температурном интервале реализуется стадия активного формирования метастабильных фаз β -типа (β_T , β' , β_1), обеспечивающих высокую плотность препятствий для движения дислокаций.

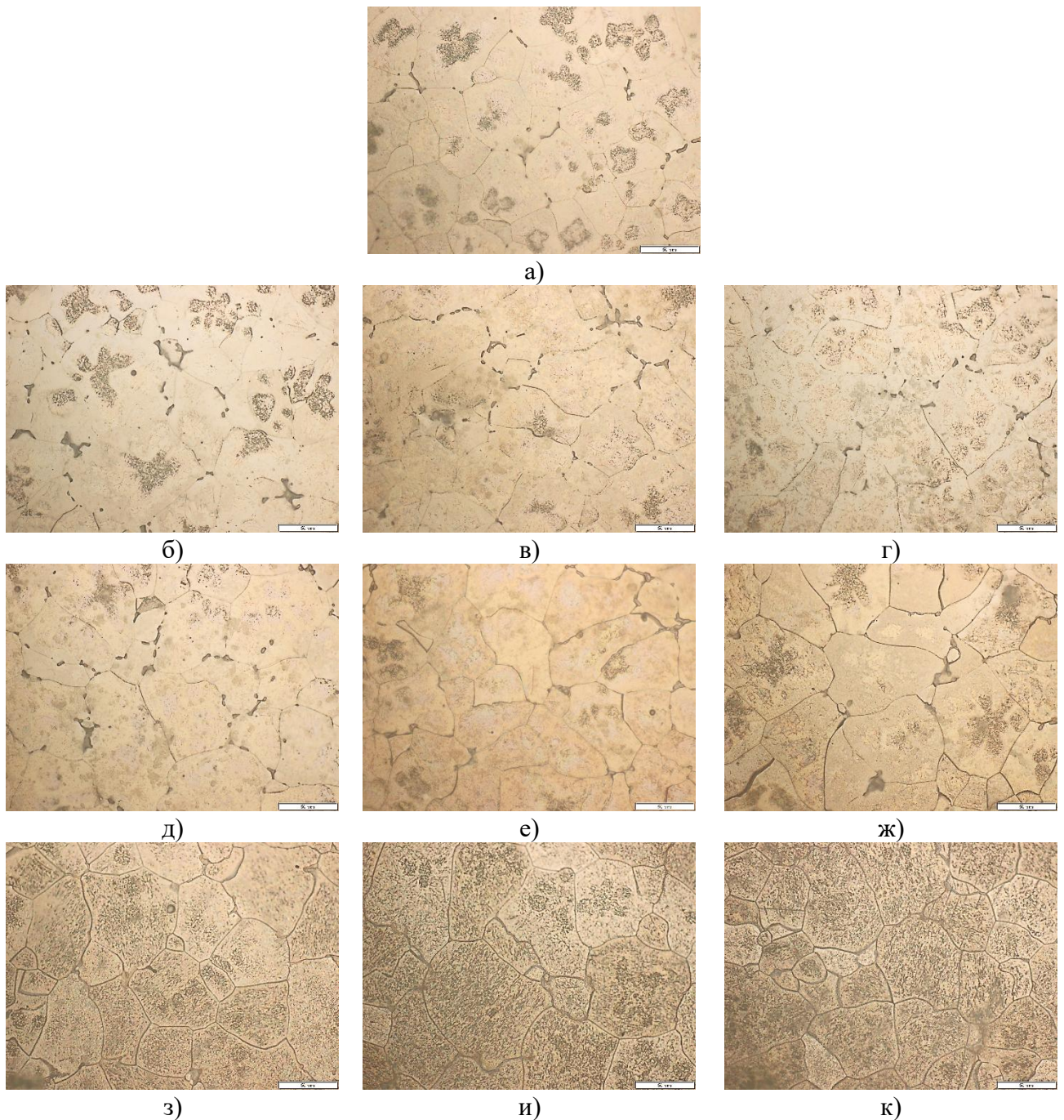


Рисунок 4.6.1. Микроструктура пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26, подвергнутого различным эксплуатационным нагревам:

- а) после растяжения без предварительных нагревов;**
- б) после растяжения после нагрева при 100 °С в течение 100 ч;**
- в) после растяжения после нагрева при 100 °С в течение 500 ч**
- г) после растяжения после нагрева при 100 °С в течение 1000 ч;**
- д) после растяжения после нагрева при 200 °С в течение 100 ч;**
- е) после растяжения после нагрева при 200 °С в течение 500 ч;**
- ж) после растяжения после нагрева при 200 °С в течение 1000 ч;**
- з) после растяжения после нагрева при 300 °С в течение 100 ч;**
- и) после растяжения после нагрева при 300 °С в течение 500 ч;**
- к) после растяжения после нагрева при 300 °С в течение 1000 ч**

При температуре 350 °С происходит качественное изменение структуры. По данным РЭМ (рисунок 4.6.2) наблюдается укрупнение вторичных фаз в объеме зерна.

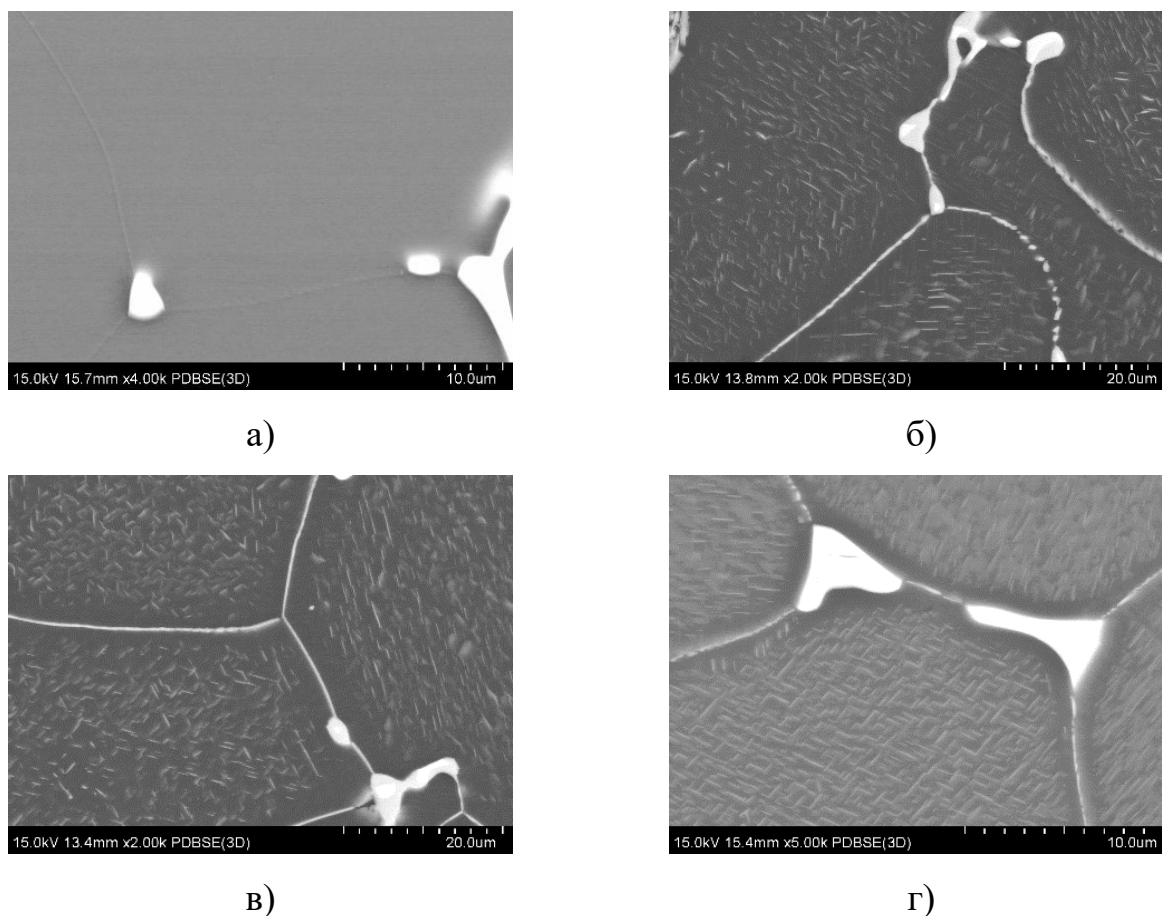


Рисунок 4.6.2. Микроструктура сплава ВМЛ26 после эксплуатационных нагревов: а) базовый сплав без эксплуатационных нагревов; б) сплав, подвергнутый выдержке при 150 °С в течение 1000 ч; в) сплав, подвергнутый выдержке при 250 °С в течение 1000 ч; г) сплав, подвергнутый выдержке при 350 °С в течение 1000 ч.

Результаты локального ЭДС-анализа (рисунок 4.6.3) показывают, что игольчатые выделения обогащены Nd и Gd при заметном содержании Zn и низком содержании Y. Характер распределения элементов позволяет отнести данные выделения к фазам β -типа, близким по составу к метастабильной β_1 -фазе ((Mg, Zn)₃RE).

Наличие частиц, содержащих редкоземельные элементы и цирконий, обеспечивают высокую стабильность зеренной структуры, благодаря чему существенного роста зерна не наблюдается (таблица 4.6.1).

Электронное изображение 527

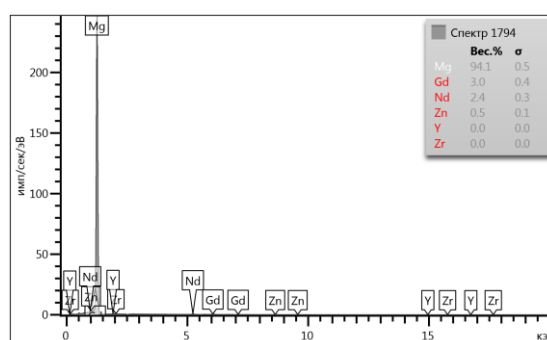
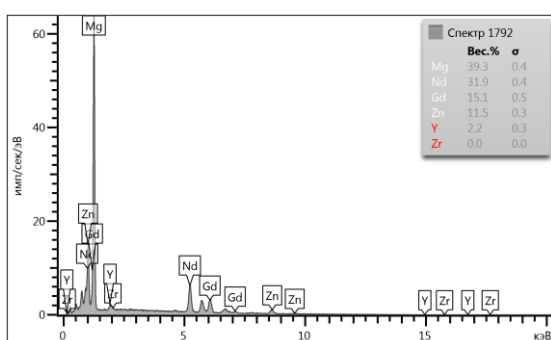
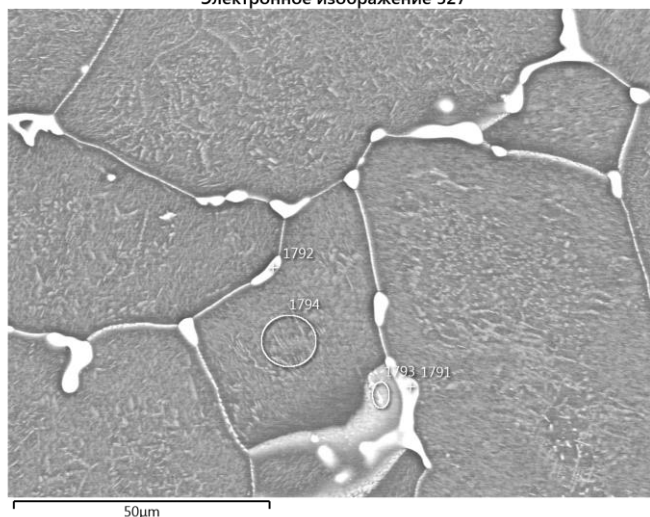


Рисунок 4.6.3. Образец ВМЛ26 после 350 °С после 100 ч

Таблица 4.6.1. Размер зерна в зависимости от состояния пожаробезопасного литейного магниевого сплава ВМЛ26.

Состояние	Средний размер зерна
Исходное состояние	65,91
После нагрева при 150 °С в течение 100 ч	55,63
После нагрева при 150 °С в течение 500 ч	85,68
После нагрева при 150 °С в течение 1000 ч	72,61
После нагрева при 250 °С в течение 100 ч	52,89
После нагрева при 250 °С в течение 500 ч	58,68
После нагрева при 250 °С в течение 1000 ч	44,16
После нагрева при 350 °С в течение 100 ч	46,56
После нагрева при 350 °С в течение 500 ч	50,40
После нагрева при 350 °С в течение 1000 ч	38,94

Как следует из таблицы 4.6.2 и рисунка 4.6.4, изменение прочности не коррелирует с изменением среднего размера зерна, подтверждая доминирующую роль вторичных фаз в формировании механических свойств.

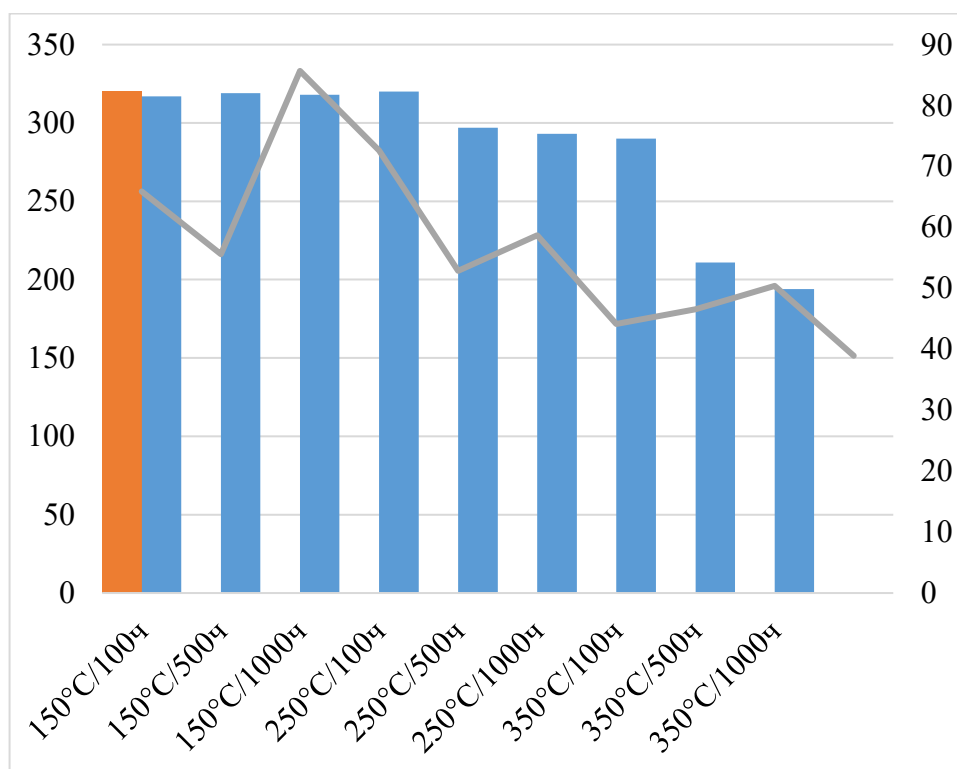


Рисунок 4.6.4. Зависимость изменения прочности и размера зерна от эксплуатационных нагревов (оранжевый столбец – базовое состояние)

При температуре 150 °С прочностные характеристики практически не изменяются из-за отсутствия существенных структурных изменений.

Из-за перехода от стадии формирования дисперсных выделений β -типа к стадии их коагуляции и укрупнения при температуре 250 °С наблюдается сохранение высокого уровня прочности при малых временах выдержки и его постепенное снижение при увеличении времени.

Наиболее значительное снижение прочности наблюдается при температуре 350 °С, где увеличение времени выдержки приводит к снижению σ_b . Данный эффект обусловлен укрупнением β_1 -выделений, снижением их дисперсности и уменьшением плотности эффективных препятствий для движения дислокаций.

Предел текучести изменяется по аналогичной закономерности (рисунок 4.6.5). При 250 °С наблюдается его повышение, соответствующее стадии максимального дисперсионного упрочнения, после чего происходит снижение вследствие укрупнения фаз. При 350 °С из-за процессов перестаривания предел текучести существенно уменьшается.

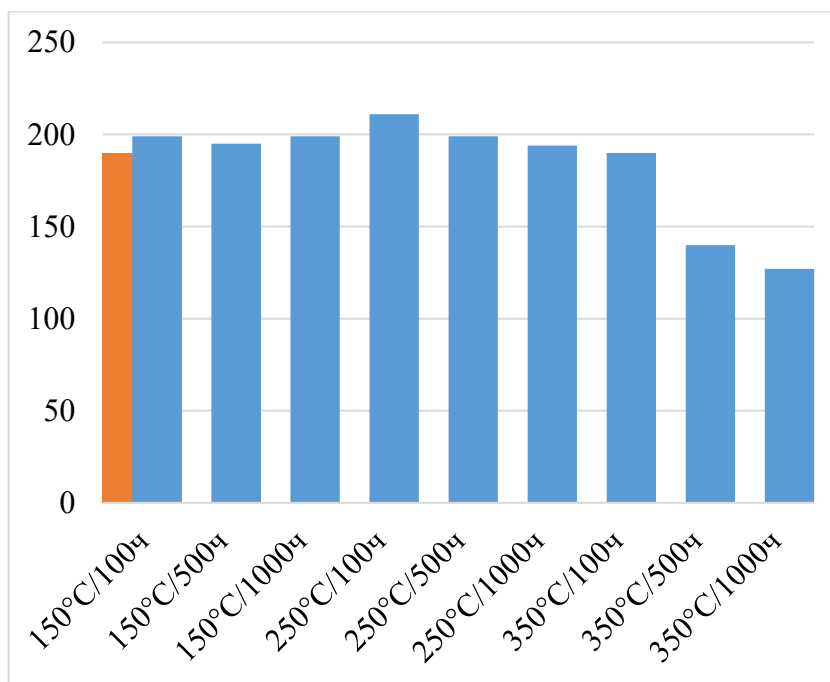


Рисунок 4.6.5. Зависимость изменения предела текучести от эксплуатационных нагревов (оранжевый столбец – базовое состояние)

При температуре 250 °С наблюдается увеличение пластичности на промежуточных временах выдержки (рисунок 4.6.6). При 350 °С после кратковременной выдержки сохраняется относительно высокая пластичность, однако при длительных выдержках она резко снижается.

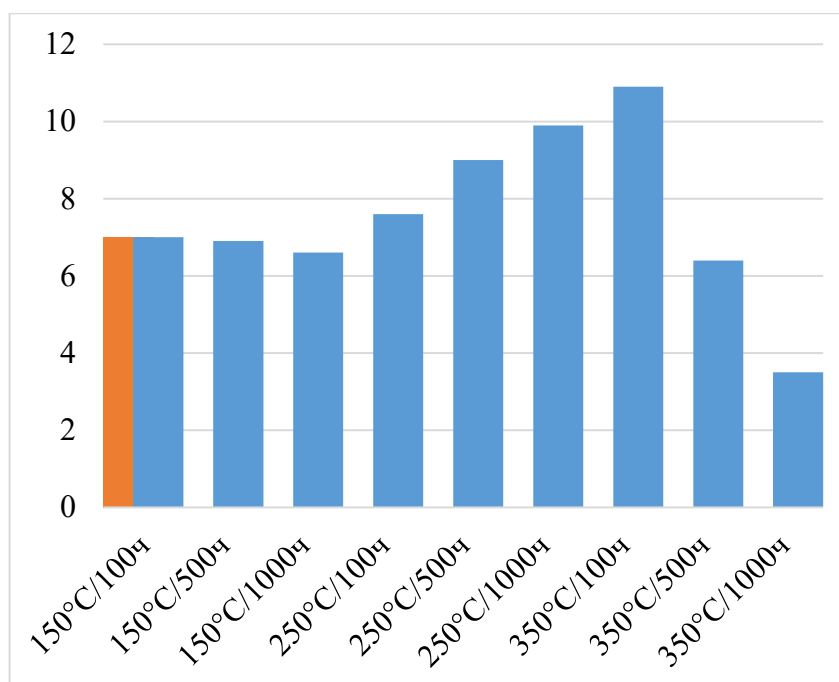


Рисунок 4.6.6. Зависимость изменения относительного удлинения от эксплуатационных нагревов (оранжевый столбец – базовое состояние)

Снижение пластичности связано с укрупнением вторичных фаз по границам зерен и формированием протяженных выделений, ослабляющих границы зерен и способствующих межзеренным механизмам разрушения.

В таблице 4.6.2 приведены свойства образцов пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26, подвергнутого различным эксплуатационным воздействиям без приложенной нагрузки.

Таблица 4.6.2. Свойства образцов пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26, подвергнутого различным эксплуатационным воздействиям без приложенной нагрузки.

Состояние	Прочностные свойства		
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
После растяжения без предварительных нагревов	320	190	7,0
после растяжение после нагрева при 150 °С в течение 100 ч	317	199	7,0
после растяжения после нагрева при 150 °С в течение 500 ч	319	195	6,9
после растяжения после нагрева при 150 °С в течение 1000 ч	318	199	6,6
после растяжения после нагрева при 250 °С в течение 100 ч	320	211	7,6
после растяжения после нагрева при 250 °С в течение 500 ч	297	199	9,0
после растяжения после нагрева при 250 °С в течение 1000 ч	293	194	6,6
после растяжения после нагрева при 350 °С в течение 100 ч	237	156	10,9
после растяжения после нагрева при 350 °С в течение 500 ч	211	140	6,4
после растяжения после нагрева при 350 °С в течение 1000 ч	194	127	3,5

На рисунке 4.6.7 представлена зависимость временного сопротивления от температуры и времени выдержки. Видно, что при температуре 150 °С прочностные характеристики остаются практически неизменными во всем интервале выдержек.

При температуре 250 °С наблюдается умеренное снижение прочности с увеличением времени выдержки, связанное с переходом от стадии дисперсионного упрочнения к стадии коагуляции выделений.

Наиболее интенсивное снижение прочности наблюдается при температуре 350 °С, где увеличение времени выдержки приводит к значительному уменьшению σ_b , указывая на развитие процессов перестаривания и деградации структуры.

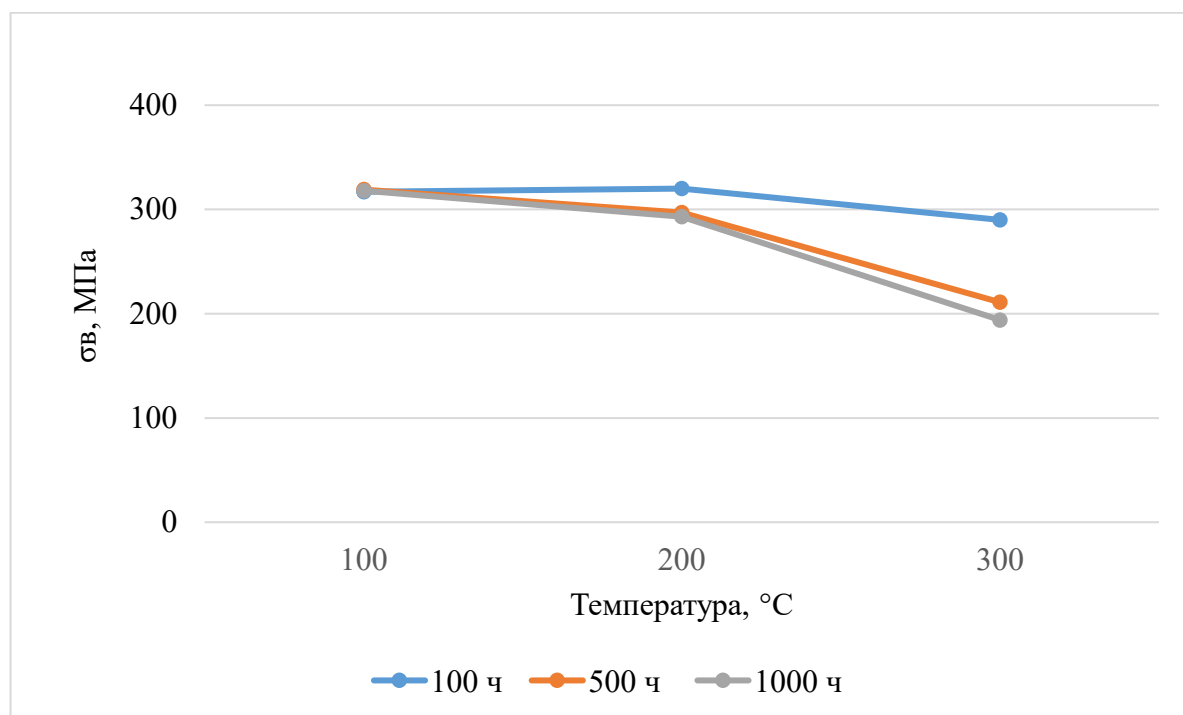


Рисунок 4.6.7 Влияние температуры и времени выдержки на σ_b ($\sigma = 0$ МПа)

Тепловая карта (рисунок 4.6.8) наглядно иллюстрирует области изменения прочности в зависимости от температуры и времени выдержки. Видно, что область высоких значений σ_b сосредоточена при температурах до 250 °С независимо от времени выдержки. При температуре 350 °С формируется область интенсивного снижения прочности, особенно при длительных выдержках (500-1000 ч), что соответствует области развития процессов перестаривания сплава.

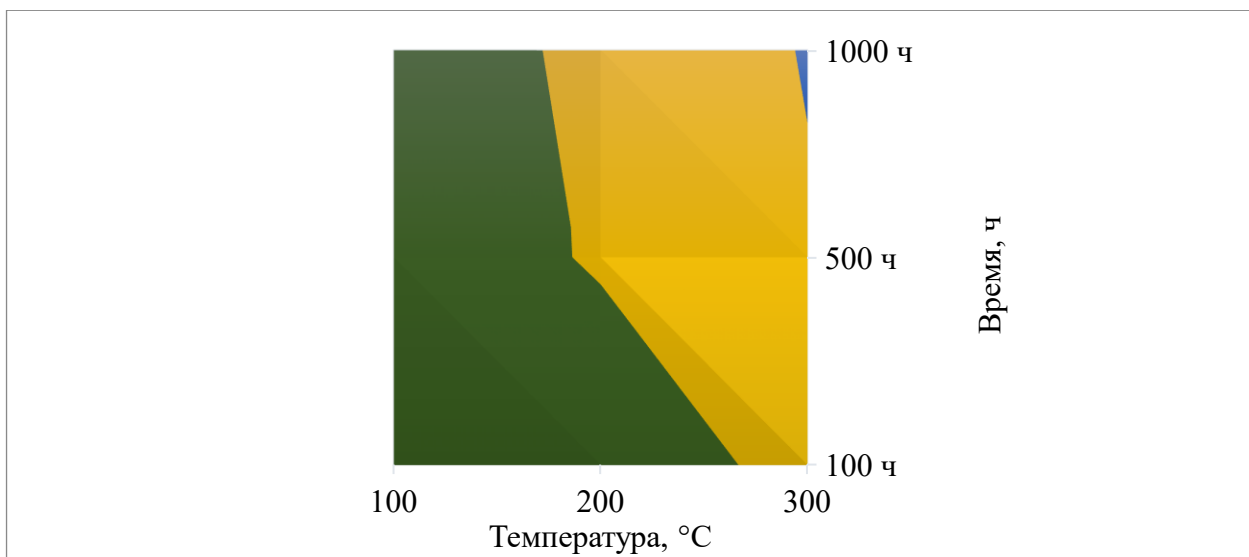


Рисунок 4.6.8 Тепловая карта изменения временного сопротивления пожаробезопасного литейного магниевого сплава ВМЛ26 при $\sigma = 0$ МПа

По сравнению с ненагруженным состоянием (рисунок 4.6.9) граница перехода к области интенсивного снижения прочности смещается в сторону меньших времен выдержки, указывая на ускорение деградиационных процессов под действием напряжений.

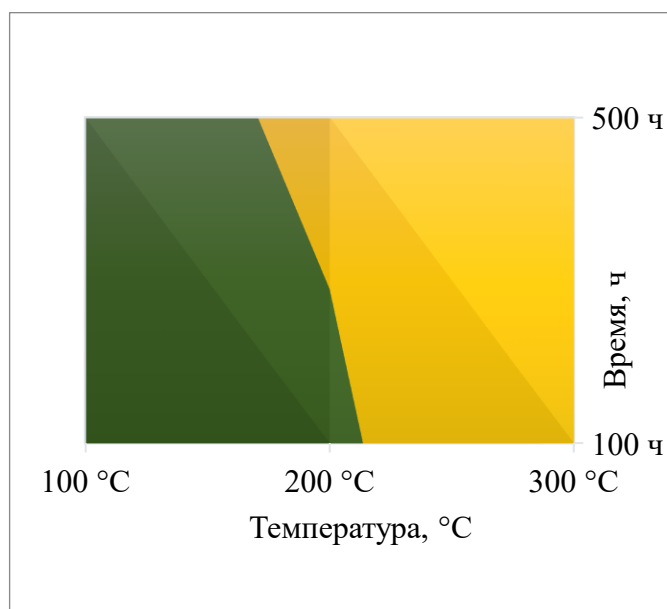


Рисунок 4.6.9. Тепловая карта изменения временного сопротивления пожаробезопасного литейного магниевого сплава ВМЛ26 при $\sigma = 50$ МПа

В таблице 4.6.3 приведены механические свойства пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26, подвергнутого различным эксплуатационным воздействиям с приложенной нагрузкой 50 МПа

Таблица 4.6.3. Свойства образцов пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26, подвергнутого различным эксплуатационным воздействиям с приложенной нагрузкой 50 МПа.

Состояние	Прочностные свойства		
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %a
после растяжение после нагрева при 150 °С в течение 100 ч	320	200	6,3
после растяжения после нагрева при 150 °С в течение 500 ч	324	195	7,8
после растяжения после нагрева при 250 °С в течение 100 ч	309	219	7,2
после растяжения после нагрева при 250 °С в течение 500 ч	290	203	7,8
после растяжения после нагрева при 350 °С в течение 100 ч	243	172	6,8
после растяжения после нагрева при 350 °С в течение 500 ч	205	135	5,5

При приложении нагрузки 50 МПа характер изменения прочности в целом сохраняется, однако наблюдаются некоторые отличия (рисунки 4.6.10). При температуре 150 °С прочность сохраняется, небольшое увеличение скорее следует считать погрешностью (испытания проводились на 5 образцах). Повышение до температуры 350 °С приводит к ускорению процессов деградации структуры под действием напряжений и сказывается на более интенсивном снижении прочности, чем при отсутствии нагрузки.

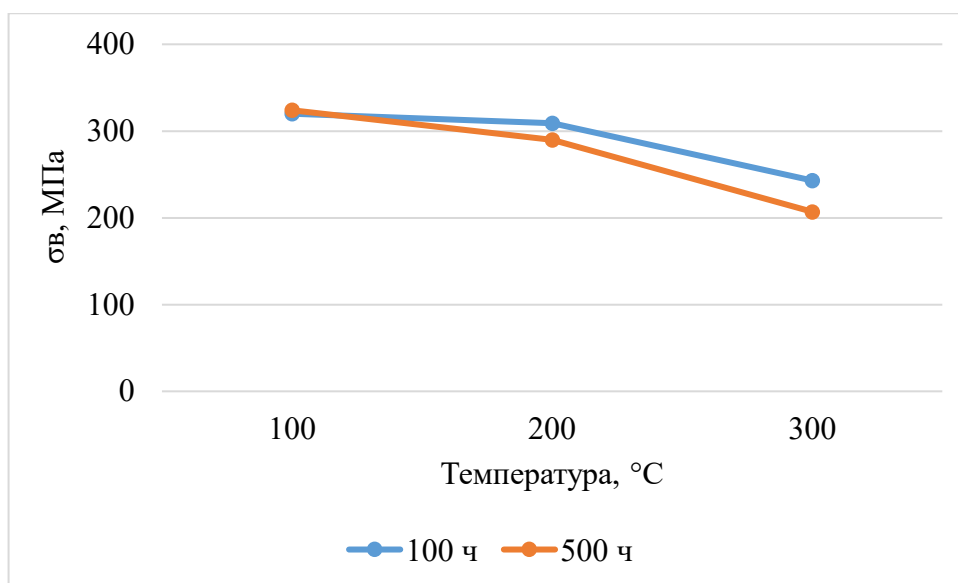


Рисунок 4.6.10 Влияние температуры и времени выдержки на $\sigma_{\text{в}}$ ($\sigma = 50$ МПа)

Сопоставление зависимостей, полученных при отсутствии нагрузки и при приложении напряжения 50 МПа, показывает, что влияние температуры на изменение прочностных свойств является определяющим фактором. При этом приложение нагрузки приводит к ускорению процессов разупрочнения при повышенных температурах (350 °С), проявляясь в более интенсивном снижении $\sigma_{\text{в}}$ по сравнению с ненагруженным состоянием.

Выводы по главе 4

1. С использованием термодинамического моделирования, дифференциально-сканирующей калориметрии и рентгенофазового анализа обоснованы температурные интервалы закалки и старения нового высокопрочного жаропрочного литейного магниевого сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr. Экспериментально подтверждено, что оптимальным режимом термической обработки является закалка при 520-540 °С с последующим искусственным старением при 180-220 °С, обеспечивающая максимальное растворения эвтектической составляющей, формирование однородного пересыщенного твердого раствора и системы метастабильных упрочняющих фаз.

2. Показано, что эффективность твердорастворного упрочнения может быть количественно оценена по увеличению периодов решетки αMg , связанному с растворением Gd и Y, радиусы атомов которых превышают радиус атома магния.

3. Установлено, что снижение интенсивности дифракционных линий интерметаллидной фазы XMg_3 после термической обработки обусловлено переходом значительной части выделений в наноразмерное (рентгеноаморфное) состояние и может использоваться как интегральный критерий оценки дисперсионного упрочнения.

4. Показано, что основным механизмом упрочнения сплава является распад твердого раствора с образованием комплекса метастабильных фаз β_T , β' , β_1 , а также пластинчатых γ' и γ'' фаз, формирующихся в объеме зерна и вдоль границ зерен.

5. Установлено, что наличие LPSO-фазы в виде наноразмерных пластин, ориентированных в базисных плоскостях $\alpha\text{-Mg}$, способствует повышению жаропрочности и длительной прочности сплава.

6. Экспериментально выявлено ориентационное соотношение ORI между β_1 фазой и матрицей $\alpha\text{-Mg}$, характерное для начальной стадии формирования β_1 фазы, а также показан механизм перехода $\text{ORI} \rightarrow \text{ORII}$ при росте и изменении состава β_1 фазы.

7. Установлена роль интерметаллидов циркония (Zr_3Zn_2 , Zr_2Zn , ZrMn_2) как центров гетерогенного зарождения β_1 фазы, оказывающих существенное влияние на кинетику распада твердого раствора и формирование зон, свободных от выделений.

8. Показано, что оптимальное сочетание фазового состава и морфологии выделений достигается при термической обработке по режиму № 1 обеспечило достижение максимальных прочностных и жаропрочных характеристик сплава.

9. Экспериментально показано, что превышение оптимального температурного интервала закалки (пережог при 540-560 °C) приводит к необратимой деградации структуры сплава, связанной с формированием грубых интерметаллидных фаз $\text{Mg}_3(\text{Zn}, \text{PЗЭ})$ по границам зерен.

10. Установлено, что последующая термическая обработка пережженного сплава не позволяет полностью восстановить комплекс механических свойств из-за принципиальной необратимости структурных превращений, протекающих при пережоге, и подчеркивает критическую роль строгого соблюдения температурно-временных параметров термической обработки.

11. Полученные результаты позволили определить не только оптимальные режимы термической обработки, но и предельные условия, при которых нарушается реализация установленных механизмов твердорастворного и дисперсионного упрочнения.

12. Установлено, что разработанный литейный магниевый сплав ВМЛ26 характеризуется повышенной температурой воспламенения (≥ 812 °С) и способностью к самозатуханию после удаления источника пламени. Повышенная огнестойкость связана с перераспределением редкоземельных элементов (Y, Gd, Nd) в процессе нагрева и формированием в поверхностной зоне термостабильного окисленного слоя, обогащенного иттрием и тяжелыми редкоземельными элементами.

13. Установлены закономерности изменения структуры и механических свойств пожаробезопасного магниевого сплава ВМЛ26 при длительных эксплуатационных нагревах в интервале температур 150-350 °С. Показано, что изменение механических свойств определяется преимущественно эволюцией метастабильных фаз β -типа (β_T , β' , β_1), включая процессы их выделения, укрупнения и коагуляции.

14. Установлено, что приложение нагрузки 50 МПа ускоряет процессы разупрочнения сплава при повышенных температурах (350 °С), смещая границу начала интенсивной деградации в сторону меньших времен выдержки и ускоряя эволюцию вторичных фаз и их укрупнение под действием напряжений.

15. Установлено, что сплав ВМЛ26 обладает высокой структурной стабильностью при температурах до 250 °С, при которых реализуется стадия дисперсионного упрочнения, обусловленная формированием и развитием высокодисперсных выделений β -типа. При температуре 350 °С развивается стадия

перестаривания, сопровождающаяся укрупнением β -выделений и снижением их дисперсности.

16. Определены режимы эксплуатационных нагревов, при которых обеспечивается оптимальное сочетание прочности и пластичности сплава: выдержка при температуре 250 °С в течение 100-500 ч. Показано, что при данных режимах сплав не склонен к существенному снижению характеристик. Эксплуатационные нагревы при температуре 350 °С допустимы лишь при кратковременных выдержках, поскольку увеличение времени приводит к выраженному перестариванию и деградации структуры.

ГЛАВА 5. Промышленное опробование высокопрочного магниевого сплава выбранного состава

Глава 5 посвящена промышленному опробованию разработанного высокопрочного пожаробезопасного литейного магниевого сплава ВМЛ26, экспериментальные закономерности формирования структуры и свойств которого установлены в главах 3-4. Переход от лабораторных исследований к промышленному уровню является обязательным этапом подтверждения практической реализуемости предложенной системы легирования и режимов термической обработки, поскольку при масштабировании технологического процесса существенно возрастает влияние факторов, связанных с кинетикой окисления расплава, выгоранием легирующих элементов, дегазацией, загрязнением неметаллическими включениями, а также особенностями затвердевания массивных отливок.

Цель промышленного опробования заключалась в разработке и апробации технологических параметров получения отливок из сплава выбранного состава в условиях реального литейного производства с обеспечением (1) стабильности химического состава, (2) воспроизводимости структурного состояния и (3) реализации комплекса эксплуатационных характеристик, соответствующих требованиям авиационной техники (прочность при нормальных температурах, жаропрочность, повышенная температура воспламенения и др.). При этом ключевым методологическим принципом являлась проверка возможности воспроизведения тех структурно-фазовых механизмов упрочнения, которые были идентифицированы ранее: формирование пересыщенного твердого раствора при закалке, дисперсионное упрочнение метастабильными выделениями при старении, а также обеспечение мелкозернистой структуры за счет модифицирующего действия циркония и рационального соотношения редкоземельных компонентов.

Для достижения поставленной цели в рамках промышленного опробования решались следующие задачи:

- разработка технологической последовательности выплавки и литья сплава выбранного состава, включая режимы ввода легирующих компонентов и технологические операции по защите расплава от окисления и выгорания редкоземельных элементов;

- выбор и обоснование параметров электрофизического воздействия на расплав (в том числе режимов тока/перемешивания), обеспечивающих химическую однородность;

- апробация технологических операций очистки расплава (в частности, фильтрации) и оценка их влияния на формирование дефектности литой структуры (неметаллические включения, пористость) и воспроизводимость свойств;

- изготовление опытных отливок типовой номенклатуры и проведение контрольных исследований структуры и свойств, включая механические испытания, а также дополнительные испытания, характеризующие пожаробезопасность материала;

- разработка технологической документации, регламентирующей получение отливок и последующие операции обработки (включая термическую обработку), обеспечивающей воспроизводимость результатов в условиях серийного производства.

Промышленное опробование проводилось с учетом того, что магниевые расплавы, легированные редкоземельными элементами, характеризуются высокой химической активностью. В этой связи принципиальное значение имеют: выбор защитной среды, соблюдение температурно-временных параметров выдержки, обеспечение эффективного перемешивания расплава и минимизация времени контакта металла с атмосферой. Дополнительно учитывалось, что наличие неметаллических включений и газовой пористости может приводить к снижению не только прочностных характеристик, но и жаропрочности и стабильности поведения при повышенных температурах.

5.1 Разработка технологии изготовления отливок из высокопрочного жаропрочного магниевого сплава выбранного состава

5.1.1 Разработка технологических параметров выплавки магниевых сплавов в индукционных печах с использованием защитной газовой среды

Одним из ключевых факторов, определяющих воспроизводимость химического состава и свойств магниевых сплавов, легированных редкоземельными элементами, является выбор защитной газовой среды и режимов электромагнитного перемешивания расплава при выплавке. Это обусловлено высокой химической активностью магния и редкоземельных металлов, а также склонностью последних к интенсивному окислению и частичному выгоранию легкоплавких элементов при контакте с атмосферой [219, 220].

При этом при переходе к промышленному объему расплава (увеличение массы плавки и времени выдержки) существенно изменяются соотношения между диффузионными и конвективными механизмами массопереноса. В условиях недостаточной интенсивности перемешивания процесс растворения тугоплавких компонентов (Zr, РЗЭ) приобретает диффузионно-ограниченный характер, приводя к локальной химической неоднородности и формированию зон с пониженной концентрацией упрочняющих фаз [221, 222]. Таким образом усиливается влияние следующих факторов:

- окисление расплава и выгорание редкоземельных элементов;
- ликвационная неоднородность по цирконию и РЗЭ;
- образование гидридных и оксидных включений;
- изменение кинетики растворения тугоплавких лигатур;
- увеличение времени пребывания расплава в жидком состоянии.

В условиях увеличенного объема расплава возрастает роль электромагнитного перемешивания, определяющих степень химической однородности и последующую реализацию механизмов дисперсионного упрочнения, установленных в главах 3-4.

В рамках промышленного опробования было исследовано влияние различных составов защитных газовых смесей при выплавке магниевых сплавов систем Mg-Al-Zn и Mg-PЗЭ-Zr, в том числе смесей SF₆+Ar и SF₆+CO₂ с обработкой расплава фреоном на механические свойства и коррозионную стойкость сплавов.

Установлено, что при использовании недостаточного содержания защитного газа в смеси не обеспечивается устойчивая защита поверхности расплава, приводя к локальному возгоранию, образованию оксидных и шлаковых включений и насыщению расплава кислородом. Данные процессы негативно сказываются на усвоении редкоземельных элементов и циркония, а также на формировании однородного химического состава.

Экспериментально установлено, что для смеси SF₆+Ar оптимальным является соотношение 1:20, тогда как для смеси SF₆+CO₂ – диапазон 1:15-1:20. При меньших концентрациях защитного газа (например, 1:10) наблюдается нестабильность защитного эффекта и локальные очаги окисления. Выбор смеси SF₆+CO₂ в соотношении 1:15 был признан предпочтительным с точки зрения сокращения расхода шестифтористой серы при сохранении стабильного уровня механических свойств и отсутствия возгорания поверхности расплава.

Стабилизация защитной атмосферы приводит к снижению интенсивности окисления магния и редкоземельных элементов, что, в свою очередь, повышает коэффициент их усвоения расплавом и уменьшает количество неметаллических включений оксидной природы. Таким образом, защитная газовая среда оказывает косвенное влияние на формирование структурно-фазового состояния сплава.

Результаты механических испытаний и коррозионных исследований образцов из сплава ВМЛ26, полученных при различных составах защитной газовой среды, представлены в таблице 5.1.1.1. Показано, что использование оптимизированной газовой смеси [238] позволяет обеспечить уровень прочностных характеристик, превышающий показатели, достигаемые при серийной флюсовой технологии, при одновременном снижении газонасыщения и дефектности металла.

Таблица 5.1.1.1 Результаты испытаний механических и коррозионных свойств образцов из сплавов ВМЛ26 системы Mg-P3Э-Zr.

Состав смеси/соотношение	Механические свойства (минимальные значения)		Коррозионная стойкость в 3-х %-ном растворе NaCl по выделению водорода за 48 ч, см ³ /см ² (максимальные значения)
	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	
SF ₆ +Ar (1:10)	290	200	1,10
SF ₆ +Ar (1:15)	295	205	0,80
SF ₆ +Ar (1:20)	295	205	0,85
SF ₆ +CO ₂ (1:10)	290	200	1,10
SF ₆ +CO ₂ (1:15)	305	205	0,73
SF ₆ +CO ₂ (1:20)	304	204	0,75
Флюсовая технология	300	200	2,50

Повышение временного сопротивления при использовании смеси SF₆+CO₂ (1:15) по сравнению с серийной технологией (на ~12-15 %) свидетельствует о снижении дефектности литой структуры. Одновременно наблюдаемое уменьшение объема выделившегося водорода при коррозионных испытаниях указывает на снижение газонасыщенности расплава и уменьшение количества микропор.

По результатам проведенных исследований [235] выбрана защитная газовая смесь, состоящая из SF₆ и CO₂ в соотношении 1:15. Указанная концентрация выбрана как предпочтительная с целью сокращения расхода смеси и получения при этом стабильных механических свойств на образцах и отсутствия возгорания, способствующего образованию шлака на поверхности расплава в процессе выплавки. Следует отметить, что шестифтористая сера (SF₆) относится к газам с высоким потенциалом глобального потепления. Оптимизация ее концентрации до соотношения 1:15 с CO₂ позволила минимизировать расход SF₆ без ухудшения технологической стабильности процесса, соответствуя современным требованиям промышленной экологии и снижению углеродного следа металлургического производства.

Для обеспечения сплава требуемым содержанием легирующих элементов, особенно трудно вводимыми и плохо усвояемыми, такими как цирконий и иттрий, равномерно распределенных во всем расплаве, необходимо стабильное перемешивание расплава (индукционное перемешивание). Также необходимо избегать резких потерь температуры жидкого металла при выплавке сплавов с трудно вводимыми и плохо усвояемыми легирующими элементами.

В расплаве формируются две области рециркуляции вихревых токов. Перемешиванием можно управлять, изменяя частоту или силу тока индуктора. В одном случае при высоком токе происходит более интенсивное перемешивание и металл становится однороднее, с другой стороны, при постоянном высоком токе стенки тигля изнашиваются быстрее. Во втором случае при низкой силе тока время проведения плавки увеличивается в 2-3 раза, в тигле практически не происходит перемешивания ввиду слабого действия тока, что приводит к неоднородности химического состава в сплаве.

Интенсивность перемешивания определяется взаимодействием индуцированных вихревых токов с магнитным полем индуктора, формирующим гидродинамические потоки в объеме расплава. При увеличении силы тока возрастает электромагнитная сила Лоренца, обеспечивающая развитие устойчивых конвективных ячеек и выравнивание концентрационных градиентов.

При токе 50 А гидродинамический режим носит преимущественно ламинарный характер, что способствует гравитационной сегрегации циркония и редкоземельных элементов. В диапазоне 100-150 А реализуется режим развитой турбулентной конвекции, обеспечивающий интенсивный массообмен и химическую однородность расплава.

Проведены исследования по влиянию силы тока индуктора на однородность химического состава и механические свойства (временное сопротивление, предел текучести, относительное удлинение) сплава ВМЛ26. В процессе выплавки магниевых сплавов варьировалась только сила тока индуктора, состав защитной атмосферы не менялся, использовалась смесь (SF_6 и CO_2) в соотношении 1:15, для рафинирования использовали аргон [218, 223, 235].

Выплавка сплава проводилась при трех различных силах тока индуктора. В таблице 5.1.1.2 представлены результаты испытаний механических свойств (временного сопротивления при 20 °С, предела текучести, относительное удлинения) сплава ВМЛ26, полученного при литье с различной силой тока индуктора.

Таблица 5.1.1.2. Механические свойства ВМЛ26, полученного при различных плотностях тока

Сила тока	Временное сопротивление, σ_B , МПа	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение, δ , %
50	263	184	1,3
100	301	209	2,1
150	304	213	2,3

Снижение пластичности и прочности при токе 50 А обусловлено выраженной химической неоднородностью расплава и формированием локальных участков с повышенной концентрацией интерметаллидных фаз, выполняющих роль концентраторов напряжений. Недостаточная интенсивность электромагнитного перемешивания приводит к гравитационной сегрегации легирующих элементов и нарушению однородности структурного состояния сплава.

При увеличении силы тока до 100-150 А обеспечивается выравнивание концентрационных градиентов и формирование химически однородного пересыщенного твердого раствора после закалки, что создает условия для полноценной реализации механизма дисперсионного упрочнения при последующей термической обработке.

Повышение временного сопротивления с 263 до 304 МПа ($\approx 15\%$) при увеличении силы тока с 50 до 150 А коррелирует со снижением химической неоднородности и стабилизацией структурно-фазового состояния сплава. Полученные данные свидетельствуют о том, что степень химической однородности расплава является лимитирующим фактором формирования

оптимального комплекса механических свойств при промышленном масштабировании технологии.

Для получения образцов с целью определения химического состава сплава в различных областях для оценки равномерности распределения таких легирующих элементов, как легкоплавкие цинк, кадмий и редкоземельные элементы (неодим, иттрий, гадолиний) и цирконий использовалась схема отбора образцов из слитка литейного магниевого сплава ВМЛ26 системы Mg-РЗЭ-Zr, приведенная на рисунке 5.1.1.

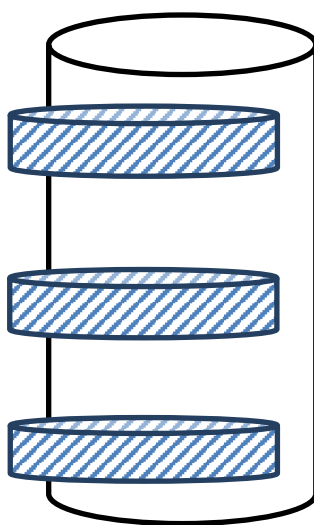


Рисунок 5.1.1.1 Схема вырезки образцов для отбора проб

По результатам анализа полученных результатов установлено, что для сплава ВМЛ26 наилучшим режимом выплавки является режим при токе индуктора 100-150 А, который позволяет обеспечить более сильное перемешивание и минимизировать осаждение легирующих элементов на дно тигля, в частности редкоземельных элементов и циркония. Использование режимов при токе индуктора менее 100 А приводит к неоднородности химического состава и, как следствие, снижению механических свойств. Результаты определения химического состава сплава ВМЛ26 системы Mg-РЗЭ-Zr при различном значении тока индуктора представлены в таблице 5.1.1.3.

Таблица 5.1.1.3. Химический состав сплава ВМЛ26 системы Mg-P3Э-Zr, полученный при различных значениях тока индуктора.

Сила тока индуктора, А	Номер образца по схеме вырезки	Концентрации компонентов сплава, % мас.							
		Mg	Zn	Zr	Cd	Y	Nd	Gd	Ce
50А	1	осн	0,009	0,1	0,0001	0,3	0,12	0,3	0,001
	2	осн	0,06	0,22	-	0,7	0,18	0,9	0,001
	3	осн	0,17	0,34	-	1,4	1,1	1,5	0,001
100А	1	осн	0,78	0,72	0,01	1,80	2,12	2,00	0,11
	2	осн	0,80	0,71	0,01	1,84	2,11	2,08	0,12
	3	осн	0,80	0,73	0,01	1,85	2,12	2,10	0,12
150А	1	осн	0,81	0,72	0,01	1,81	2,10	2,80	0,12
	2	осн	0,82	0,73	0,02	1,83	2,12	2,85	0,13
	3	осн	0,82	0,74	0,02	1,82	2,14	2,86	0,13
Стандартная технология	1	осн	0,72	0,71	0,01	1,79	2,18	2,79	0,10
	2	осн	0,68	0,79	0,01	1,84	2,15	2,87	0,12
	3	осн	0,60	0,81	0,02	1,95	2,13	2,89	0,12

Для количественной оценки химической неоднородности был рассчитан относительный разброс концентрации легирующих элементов по высоте слитка. Рассчитанный коэффициент вариации по содержанию иттрия при токе 50 А превышал 60 %, тогда как при 100-150 А не превышал 3-5 %. Аналогичная тенденция установлена для неодима и гадолиния.

На основании проведенных исследований были установлены параметры (100-150 А), обеспечивающие однородный химический состав, соответствующий сплаву ВМЛ26, а также равномерное распределение элементов в верхней, средней и нижней части слитка. Установлено, что соотношение защитной газовой смеси, состоящей из SF₆ и CO₂ при бесфлюсовой плавке в индукционной печи равно 1:15, обеспечивающее сокращение расхода шестифтористой серы (SF₆) и получение при выплавке однородного химического состава, повышенного уровня механических свойств временного сопротивления, предела текучести,

относительного удлинения и отсутствия возгорания на поверхности металла в процессе выплавки.

Диапазон силы тока 100-150 А обеспечивает подавление ликвационной неоднородности, повышение коэффициента усвоения редкоземельных элементов и циркония, формирование химически однородного пересыщенного твердого раствора и стабильную реализацию механизмов дисперсионного упрочнения при последующей термической обработке. Полученные результаты подтверждают масштабируемость лабораторно установленных закономерностей структурообразования в условиях промышленного производства.

5.1.2 Разработка технологии выплавки магниевого сплава ВМЛ26 с использованием фильтрации на индукционной плавильной установке.

Одним из важнейших этапов технологического процесса получения высококачественных магневых отливок является очистка расплава от неметаллических включений, продуктов окисления и шлаковых частиц. Для магневых сплавов, легированных редкоземельными элементами, данная операция приобретает особое значение, поскольку наличие неметаллических включений не только снижает механические свойства, но и может оказывать негативное влияние на жаропрочность, коррозионную стойкость и пожаробезопасность материала.

В условиях промышленного масштабирования технологии выплавки сплава системы Mg-РЗЭ-Zr фильтрация должна рассматриваться не только как операция очистки расплава, но и как фактор, влияющий на реализацию механизмов структурообразования, установленных в главах 3-4.

Научной задачей настоящего этапа являлось установление влияния фильтрации расплава на:

- химическую однородность сплава;
- формирование фаз γ' и LPSO;
- образование гидридных и оксидных включений;
- воспроизводимость механических и эксплуатационных характеристик.

В качестве фильтров в серийном производстве используют магнезит, пенокерамические фильтры и стальные сетки. Для системы Mg-P3Э-Zr используют пенокерамические фильтры и стальные сетки. В качестве отечественных фильтров для фильтрации магниевых сплавов ВМЛ26 выбраны пенокерамический фильтр на основе оксида циркония и стальная сетка марки СтЗ с диаметром отверстий 0,5-1 мм.

Эффективность фильтрации магниевых расплавов определяется сочетанием механического задержания неметаллических включений и адсорбционно-химического взаимодействия оксидных частиц с поверхностью фильтрующего материала.

Пенокерамические фильтры на основе ZrO_2 обладают развитой пористой структурой и химической стойкостью к магниевым расплавам, что позволяет эффективно задерживать оксидные пленки MgO и сложные оксиды редкоземельных элементов. Стальная сетка обеспечивает преимущественно механическое задержание крупных включений.

Для обеспечения сплава требуемым содержанием легирующих элементов, особенно трудно вводимыми и плохо усвояемыми, такими как цирконий и иттрий, равномерно распределенных во всем расплаве, необходимо стабильное перемешивание расплава (индукционное перемешивание). Также необходимо избегать резких потерь температуры жидкого металла при выплавке сплавов с трудно вводимыми и плохо усвояемыми легирующими элементами.

Для выплавки магниевых сплавов ВМЛ26 на индукционной плавильной установке были выбраны 2 режима нагрева силы тока индуктора 100А и 150А. Указанные режимы нагрева выбраны с целью обеспечения стабильной работы индукционной печи, предотвращения перегрева металла и износа тигля при выплавке на максимальном режиме для индукционной плавильной установки.

Проведена отработка технологии выплавки магниевых сплавов ВМЛ26 с использованием фильтрации на индукционной установке с использованием различных режимов нагрева (силы тока индуктора). Выплавлены отливки и отдельно отлитые образцы для проведения исследований.

Проведены исследования механических свойств отдельно отлитых образцов из магниевого сплава ВМЛ26, полученного по различным режимам нагрева и с использованием пенокерамического фильтра из оксида циркония и стальной сетки из стали марки Ст3 таблица 5.1.2.1.

Анализ представленных данных показывает, что использование фильтрации в сочетании с интенсивным электромагнитным перемешиванием (150 А) обеспечивает наиболее стабильный комплекс механических свойств, характеризующийся повышенным пределом текучести (до 215-220 МПа) и минимальным разбросом относительного удлинения.

Применение пенокерамического фильтра способствует не увеличению максимальных значений прочности, а снижению вариации механических характеристик, свидетельствуя о повышении структурной однородности материала.

Таблица 5.1.2.1. Механические свойства отдельно отлитых образцов из сплава ВМЛ26.

Режим силы тока/фильтрация	Механические свойства		
	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
100А/ стальная сетка (Ст3)	<u>299-306</u> 300	<u>195-200</u> 200	<u>2,0-2,9</u> 2,5
100А / пенокерамический фильтр (ZrO ₂)	<u>301-308</u> 305	<u>210-216</u> 200	<u>2,2-2,5</u> 2,3
150А/ стальная сетка (Ст3)	<u>303-306</u> 304	<u>209-214</u> 211	<u>2,1-2,4</u> 2,2
150 А/ пенокерамический фильтр (ZrO ₂)	<u>302-307</u> 305	<u>215-220</u> 217	<u>2,0-2,5</u> 2,2

Проведены исследования микроструктуры образцов магниевого сплава ВМЛ26, выплавленного на различных режимах силы тока индуктора и с использованием фильтрации.

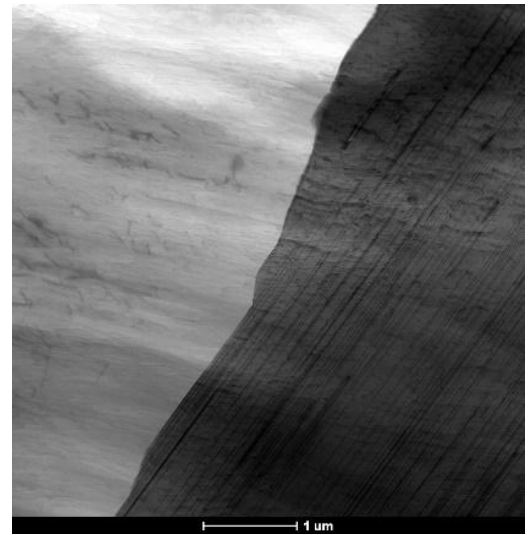
Структура материала образцов, выплавленных с силой тока индуктора 100-120А и 150-170А представлена зернами твердого раствора α -Mg, в объеме которых равномерно распределены пластины γ' фазы (рис. 5.1.2.1). Небольшая доля пластин γ' фазы образует LPSO фазы шириной до 100 нм (рис. 5.1.2.2). Вдоль части межзеренных границ расположены частицы интерметаллидной β_1 фазы, содержащей PЗЭ, а также области эвтектики (рис. 5.1.2.3), состоящей из твердого раствора магния и интерметаллидной фазы магния с Gd, Nd, Y и Zn со средним составом 65Mg-15Zn-13Nd-6Gd-1Y в ат. %.

Структура материала образца, выплавленного силой тока индуктора 50-70А представлена зернами твердого раствора α -Mg со средним составом 95Mg-3.1Y-1.5Nd-0,3Gd-0,1Zn в масс. %. Выделений γ' фазы в образце 50-70 А не обнаружено (рис. 5.1.2.4 а). Вдоль части межзеренных границ присутствуют интерметаллиды Mg с PЗЭ (рис. 5.1.2.4 б).

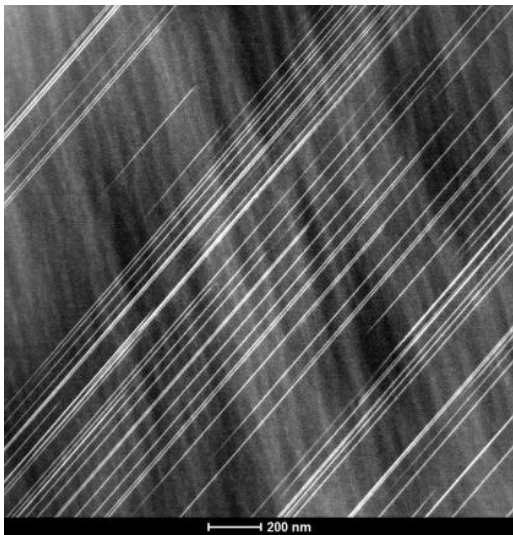
В объеме образцов, выплавленных с силой тока индуктора 50-70А и 100-120А, обнаружены скопления гидридов иттрия YH_2 (ГЦК, $Fm\bar{3}m$, $a = 5,21 \text{ \AA}$, mp-24650) (рис. 5.1.2.5, 5.1.2.6) с мелкодисперсными частицами, содержащими цирконий (предположительно, гидриды циркония).



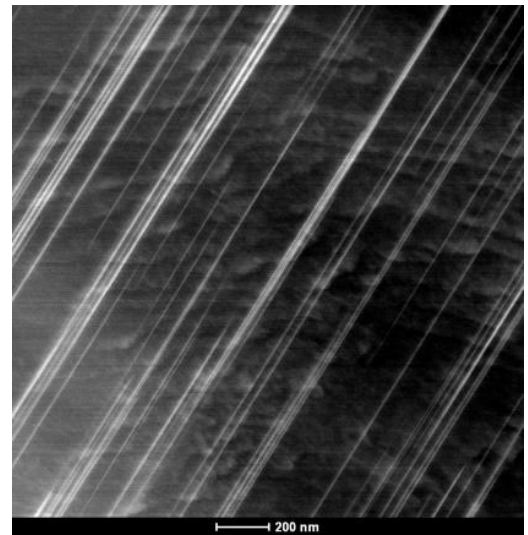
а)



б)

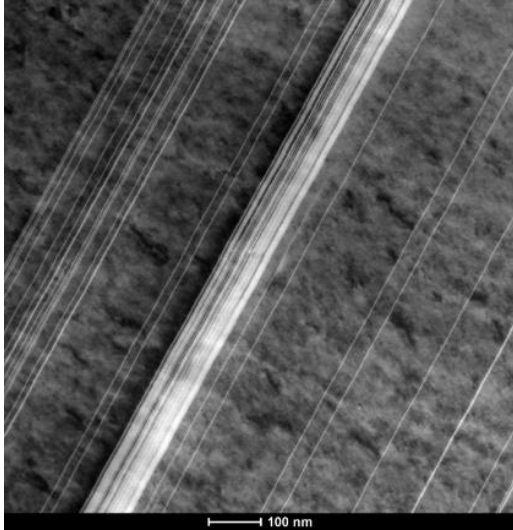


в)

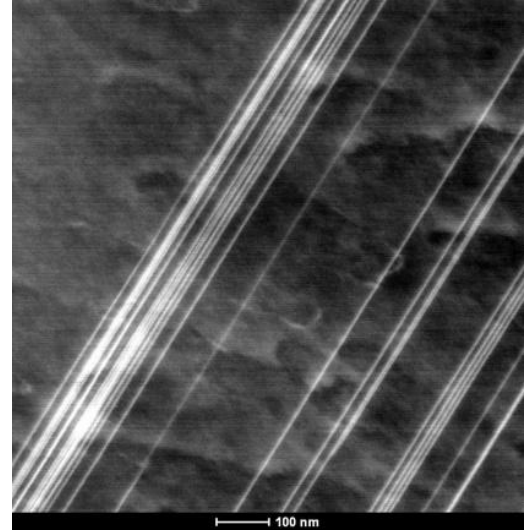


г)

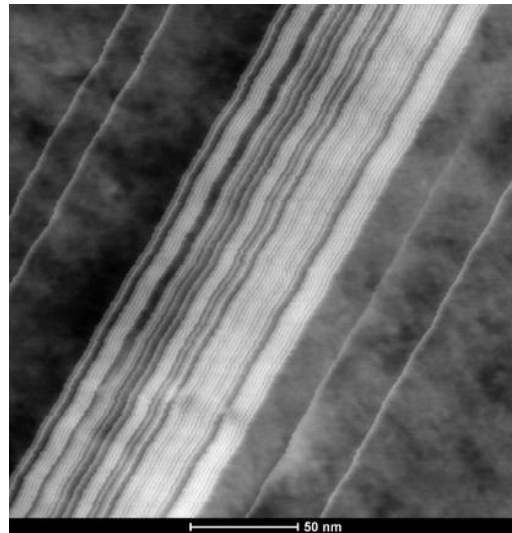
Рисунок 5.1.2.1 Структура образцов сплава ВМЛ26 (светлопольные изображения): а), в) образец 100А; б), г) образец 150А.



а)

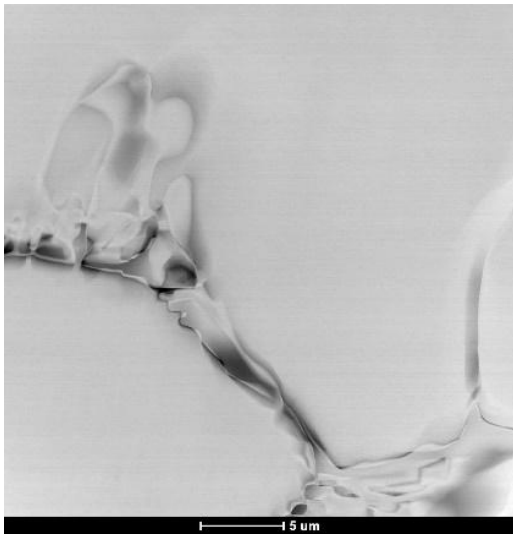


б)

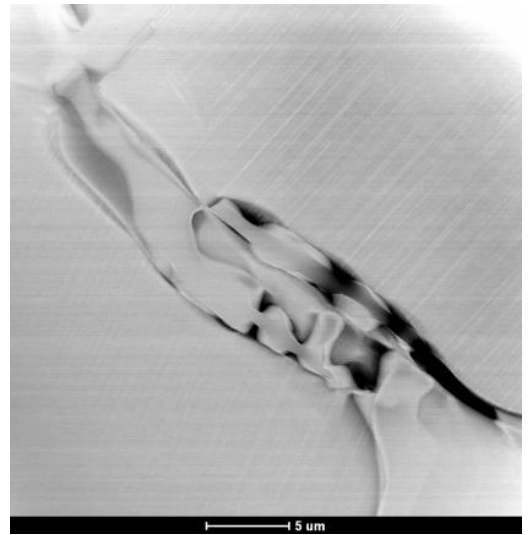


в)

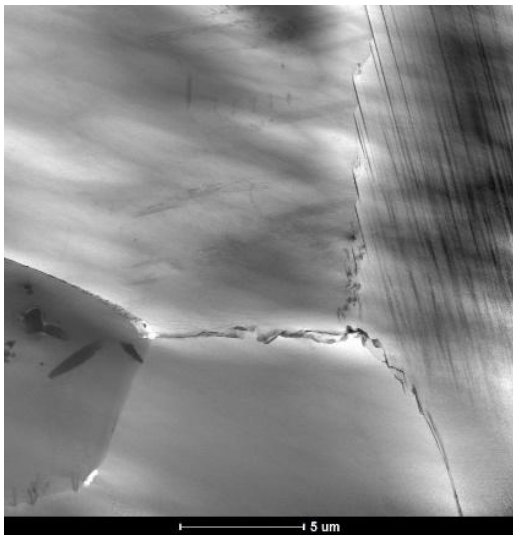
Рисунок 5.1.2.3. Примеры LPSO фаз в объеме зерен α -Mg (HAADF изображения): а), в) образец 100А; б) образец 150А.



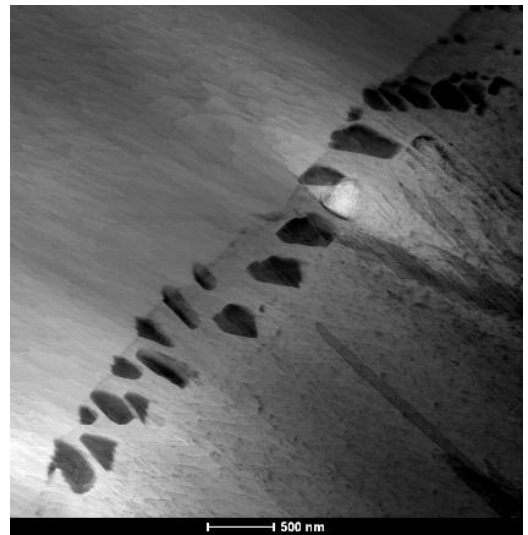
а)



б)

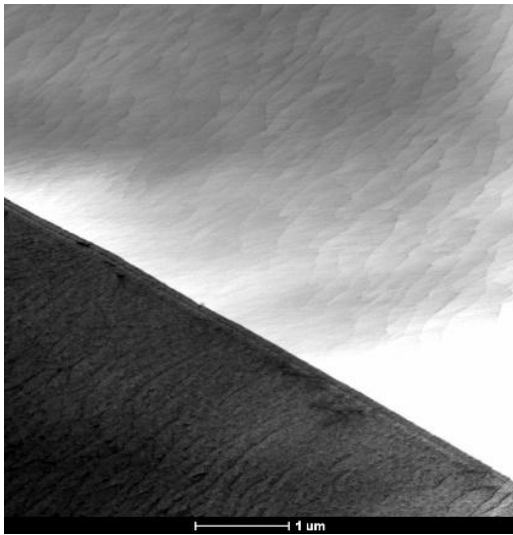


в)

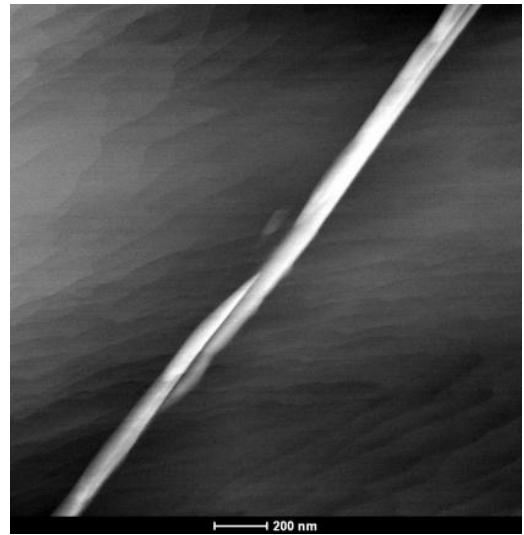


г)

Рисунок 5.1.2.4. Эвтектика и интерметаллидные включения по границам зерен в образцах сплава ВМЛ26: а), в) образец 100А; б), г) образец 150А.



а)



б)

Рисунок 5.1.2.5. Структура сплава ВМЛ26 в образце 100А:

а) два зерна α -Mg; б) зернограничные выделения интерметаллидной фазы

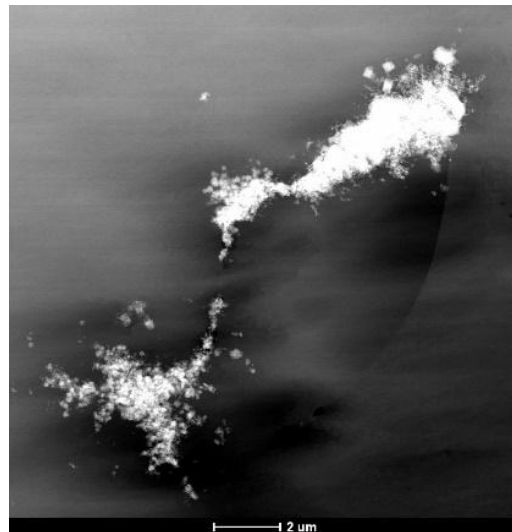
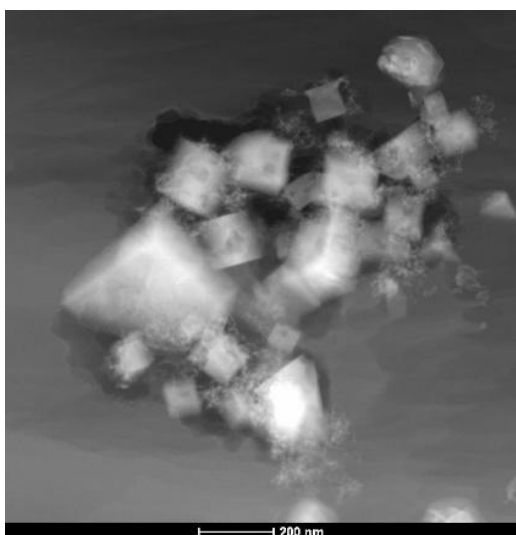
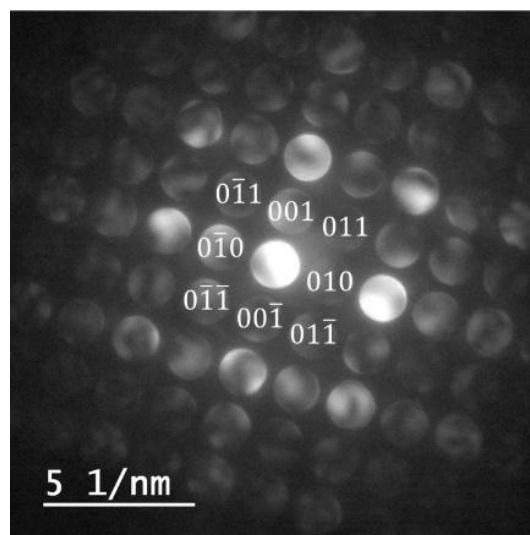


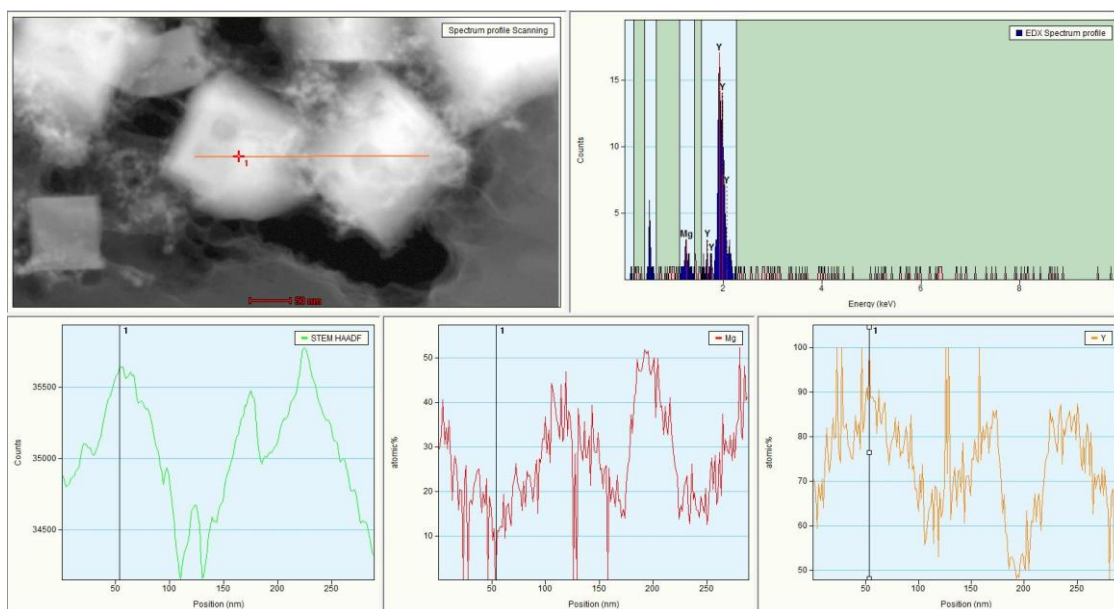
Рисунок 5.1.2.6. Скопления цирконидов иттрия в образцах сплава ВМЛ26, выплавленных с силой тока индуктора 100А:



а)



б)



в)

Рисунок 5.1.2.7. Результаты дифракционного и элементного анализа гидридов иттрия YH_2 : а) темнопольное изображение; б) дифракция в сходящемся пучке, проиндексированная в рефлексах YH_2 , ось зоны $[100]$; в) результаты ЭДС анализа по линии. Присутствие магния – следствие перекрытия с матрицей.

Образование гидридов иттрия YH_2 говорит о локальном перенасыщении расплава водородом и недостаточной дегазации при низкой интенсивности перемешивания. Формирование гидридных частиц приводит к локальной концентрации напряжений и может являться инициатором межзеренного разрушения.

При увеличении силы тока индуктора до 150 А наблюдается уменьшение размеров и количества гидридных включений. Это можно объяснить более эффективной дегазацией расплава и выравниванием концентрационных градиентов.

На основании полученных результатов исследования установлено, что локально в сплаве выявлены области с нерастворенными гидридами иттрия и циркония при использовании силы тока индуктора 100А. Для получения более чистого сплава от включений необходимо использовать нагрев с силой тока индуктора 150А с более интенсивным перемешиванием.

Проведены исследования коррозионной стойкости образцов из магниевого сплава ВМЛ26, выплавленного по различным режимам нагрева. По результатам исследований средняя скорость коррозии по количеству выделившегося водорода составила для режима 100А $1,2 \text{ см}^3/\text{см}^2$, для режима 150А $0,8 \text{ см}^3/\text{см}^2$. Снижение скорости коррозии при режиме 150 А обусловлено уменьшением количества гидридных и оксидных включений, выполняющих роль локальных гальванических пар. Более однородная структура снижает вероятность формирования микрогальванических ячеек и повышает коррозионную стойкость сплава.

Проведены испытания по определению температуры воспламенения и времени остаточного горения. По результатам испытаний температура воспламенения сплава ВМЛ26, выплавленного с использованием фильтрации составила от $840 \text{ }^\circ\text{C}$ до $985 \text{ }^\circ\text{C}$. Время остаточного горения составило от 1:51 мин до 8:06 мин. Полученные данные сопоставимы с результатами, полученными при использовании традиционной технологии с использованием флюса и без использования фильтров.

Проведен отбор проб для определения ликвационной неоднородности сплава ВМЛ26 в зависимости от режима выплавки и с использованием фильтрации и традиционной технологией выплавки. Отбор стружки осуществлялся из верхней, средней и нижней части слитка.

По результатам анализа полученных данных химического состава установлено повышение усвоения таких легирующих элементов, как редкоземельные элементы и цирконий в сплаве ВМЛ26 на 10-15% на режиме 150А по сравнению с традиционной выплавкой с использованием печи с газовым обогревом и флюсовой технологией.

На основании комплекса проведенных исследований механических свойств, химического состава, коррозионной стойкости, огневых испытаний и микроструктуры для дальнейших работ выбран режим выплавки силы тока индуктора 150А

Таким образом установлено, что фильтрация расплава в сочетании с электромагнитным перемешиванием (150 А) обеспечивает:

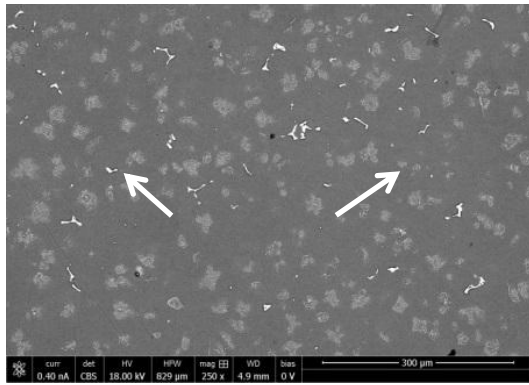
- снижение содержания неметаллических включений;
- уменьшение количества гидридных фаз;
- повышение усвоения редкоземельных элементов и циркония на 10-15 %;
- стабилизацию фазового состава (γ' , LPSO, β_1);
- снижение скорости коррозии на ~30 % по сравнению с режимом 100 А.

Проведены исследования химического состава сплава ВМЛ26, отлитого с использованием фильтрации в атмосфере защитного газа с выбранным режимом силы тока. По результатам анализа полученных данных химического состава установлено повышение содержания редкоземельных элементов (неодим, иттрий, гадолиний, церий) и циркония в сплаве ВМЛ26 на 10-15% по сравнению с традиционной выплавкой с использованием печи с газовым обогревом и флюсовой технологией.

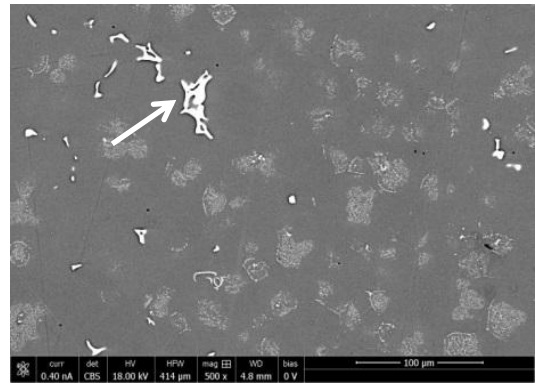
Проведены исследования микроструктуры магниевого сплава ВМЛ26 с использованием фильтрации. Проведенные исследования показали, что образцы, залитые с фильтром в виде стальной сетки и с использованием пенокерамического

фильтра, имеют идентичную структуру: равноосные зерна с неравномерно распределенными в объеме зерен дисперсными частицами игольчатой формы и частицами эвтектической фазы по границам зерен (рис. 5.1.2.8-5.1.2.10). Области дисперсных частиц имеют сферическую форму. В центре областей дисперсных частиц наблюдаются частицы округлой формы на основе циркония (рис. 5.1.2.9 а, г; 5.1.2.10 а, г).

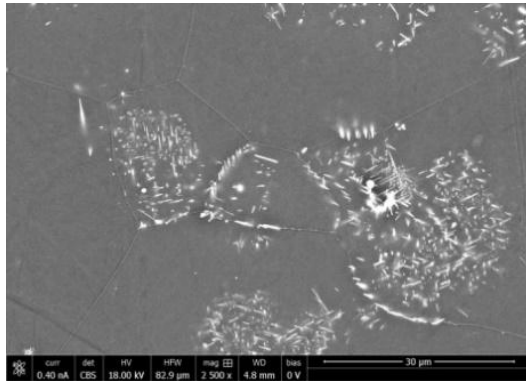
Микроструктура образца без фильтра схожа с микроструктурой образцов, залитых с фильтром в виде стальной сетки и пенокерамическим фильтром. В объеме зерен наблюдаются области сферической формы, отличающиеся от матрицы по композиционному контрасту, однако дисперсных частиц в этих областях методом растровой электронной микроскопии не выявлено, наблюдаются только частицы округлой формы (рис. 5.1.2.10 в - е). Количество эвтектической фазы незначительно меньше в образце без фильтра, чем в образцах с использованием стальной сетки и пенокерамического фильтра.



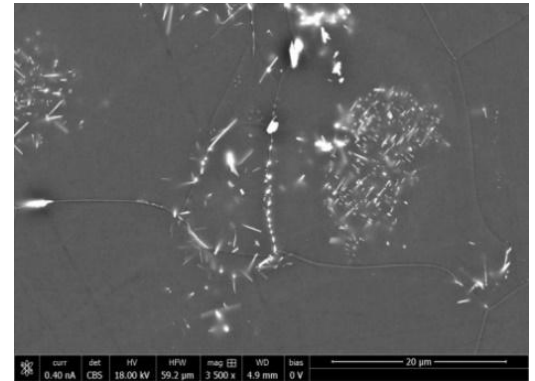
а



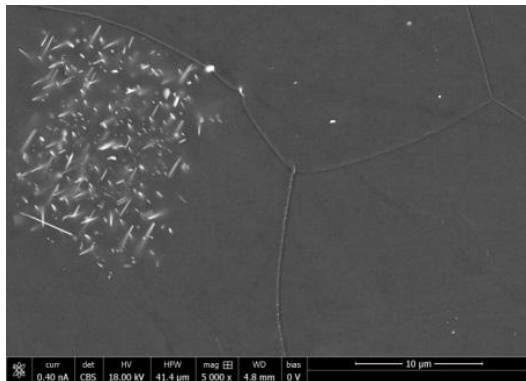
б



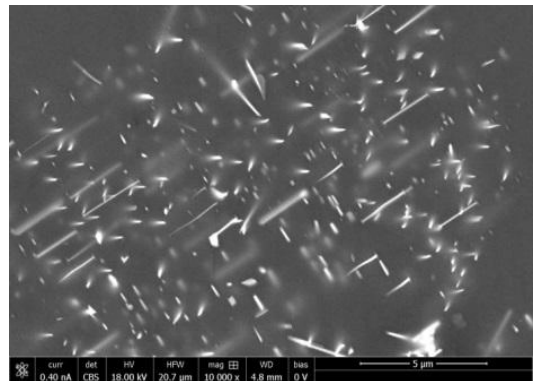
в



г

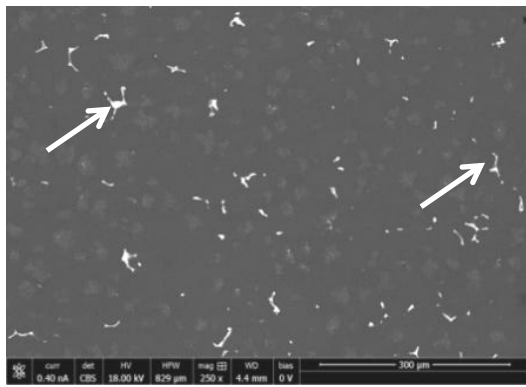


д

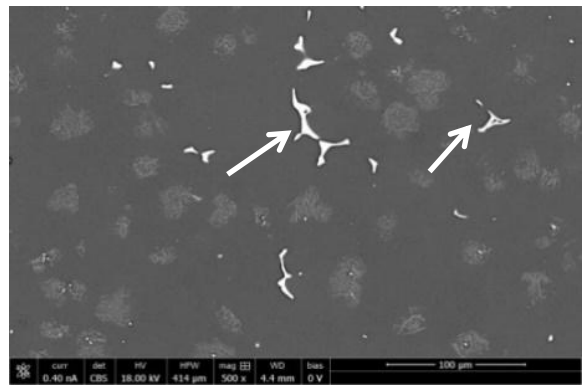


е

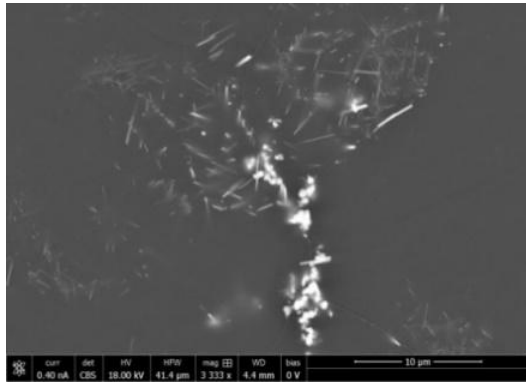
Рисунок 5.1.2.8. Микроструктура образца с стальной сеткой:
а, б – общий вид; частицы эвтектики (указаны стрелками); в-д – области дисперсных частиц в объеме зерен; е – дисперсные частицы



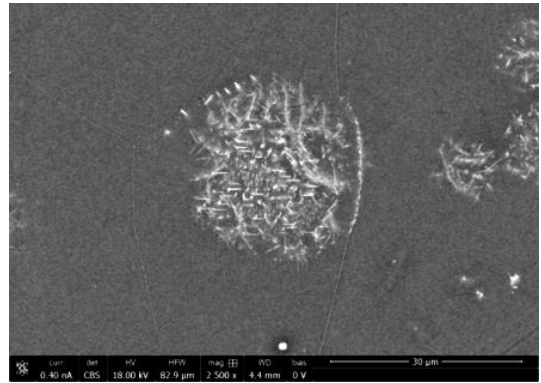
а



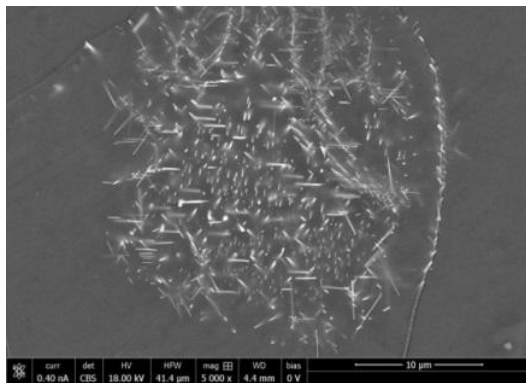
б



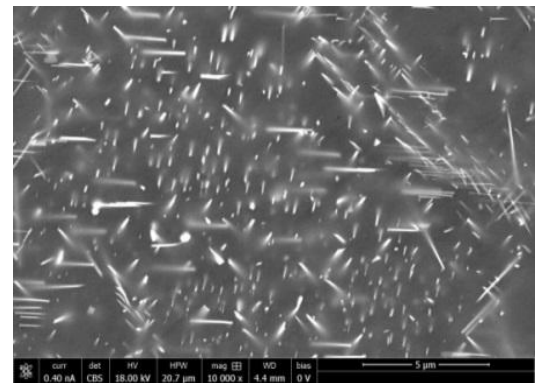
в



г

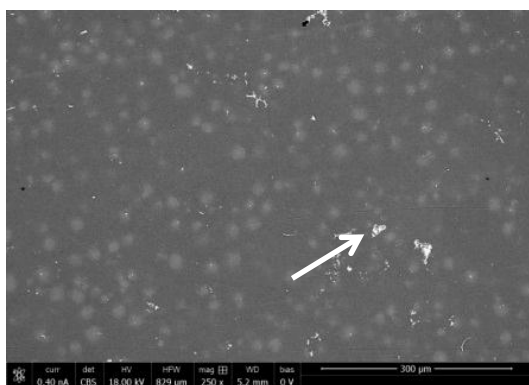


д

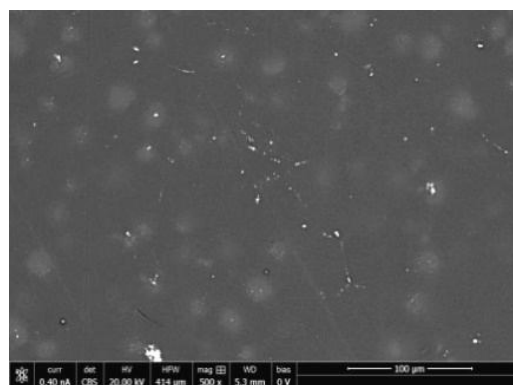


е

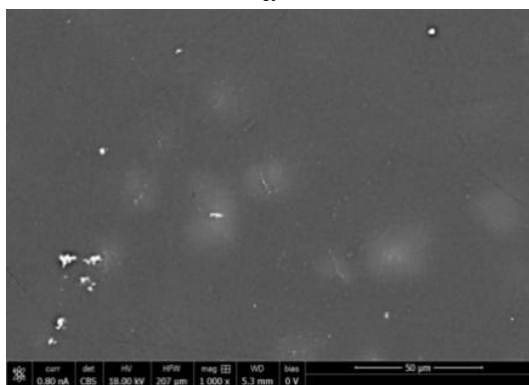
Рисунок 5.1.2.9 Микроструктура образца с пенокерамическим фильтром:
а, б – общий вид; частицы эвтектики (указаны стрелками); в-д – области
дисперсных частиц в объеме зерен; е – дисперсные частицы



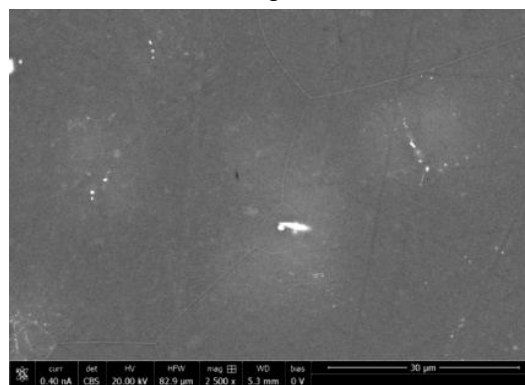
а



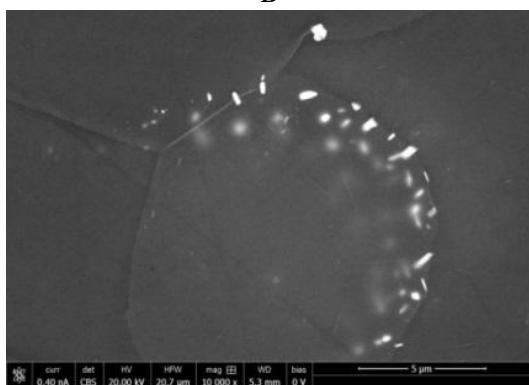
б



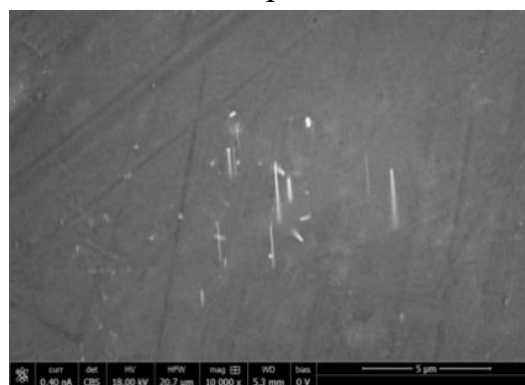
в



г



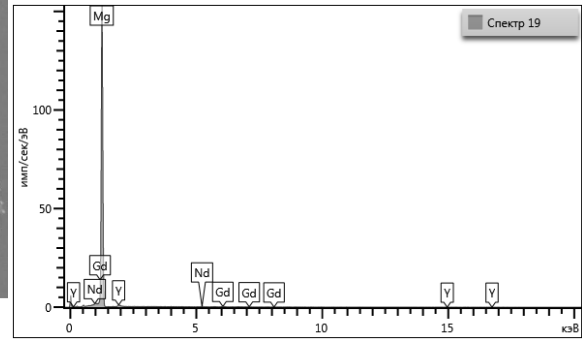
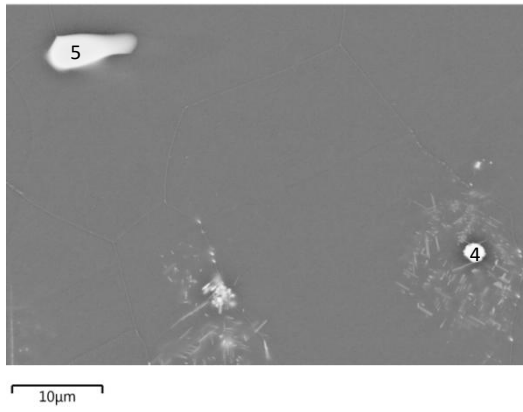
д



е

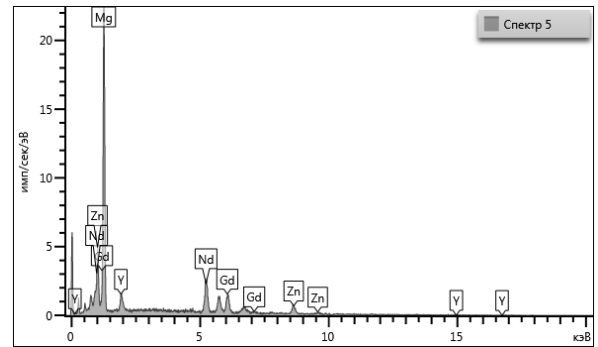
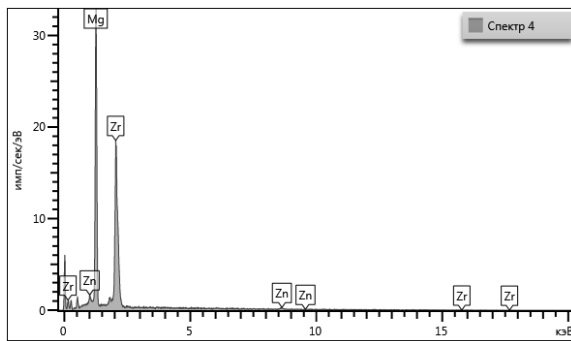
Рисунок 5.1.2.10 Микроструктура образца без фильтра:

а, б – общий вид; частицы эвтектики (указаны стрелками); в-д – области дисперсных частиц в объеме зерен; е – дисперсные частицы



а

б



в

г

Рисунок 5.1.2.11 Данные качественного ЭЗМА (для образцов с сеткой и пенокерамическим фильтром): места проведения анализа (а) и спектры характеристического рентгеновского излучения с мест проведения анализа (б - д)

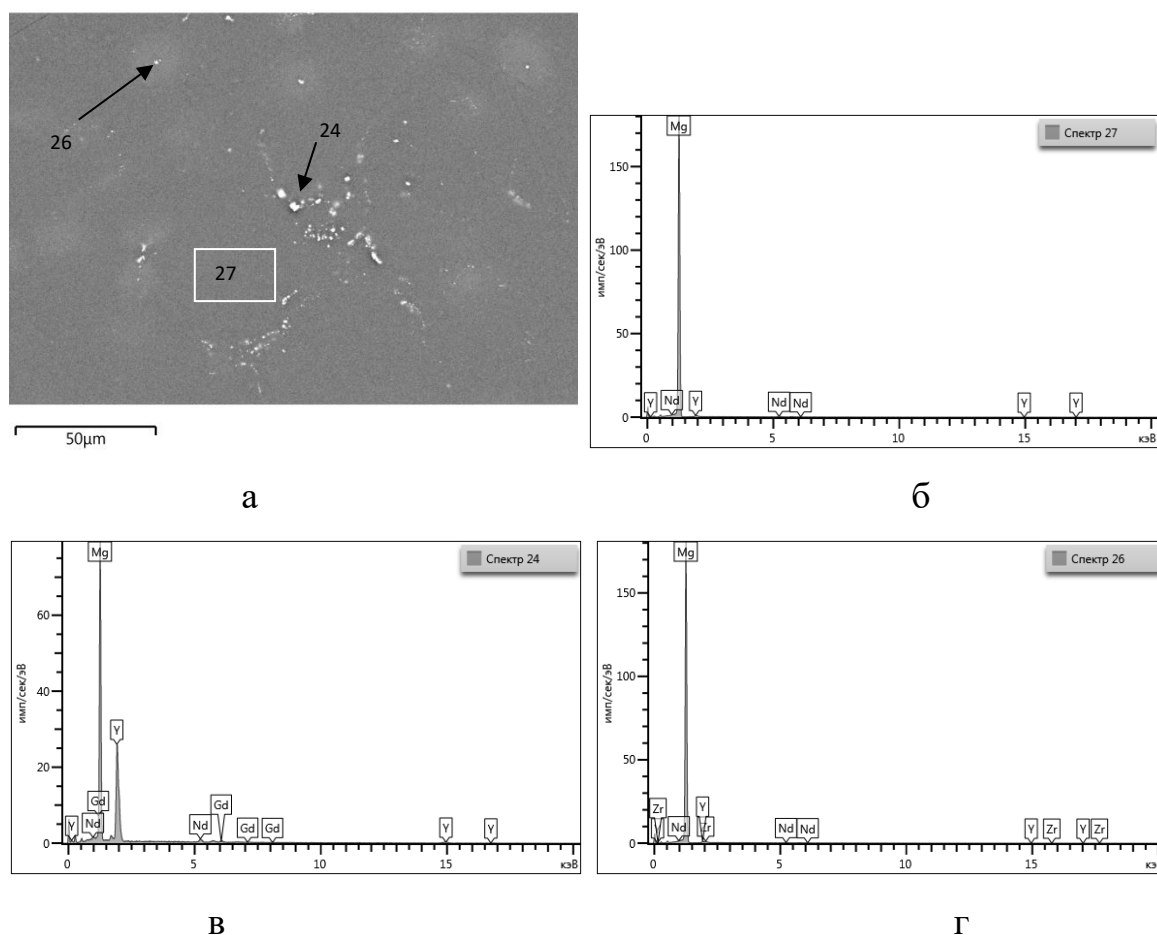


Рисунок 5.1.2.12 Образец без фильтра, данные качественного ЭЗМА: места проведения анализа (а) и спектры характеристического рентгеновского излучения с мест проведения анализа (б - д).

Проведены исследования по определению средней скорости коррозии магниевого сплава ВМЛ26 с использованием фильтрации. По результатам испытаний средняя скорость коррозии для сплава ВМЛ26 составила $0,83 \text{ см}^3/\text{см}^2$.

Определена температура воспламенения и время остаточного горения образцов из магниевого сплава ВМЛ26, выплавленных с использованием фильтрации. По результатам испытаний температура воспламенения сплава ВМЛ26, выплавленного с использованием фильтрации составила от $840 \text{ }^\circ\text{C}$ до $985 \text{ }^\circ\text{C}$, а время остаточного горения составило от 1:51 мин до 8:06 мин. Полученные данные сопоставимы с результатами, полученными при использовании традиционной технологии с использованием флюса и без использования фильтров.

Следует подчеркнуть, что фильтрация расплава не изменяет термодинамически обусловленный фазовый состав сплава, однако она определяет кинетику структурообразования и равномерность распределения упрочняющих фаз.

Удаление оксидных и гидридных включений обеспечивает однородную реализацию механизмов твердорастворного и дисперсионного упрочнения, повышает стабильность межзеренных областей и снижает вероятность локальных зон хрупкого разрушения.

Таким образом, фильтрация выступает не как самостоятельный механизм упрочнения, а как технологический фактор обеспечения структурной воспроизводимости и эксплуатационной надежности сплава ВМЛ26.

5.1.3 Разработка технологии исправления литейных дефектов методом газодинамического напыления применительно к отливкам и деталям

Одним из ключевых этапов промышленной апробации сплава ВМЛ26 является разработка технологии исправления литейных дефектов, неизбежно возникающих при производстве крупногабаритных отливок.

Целью настоящего раздела являлось разработка порошковых композиций (ПК), химически и структурно совместимых со сплавами системы Mg-P3Э-Zr, и отработка параметров холодного газодинамического напыления (ХГН), обеспечивающих восстановление механических и эксплуатационных характеристик материала до уровня не менее 0,85 от основного металла [224].

Проведена выплавка слитков, выбранных составов на основе литейных магниевых сплавов для последующего изготовления порошковых композиций, необходимых для применения при исправлении литейных дефектов на литейных магниевых сплавах системы Mg-P3Э-Zr.

Выплавка слитков для получения порошковых композиций проводилась с использованием печи сопротивления, масса плавки составляла по 15 кг каждая. Для выплавки слитков под распыление в качестве исходных компонентов использовали алюминий А99, гадолиний ГдМ-1, лигатура магний-иттрий, магний-цирконий Л2.

Тугоплавкие компоненты, такие как кремний, гадолиний, иттрий, цирконий вводили в расплав в виде лигатур. Лигатура AlGd10 была изготовлена на производственном участке НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ.

С использованием полученных лигатур изготовлены слитки составов, Al-Mg-Gd, Al-Mg-Y и Al-Mg-Zr. Компоненты вводили в расплав в диапазоне температур 700-900 °С, рафинирование проводили при температуре 760-780 °С, разливали в водоохлаждаемый кристаллизатор при 690-760 °С.

Выбор алюминиевой основы для порошковых композиций обусловлен ее высокой пластичностью при ударном нагружении частиц в процессе ХГН, позволяя обеспечить формирование плотного слоя за счет интенсивной пластической деформации. Легирование Gd, Y и Zr направлено на обеспечение химической совместимости напыляемого слоя с матрицей магниевых сплавов и предотвращение образования гальванических пар.

От полученных слитков отбиралась проба для проведения исследования химического состава.

Проведено исследование химического состава полученных 3 шт. слитков на алюминиевой основе для последующего изготовления порошковых композиций, необходимых для исправления литейных дефектов на литейных магниевых сплавах систем Mg-Al-Zn, Mg-Zn-Zr и Mg-PЗЭ-Zr.

Технологический процесс изготовления порошковых композиций осуществлялся по схеме: получение порошков – основ методом атомизации сплавов, изготовление ПК методом механического легирования полученных основ.

Основы для изготовления ПК массой 75 кг для магниевых сплавов подвергались аэродинамической сепарации и рассеву на целевые фракции с размером частиц до 10 мкм и от 10 до 63 мкм с использованием ультразвуковой просеивающей герметичной установки. Частицы размером более 63 мкм и скрап для дальнейшего использования в процессе газодинамического напыления непригодны.

В таблице 5.2.1 приведен химический состав полученных основ для изготовления ПК для литейных магниевых сплавов с определением массовой доли основных легирующих элементов и примесей в соответствии с МИ 1.2.064, МИ 1.2.068, МИ 1.2.051, МИ 1.2.069, МИ 1.2.062

Таблица 5.2.1. Результаты химического анализа основ для изготовления ПК для литейных магниевых сплавов

Номер композиции	Массовая доля элементов, %										
	Al	Mg	Si	Ti	Gd	Y	Zr	Zn	Fe	Ni	Mn
1	Осн.	2,01	0,008	-	0,95	-	0,003	0,005	0,005	0,003	<0,001
2	Осн.	2,33	0,023	0,012	-	0,36	0,013	0,057	0,007	0,002	0,002
3	Осн.	3,24	0,012	-	-	-	0,26	0,012	0,004	0,003	<0,001

Анализ результатов химического состава основ для изготовления ПК для литейных магниевых сплавов показал, что процесс плавки-атомизации сопровождается выгоранием такого легкоплавкого легирующего элемента, как магний. Потери магния при атомизации обусловлены его высокой упругостью пара при температурах распыления и интенсивным окислением в струе расплава. Данный фактор учитывался при корректировке исходного состава слитков для получения целевых концентраций в порошковой основе.

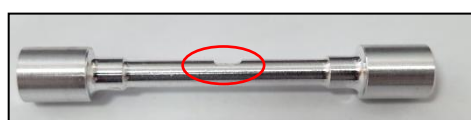
Далее, полученные основы для изготовления ПК разделяли на части с целью последующего смешивания с цинком (порошок ПЦР-0) и электрокорундом Al_2O_3 (зернистость F120). Составы ПК перемешивали на валковой мельнице в течение 1-2 ч.

В таблице 5.2.2 приведены составы ПК для магниевых сплавов системы Mg-PЗЭ-Zr: ПК на основе систем Al-Mg-Gd, Al-Mg-Y, Al-Mg-Zr – для сплавов систем Mg-Zn-Zr, Mg-PЗЭ-Zr.

Таблица 5.2.2. Составы ПК для сплавов на основе магния

Условный номер состава ПК	Номер композиции (основа ПК)	Фракция основы ПК	Материал добавки
1	(Al-Mg-Gd)	<10 мкм	10 % Al ₂ O ₃ + 10% Zn
		от 10 до 63 мкм	
2	(Al-Mg-Y)	<10 мкм	
		от 10 до 63 мкм	
3	(Al-Mg-Zr)	<10 мкм	
		от 10 до 63 мкм	

На индукционной плавильных установке проведена выплавка суммарной массой 200 кг заготовок из пожаробезопасного высокопрочного литейного магниевого сплава ВМЛ26 системы Mg-PЗЭ-Zr, с характерными литейными дефектами (типа пора, раковина). Часть дефектов диаметром от 2,5 до 8,5 мм и глубиной не более 3 мм была получена методом сверления (Рисунок 5.2.1, 5.2.2 и 5.2.3).

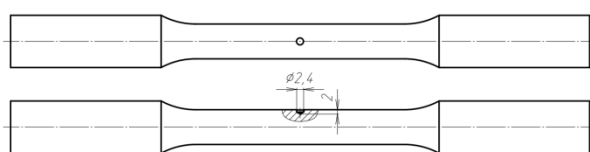


а

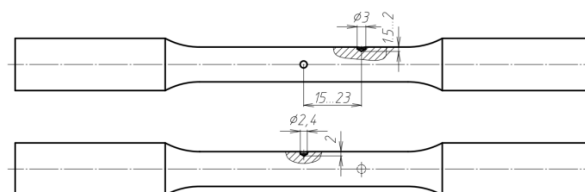


б

Рисунок 5.2.1. Вид изготовленных образцов для проведения механических испытаний. Место до напыления ПК (б) и после напыления ПК (в).



а

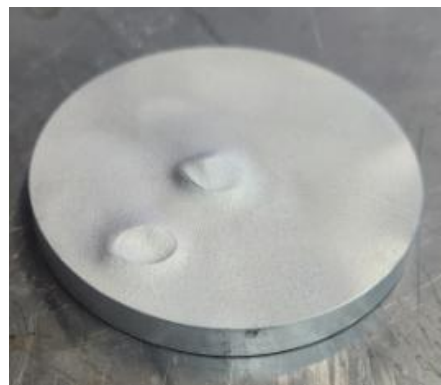


б

Рисунок 5.2.2. Схема расположения дефектов на отдельно отлитых образцах - а, б.



а



б

Рисунок 5.2.3. Вид изготовленных образцов диаметром 50 мм и толщиной 5 мм для проведения коррозионных испытаний и исследования адгезии ЛКП:

а) место, специально подготовленное, для напыления ПК;

б) после напыления КП.

На основании опыта НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ в области исправления литейных дефектов методом холодного газодинамического напыления (ХГН) с использованием серийных ПК проведены выбор и отработка технологических параметров ХГН выбранными ПК на полученные заготовки из литейного магниевого сплава ВМЛ26 [225].

В процессе отработки ПК разделялись по системам и фракциям (таблица 5.2). Определено качество нанесения ПК различных систем и фракций на заготовки. В процессе отработки было определено, что ПК (условные номера состава ПК 1-3) напылялись на заготовки равномерным слоем, с хорошей адгезией ПК и основным слоем без внешних признаков отслаивания и трещин. При напылении ПК с фракцией менее 10 мкм, наблюдалось увеличение расхода и скорости напыления порошка на заготовки. За счет мелкодисперсной фракции ПК наносились равномерным слоем, заполняя недоступные участки дефектов. ПК с фракцией от 10 до 63, при визуальном рассмотрении, образовывали более грубую форму полученного слоя, но исправление дефектов проводилось не менее эффективно по сравнению с фракцией менее 10 мкм. Таким образом, для проведения дальнейших исследований и испытаний применяли составы ПК с условными номерами 1-3.

Повышенная эффективность мелкодисперсной фракции обусловлена большей удельной поверхностью частиц и снижением критической скорости их адгезии при ударе о подложку. Однако увеличение доли фракции <10 мкм приводит к росту расхода порошка и снижению экономической эффективности процесса.

В соответствии с выбранными в процессе обработки технологическим параметрами проведено исправление литейных дефектов методом холодного газодинамического напыления выбранными порошковыми композициями на заготовках из литейного магниевого сплава марки ВМЛ26.

Для оценки применения технологии ХГН для исправления большой площади дефектов, на плоских образцах вырезались канавки 40x3 мм, глубиной 1,0-1,5 мм. На данные углубления напыляли отобранные порошки, затем зачищали заподлицо, с целью придания образцам одинаковой толщины. Изготовленные заготовки из магниевого сплава с нанесенными порошковыми композициями подвергали рентгеновскому просвечиванию рисунок 5.2.4.

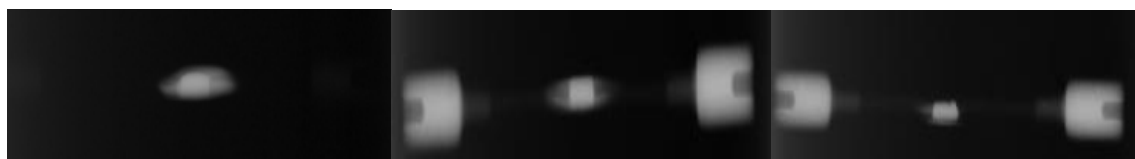


Рисунок 5.2.4. Рентгеновское изображение заготовок из литейного магниевого сплава ВМЛ26 с устраненными литейными дефектами.

По результатам рентгенографического контроля образцов с нанесенными порошковыми композициями установлено, что на образцах с напылением порошковых композиций дефекты не обнаружены. Отсутствие дефектов по результатам рентгенографического контроля свидетельствует о полном заполнении полостей и отсутствии несплавлений или пористости в зоне напыления.

Изготовлены шлифы из образцов сплава ВМЛ26 для исследования структуры участков образцов, подвергнутых газодинамическому напылению, на металлографическом комплексе при увеличениях $\times 50$ - $\times 500$. Микроструктура образцов представлена на рисунке 5.2.5.

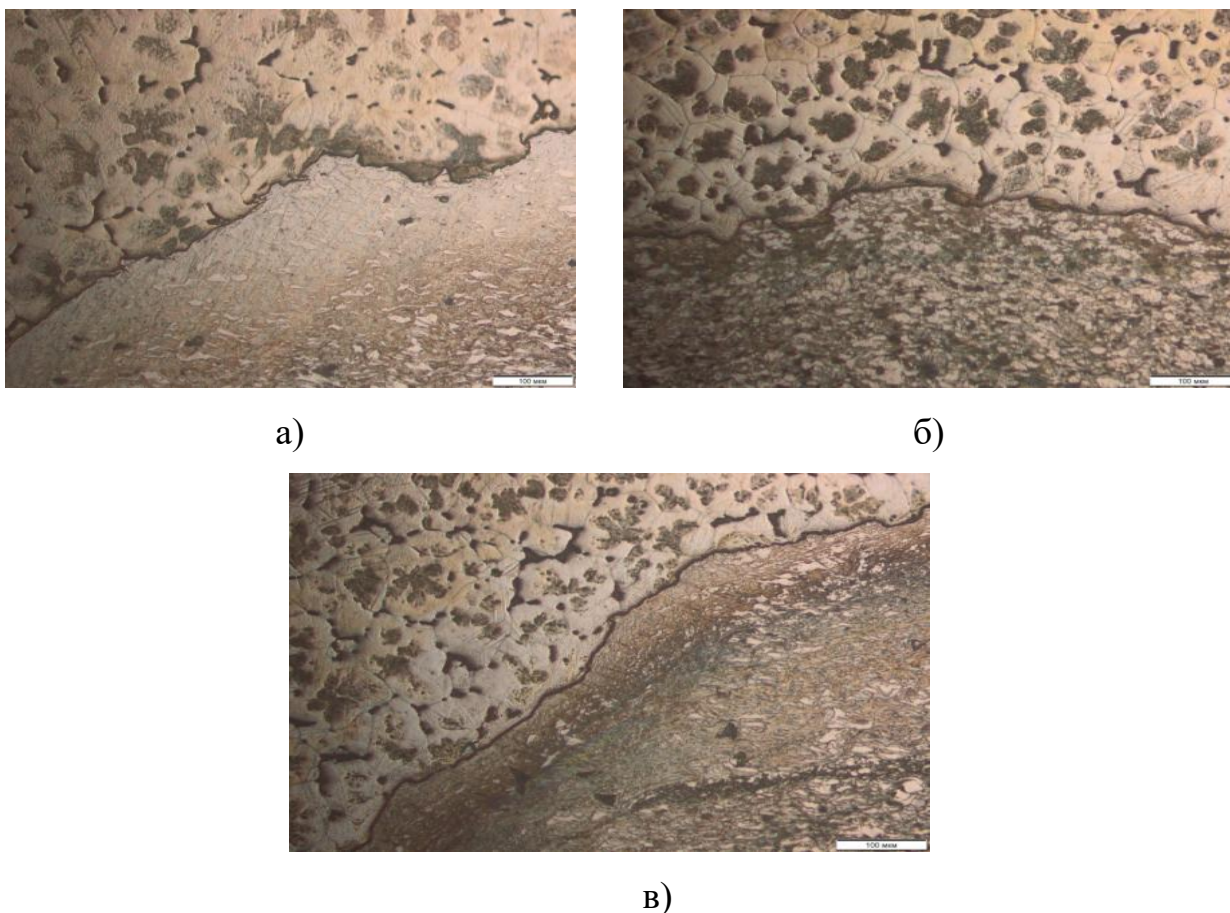


Рисунок 5.2.5. Микроструктура образцов из сплава ВМЛ26 с нанесенными порошковыми композициями с размером фракции < 10 мкм: (а) состав № 1 (Al-Mg-Gd), (б) состав № 2 (Al-Mg-Y), (в) состав № 3 (Al-Mg-Zr).

По результатам анализа структуры образцов из сплава ВМЛ26 с нанесенными порошковыми композициями установлено, что на образцах с напылением порошковых композициями на границе порошок - основной металл порошок плотно прилегает к основному металлу, местами диффундируя в верхний слой основного материала.

В таблице 5.2.3 проведены результаты исследования механических свойств (σ_B , $\sigma_{0,2}$) образцов из заготовок магниевого сплава марки ВМЛ26, с устраненными литейными дефектами.

Таблица 5.2.3. Механические свойства литейного магниевого сплава ВМЛ26

Состав порошковой композиции	Механические свойства сплава ВМЛ26		
	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{B \text{ нап.}} / \sigma_{B \text{ осн}}$
№1	<u>234-252</u> 244	<u>221-238</u> 228	0,79
№2	<u>191-290</u> 223	<u>173-221</u> 196	0,72
№3	<u>274-281</u> 277	<u>205-226</u> 214	0,90

Анализ механических свойств показал, что наилучшие результаты обеспечивает порошковая композиция №3 (Al-Mg-Zr), для которой отношение прочности напыленного слоя к прочности основного металла достигает 0,90.

Более низкие значения для композиций №1 и №2 обусловлены формированием менее пластичной структуры в зоне напыления вследствие присутствия интерметаллидных фаз на основе Gd и Y.

Таким образом, композиция №3 обеспечивает наиболее сбалансированное сочетание адгезии и пластичности напыленного слоя.



а



б

Рисунок 5.2.6. Образцы из сплава ВМЛ26 после механических испытаний. Излом образца $\varnothing 12$ мм (а); излом образца $\varnothing 5$ мм (б).

Проведены испытания на коррозионную стойкость образцов из магниевого сплава ВМЛ26 с участками, подвергнутыми газодинамическому напылению и с нанесенными на них ЛКП в камере соляного тумана (КСТ) в течение 720 ч (1 месяц) в соответствии с ГОСТ 9.912 (рисунок 5.2.7).

В результате исследования установлено, что на поверхности образцов сплава ВМЛ26 системы Mg-Zn-Zr с напылением ПК состава №№ 1-3 коррозионных поражений не наблюдается, что позволяет судить об отсутствии выраженного электрохимического потенциала между зоной напыления и основным металлом, подтверждая правильность выбора химически более совместимой композиции порошка.



Рисунок 5.2.7. Образец после испытания на коррозионную стойкость магниевого сплава в КСТ: вид образцов из магниевого сплава ВМЛ26 без коррозионных поражений. Места напыления указаны стрелкой.

Для проведения исследований адгезии ЛКП образцы из магниевого сплава ВМЛ26 с исправленными дефектами были химоксидированы. На подготовленные образцы наносилось ЛКП (1 слой ЭП-076 + 2 слоя ЭП-140). Адгезию ЛКП испытывали по методу решетчатых надрезов, ГОСТ 15140 (рисунок 5.2.88).



Рисунок 5.2.8. Образцы из магниевого сплава ВМЛ26 после испытаний на адгезию.

По результатам испытаний установлено, что на образцах из сплава ВМЛ26 с напыленными порошковыми композициями № 1 - 3 адгезия 1 балл. Высокая адгезия лакокрасочного покрытия указывает на отсутствие оксидных прослоек и микропористости в зоне напыления.

По результатам исследований структуры, механических свойств, коррозионной стойкости, адгезии заготовок из магниевых сплавов с нанесенными порошковыми композициями выбраны составы порошковых композиций для литейного магниевого сплава системы: Mg-PЗЭ-Zr - состав композиции №3. В качестве добавок выбранных ПК использовался цинковый порошок марки ПЦР-0 и электрокорунд. Состав ПК для магниевых литейных сплавов представлены в таблице 5.2.4.

Таблица 5.2.4. Химический состав ПК №3 на основе системы Al-Mg-Zr для устранения дефектов на отливках (деталях) из сплавов систем Mg-PЗЭ-Zr [232].

Массовая доля элементов, %							
Основные компоненты					Примеси, не более		
Алюминий	Магний	Цирконий	Цинк	Электрокорунд	Железо	Прочие	
						каждой	сумма
Основа	2,0 – 3,1	0,2 – 0,7	8,0-12,0	8,0-12,0	0,05	0,20	1,00

Повышенное содержание циркония в порошковой композиции обеспечивает формирование переходной зоны с дисперсными частицами Zr-содержащих фаз, способствующих повышению адгезии слоя и снижению риска межслойного разрушения.

Выбраны технологические параметры для изготовления ПК из литейных магниевых сплавов, таблица 5.2.5.

Таблица 5.2.5. Технологические параметры для изготовления ПК из литейных магниевых сплавов

Наименование параметра	Значение параметра
Диаметр наконечника направляющей трубки, мм	2,5
Температура расплава перед распылением, °С	815 – 830
Мощность нагрева направляющей трубки (максимальное значение 100), %	85
Время выдержки нагрева направляющей трубки, мин	10
Избыточное давление аргона в плавильной камере, бар	0,25 ± 0,05
Рабочее давление на форсунке, бар	45,0 ± 5,0

Таким образом, разработанная технология холодного газодинамического напыления с использованием порошковой композиции №3 обеспечивает восстановление механических свойств отливок из сплава ВМЛ26 до уровня не менее 0,85-0,90 от прочности основного металла при сохранении коррозионной стойкости и адгезии ЛКП на уровне 1 балла. Полученные результаты подтверждают возможность промышленного применения технологии ХГН для ремонта литейных дефектов в отливках из пожаробезопасных магниевых сплавов системы Mg-PЗЭ-Zr. По результатам исследований запатентован состав порошковой композиции и выпущена технологическая рекомендация.

Выводы по главе 5

1. Установлено, что при промышленном масштабировании технологии выплавки сплава ВМЛ26 системы Mg-PЗЭ-Zr определяющим фактором обеспечения химической однородности и воспроизводимости свойств является управление электромагнитным перемешиванием расплава. Оптимальный диапазон силы тока индуктора 100-150 А обеспечивает снижение ликвационной неоднородности (коэффициент вариации по PЗЭ $\leq 3-5\%$) и повышение временного сопротивления до 304 МПа.
2. Определен оптимальный состав защитной газовой смеси SF₆+CO₂ (1:15), обеспечивающий стабильность плавки, отсутствие возгорания поверхности расплава, повышение коэффициента усвоения редкоземельных элементов и циркония и снижение дефектности литой структуры. При этом достигнута минимизация расхода SF₆ с учетом экологических требований.
3. Показано, что применение фильтрации расплава в сочетании с интенсивным электромагнитным перемешиванием (150 А) обеспечивает:
 - снижение содержания оксидных и гидридных включений;
 - уменьшение количества фаз YH₂;
 - повышение усвоения PЗЭ и циркония на 10-15 %;
 - стабилизацию фаз γ' , LPSO и β_1 ;
 - снижение скорости коррозии до 0,8 см³/см².

4. Установлено, что фильтрация не изменяет термодинамически обусловленный фазовый состав сплава, однако обеспечивает равномерную реализацию механизмов твердорастворного и дисперсионного.
5. Разработаны порошковые композиции на основе системы Al-Mg-Zr для исправления литейных дефектов методом холодного газодинамического напыления, обеспечивающие восстановление прочности отливок из сплава ВМЛ26 до уровня 0,85-0,90 от прочности основного металла.
6. Показано, что применение технологии ХГН не снижает коррозионную стойкость и адгезию лакокрасочного покрытия (1 балл по ГОСТ), подтверждая химическую совместимость напыленного слоя с матрицей магниевого сплава.
7. Разработанные технологические режимы выплавки, фильтрации и исправления дефектов оформлены в виде технологической рекомендации и подтверждают промышленную реализуемость разработанного высокопрочного пожаробезопасного литейного магниевого сплава ВМЛ26.

ГЛАВА 6. Расширение научной концепции комплексного легирования магниевых сплавов на многокомпонентные системы Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr

6.1 Предварительный выбор системы легирования, оценка его свойств и структуры

С целью проверки применимости разработанной концепции комплексного легирования магниевых сплавов редкоземельными элементами с различной растворимостью и склонностью к образованию интерметаллидных фаз для направленного формирования термостабильной дисперсной структуры исследована система Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy), содержащая элементы цериевой и иттриевой подгрупп.

Выбранные экспериментальные составы нового жаропрочного литейного магниевых сплава, легированного РЗЭ имели следующие интервалы легирования:

– Mg-(2,0-3,0)Nd-(0,5-0,7)Zr-(1,8-3,5)Y-(1,2-2,2)Gd-(0,4-1,5)Zn с микродобавками В;

– Mg-(2,0-3,0)Nd-0,7Zr-(2,0-4,0)Gd-0,5Zn с микродобавками Dy, Er, Yb;

– Mg-3,0Nd-0,7Zr-(3,0-4,0)Y-(0,3-0,7)Cd-0,5Zn с микродобавками Dy, Er, Yb.

Достижение повышенных прочностных и жаропрочных свойств разрабатываемого сплава следует осуществлять путем легирования, выбора и оптимизации режимов термической обработки. Перспективным может быть комплексное легирование несколькими РЗЭ иттриевой (Y, Nd) и цериевой (Ce, La, Pr) подгрупп в разных соотношениях. Дорогостоящие РЗЭ, такие как эрбий, гадолиний, самарий, и другие могут быть опробованы в качестве микродобавок, улучшающих жаропрочные характеристики сплава.

Выбор системы Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr обусловлен необходимостью формирования многоуровневой упрочняющей структуры за счет сочетания элементов с различной растворимостью в твердом магнии и различной склонностью к образованию интерметаллидных фаз. Неодим, характеризующийся

сравнительно высокой растворимостью в α -Mg при температурах закалки, обеспечивает эффективное твердорастворное упрочнение и формирование эвтектических структур по границам зерен. Гадолиний и иттрий, относящиеся к иттриевой подгруппе, обладают повышенной температурой плавления и формируют термостабильные интерметаллидные соединения, обеспечивающие устойчивость структуры при повышенных температурах.

Дополнительное введение эрбия и диспрозия обусловлено эффектом лантаноидного сжатия, приводящим к уменьшению атомного радиуса с ростом атомного номера и, соответственно, к увеличению степени искажения кристаллической решетки α -Mg при их растворении. Различие атомных радиусов Nd, Gd, Y, Er и Dy формирует сложное поле упругих напряжений в магниевой матрице, что повышает сопротивление дислокационному скольжению и снижает скорость диффузионных процессов при высокотемпературной эксплуатации. Одновременно элементы иттриевой подгруппы характеризуются высокой энергией образования оксидов, способствуя формированию более термостойкой защитной оксидной пленки и повышению пожаробезопасности сплава.

Отказ от дальнейшего использования церия в данной системе обусловлен его сравнительно меньшей эффективностью в обеспечении длительной термической стабильности по сравнению с тяжелыми редкоземельными элементами иттриевой подгруппы. Таким образом, переход к системе Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr представляет собой логическое развитие разработанной ранее концепции комплексного легирования и направлен на создание неоднородной, термодинамически устойчивой многокомпонентной структуры, обеспечивающей синергетическое повышение прочности, жаропрочности и термической стабильности магниевых сплавов.

Массовая доля легирующих элементов шести экспериментальных составов приведена в таблице 6.1.1. Результаты исследования химического состава представлены в таблице 6.1.2. Установлено, что химический состав полученных заготовок соответствует шихтовому составу по цинку, цирконии, неодиму, гадолинию. Содержание редкоземельных легирующих элементов (иттрия, эрбия и

диспрозия) коррелируется с расчетным составом с учетом погрешности определения содержания легирующих элементов.

Таблица 6.1.1. Расчетный состав экспериментальных составов

Состав жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ	Массовая доля элементов, %			
	Mg	Zn	Zr	сумма РЗЭ (Nd+Gd+Y+Er+Dy)
Состав №1	Остальное	0,5-1,0	0,7-0,8	(Nd+Gd+Y)
Состав №2	Остальное	0,5-1,0	0,7-0,8	(Nd+Y)
Состав №3	Остальное	0,5-1,0	0,7-0,8	(Nd+Gd)
Состав №4	Остальное	0,5-1,0	0,7-0,8	(Nd+Gd+Er)
Состав №5	Остальное	0,5-1,0	0,7-0,8	(Nd+Gd+Er+Dy)
Состав №6	Остальное	0,5-1,0	0,7-0,8	(Nd+Gd+Er+Dy)

Таблица 6.1.2. Химический состав экспериментальных составов сплавов

Состав жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ	Массовая доля элементов, %		
	Zn	Zr	сумма РЗЭ
Состав №1	0,46	0,5-0,8	5,5 (Nd+Gd)
Состав №2	0,55	0,5-0,8	4,6 (Nd+Y)
Состав №3	0,49	0,5-0,8	5,0 (Nd+Gd)
Состав №4	0,41	0,5-0,8	6,6 (Nd+Gd+Er)
Состав №5	0,39	0,5-0,8	6,5 (Nd+Gd+Er+Dy)
Состав №6	0,81	0,5-0,8	9,0 (Nd+Gd+Er+Dy)

Экспериментальные составы жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ, расположены в той области соответствующих диаграмм состояния, где сплав при нагреве может перейти в однофазное состояние, при условии, что температура закалки выше температуры линии сольвуса сплава. Правильно выбранная температура закалки должна обеспечить растворение избыточных фаз в матричном растворе. С целью выбора температуры закалки

изготовлены образцы и определены температуры солидус и ликвидус шести экспериментальных составов литейного магниевых сплава.

Выбор режима термической обработки для многокомпонентной системы Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr осуществлялся с учетом фазовых равновесий, кинетики распада пересыщенного твердого раствора и особенностей формирования дисперсных упрочняющих фаз в условиях многокомпонентного легирования.

В отличие от бинарных и тройных систем Mg-РЗЭ, исследуемая многокомпонентная система характеризуется расширенным интервалом температур существования твердого раствора и более сложным характером фазовых превращений, обусловленным перекрытием областей растворимости отдельных редкоземельных элементов. Это приводит к формированию квазинепрерывной области пересыщенного твердого раствора при нагреве выше линии сольвуса.

С учетом экспериментально определенных температур солидус ($T_S \approx 597-602$ °С) и ликвидус ($T_L \approx 617$ °С) (таблица 6.1.3) температура выдержки под закалку выбиралась исходя из следующих условий:

1. обеспечение максимального растворения эвтектических и интерметаллидных фаз в матричном растворе;
2. исключение локального перегрева и оплавления границ зерен;
3. формирование однородного пересыщенного твердого раствора.

Таблица 6.1.3 Температуры изменения фазового состояния экспериментальных составов.

Наименование температуры, характеризующей изменение фазового состояния сплава при нагреве	Номер экспериментального состава жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ					
	№1	№2	№3	№4	№5	№6
Температура солидус сплава T_s , °С	600	598	602	600	597	599
Температура ликвидус сплава T_L , °С	617	617	617	617	617	617

Температура закалки 530 °С выбрана как компромисс между термодинамической необходимостью растворения избыточных фаз и кинетическими ограничениями диффузии редкоземельных элементов в магниевой матрице. Выдержка в течение 8 ч обеспечивает диффузионное выравнивание концентраций и растворение основной части эвтектических выделений без интенсивной коагуляции зернограничных фаз.

Охлаждение в горячей воде (85-95 °С) применялось с целью снижения термических напряжений в массивных отливках при сохранении скорости охлаждения, достаточной для фиксации пересыщенного твердого раствора. В условиях многокомпонентного легирования устойчивость пересыщенного состояния повышается вследствие замедления диффузии тяжелых редкоземельных элементов.

Старение при температуре 200 °С в течение 12 ч направлено на контролируемый распад пересыщенного твердого раствора с образованием дисперсных интерметаллидных фаз. Выбранная температура обеспечивает оптимальное соотношение между скоростью диффузии редкоземельных элементов и скоростью коагуляции выделений. При данных условиях формируется равномерно распределенная мелкодисперсная упрочняющая фаза внутри зерен,

обеспечивающая дисперсионное упрочнение и повышение сопротивления ползучести при температуре эксплуатации 250 °С.

Таким образом, предварительно выбранный режим Т61 (530 °С, 8 ч + закалка в горячей воде 85-95 °С + старение 200 °С, 12 ч) обеспечивает реализацию совмещенного механизма твердорастворного и дисперсионного упрочнения и является обоснованным для оценки потенциала многокомпонентной системы Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr. Проведенные исследования микроструктуры и механических свойств показали, что при примененном режиме термической обработки часть эвтектических и интерметаллидных фаз сохраняется по границам зерен. Это потребовало уточнения параметров термической обработки с целью более полного растворения избыточных фаз и оптимизации процессов распада пересыщенного твердого раствора.

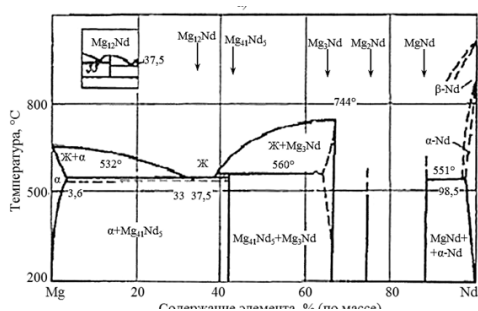
Проведено исследование влияние легирующих элементов и режимов термической обработки на формирование структуры и механические свойства экспериментальных составов.

Исследование микроструктуры шлифов из жаропрочного магниевого сплава, легированного РЗЭ, экспериментальных составов проводили в литом и термически обработанном, по предварительно выбранному режиму Т61, состоянии при увеличениях: x200, x500 и x1000. Травление шлифов осуществляли реактивом №3 (Азотная кислота 0,5-1,0; этиловый спирт 99,5-99,0 мл). Реактивы выбраны в соответствии с ОСТ 1 90360.

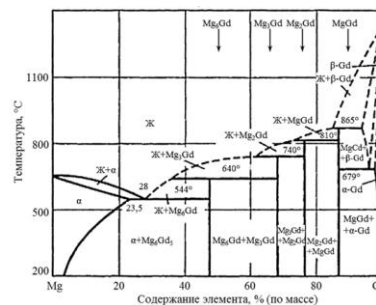
Исследование шлифов экспериментальных образцов жаропрочного магниевого сплава позволило определить (в соответствии с диаграммами состояния) фазовый и структурный состав сплава, форму и размер зерен, степень однородности сплава.

Как отмечено ранее, редкоземельные элементы составляют группу близких между собой по свойствам химических элементов, расположенных в 3А подгруппе Периодической системы Д.И. Менделеева от лантана до лютеция, включая скандий и иттрий. РЗЭ делятся на две основные подгруппы: цериевую (лантан, церий, празеодим, неодим и др.) и иттриевую (иттрий, гадолиний, тербий, диспрозий,

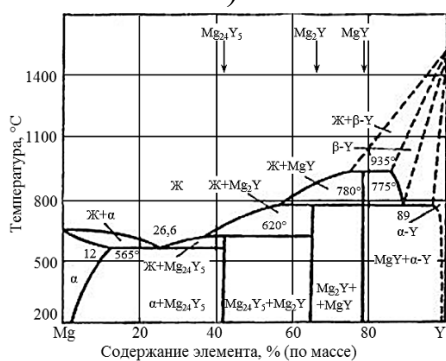
гольмий, эрбий и др.). РЗЭ имеют общие химические свойства, обусловленные близкими по строению внешними электронными оболочками атомов [2], что, в свою очередь, объясняет одинаковый тип диаграмм состояния эвтектического типа и возможность образования с магнием химических соединений и значительных областей твердых растворов. На рисунке 6.1.1 представлены диаграммы состояния Mg-Nd, Mg-Gd, Mg-Er, Mg-Dy, Mg-Nd-Zr.



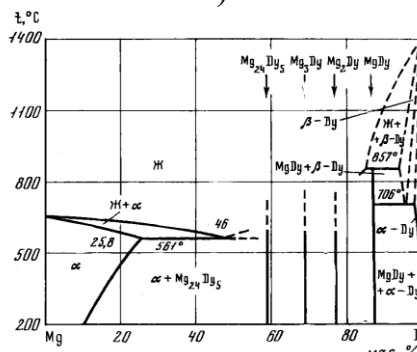
а)



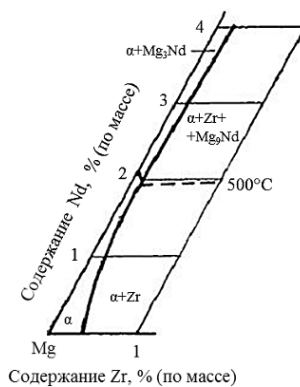
б)



в)



г)



д)

Рисунок 6.1.1. Диаграммы состояния Mg-Nd (а), Mg-Gd (б), Mg-Y (в), Mg-Dy (г), Mg-Nd-Zr (д)

Анализ представленных диаграмм состояния Mg-Nd, Mg-Gd, Mg-Er, Mg-Dy и Mg-Nd-Zr показывает, что все бинарные системы Mg-РЗЭ относятся к эвтектическому типу с ограниченной растворимостью редкоземельных элементов в твердом магнии и образованием устойчивых интерметаллидных фаз. Общность типа фазовых диаграмм является принципиально важным обстоятельством, поскольку при переходе к многокомпонентной системе Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr сохраняется базовая термодинамическая схема фазообразования: α -твердый раствор на основе магния + интерметаллидные соединения редкоземельных элементов.

При температурах закалки растворимость редкоземельных элементов в α -Mg существенно возрастает, обеспечивая возможность формирования пересыщенного твердого раствора. При последующем старении происходит распад пересыщенного состояния с выделением дисперсных интерметаллидных фаз. В условиях многокомпонентного легирования процесс распада приобретает более сложный характер вследствие перекрытия областей растворимости отдельных РЗЭ и возможного образования комплексных фаз переменного состава.

Следует отметить, что тяжелые редкоземельные элементы иттриевой подгруппы (Gd, Dy, Er) характеризуются более высокой температурой плавления и большей термической стабильностью интерметаллидов по сравнению с элементами цериевой подгруппы. Это определяет повышенную устойчивость образующихся фаз при длительной выдержке при температурах 200-300 °С. Одновременно различие атомных радиусов Nd, Gd, Er и Dy приводит к формированию в магниевой матрице неоднородного поля упругих напряжений, способствуя повышению сопротивления движению дислокаций.

Таким образом, многокомпонентная система Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr может быть рассмотрена как развитие бинарных эвтектических систем с формированием иерархической структуры, включающей:

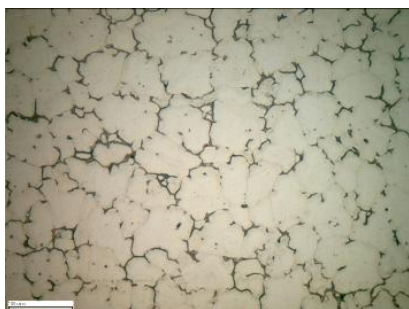
- α -твердый раствор магния, пересыщенный редкоземельными элементами;
- зернограничную эвтектику на основе соединений типа $(\text{MgZn})_{12}\text{Nd}$, Mg_6Gd и комплексных фаз Mg-(Gd,Er,Dy);

– дисперсные внутрикристаллические выделения, формирующиеся при старении.

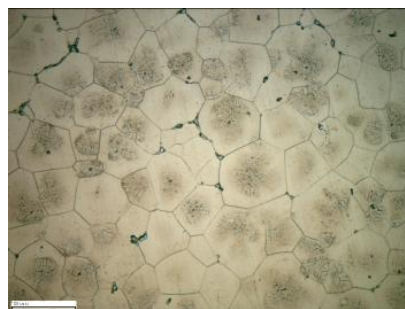
Такое структурное состояние создает предпосылки для реализации выявленного ранее многоуровневого механизма упрочнения: твердорастворного - за счет искажения кристаллической решетки; дисперсионного - за счет образования мелкодисперсных интерметаллидов; и структурного - за счет закрепления границ зерен эвтектическими фазами.

Исследование микроструктуры экспериментальных составов в литом состоянии показало формирование типичной для эвтектических систем структуры, состоящей из α -твердого раствора магния и зернограничной эвтектики. Эвтектическая составляющая включает соединения типа $(MgZn)_{12}Nd$, Mg_6Gd , а также комплексные фазы, содержащие тяжелые редкоземельные элементы. Наличие циркония обеспечивает измельчение зерна и формирование преимущественно равноосной структуры. Введение нескольких редкоземельных элементов приводит к усложнению фазового состава и формированию фаз переменного состава, характерных для многокомпонентных систем. Такое состояние можно рассматривать как неоднородную систему, в которой матрица и зернограничные области отличаются по химическому составу и термической стабильности. После термической обработки по режиму T61 наблюдается частичное растворение эвтектических фаз и формирование пересыщенного твердого раствора. При старении внутри зерен выделяются мелкодисперсные частицы интерметаллидов, равномерно распределенные по объему матрицы. Дисперсные выделения создают препятствия движению дислокаций, а оставшаяся по границам зерен эвтектика выполняет функцию стабилизации зеренной структуры при повышенных температурах.

Таким образом, формируется многоуровневая упрочняющая структура, сочетающая внутрикристаллическое дисперсионное упрочнение и зернограничную стабилизацию.

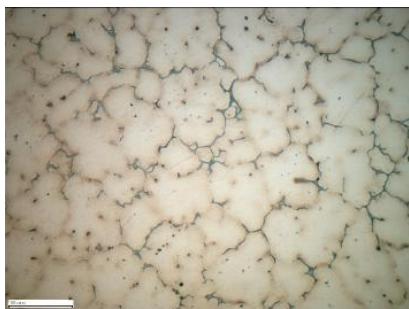


Состав №1, литое состояние

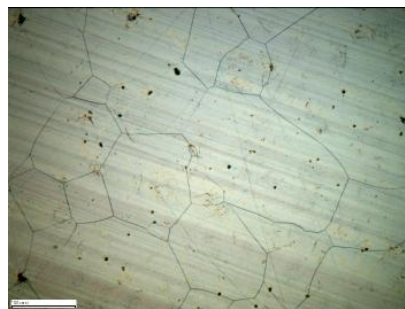


Состав №1, состояние Т61

а)



Состав №2, литое состояние

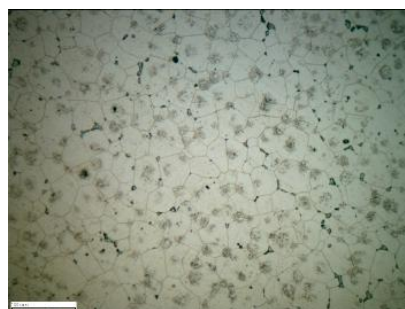


Состав №2, состояние Т61

б)

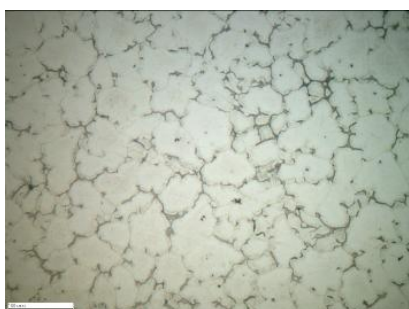


Состав №4, литое состояние

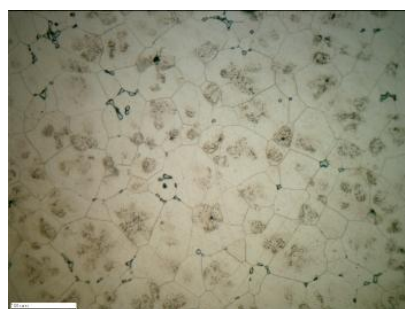


Состав №4, состояние Т61

в)



Состав №5, литое состояние

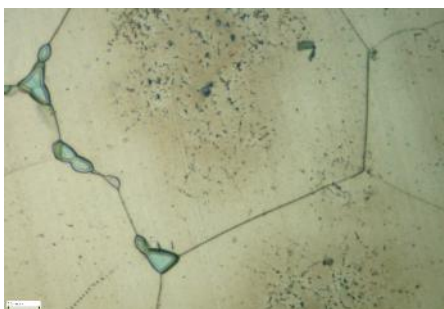


Состав №5, состояние Т61

г)

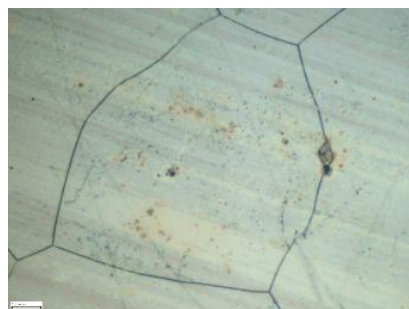
Рисунок 6.1.2. Микроструктура экспериментальных составов жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ, увеличение $\times 200$, в литом и Т61 состояниях:

- а) состав №1 Mg-Nd-Gd-Zn-Zr; б) состав №2 Mg-Nd-Y-Zn-Zr;
- в) состав №4 Mg-Nd-Gd-Er-Zn-Zr; г) состав №5 Mg-Nd-Gd-Er-Dy-Zn-Zr.



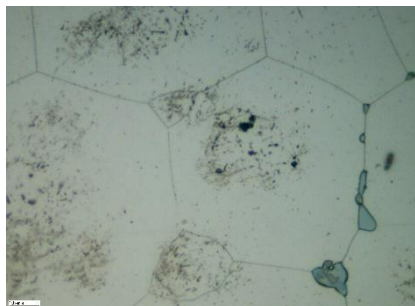
Состав №1, состояние Т61

а)



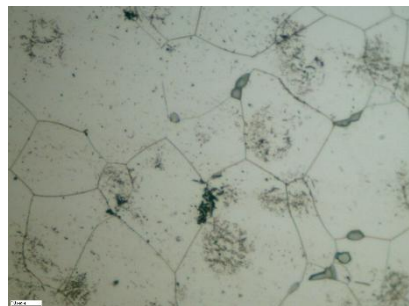
Состав №2, состояние Т61

б)



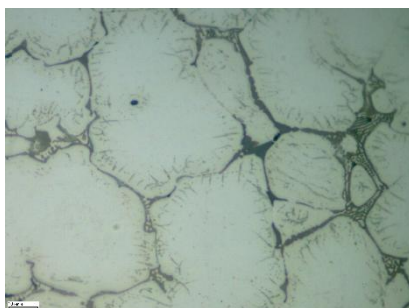
Состав №3, состояние Т61

в)



Состав №4, состояние Т61

г)



Состав №5, состояние Т61

д)

Рисунок 6.1.3. Микроструктура экспериментальных составов жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ, увеличение $\times 1000$ в термообработанном по режиму Т61 состоянии: а) состав №1; б) состав №2; в) состав № 3; г) состав № 4; д) состав № 5

При исследовании влияния термической обработки на механические свойства и микроструктуру сплава экспериментально установлено, что при примененном режиме не все упрочняющие фазы переходят в твердый раствор. Исходя из изложенного, имеется резерв повышения свойств, для этого необходима разработка специальной технологии термической обработки. Результаты механических свойств приведены в таблице 6.1.4.

Таблица 6.1.4. Средние значения механических свойств экспериментальных составов литейного магниевого сплава

Состав жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ	Средние значения механических свойств экспериментальных составов литейного магниевого сплава		
	Временное сопротивление, σ_B , МПа	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение, δ , %
Состав №1	270,0	220,5	1,62
Состав №2	260,5	218,5	2,66
Состав №3	277,0	209,0	2,03
Состав №4	266,0	209,5	1,50
Состав №5	283,5	217,0	1,54
Состав №6	265,0	207,0	1,30

Анализ механических свойств экспериментальных составов показал, что изменение набора редкоземельных элементов приводит к нелинейному изменению прочностных характеристик благодаря синергетическому характеру их совместного влияния. Повышение суммарной концентрации РЗЭ сопровождается ростом предела текучести при одновременном снижении пластичности. Исходя из анализа микроструктуры, это объясняется увеличением объемной доли эвтектических и интерметаллидных фаз по границам зерен.

Составы, содержащие тяжелые редкоземельные элементы иттриевой подгруппы (Gd, Dy, Er), демонстрируют более высокий уровень предела текучести по сравнению с системами, легированными только Nd и Gd. Это связано с повышенным вкладом твердорастворного упрочнения вследствие большего размерного несоответствия атомов тяжелых РЗЭ и магния, а также с формированием более термостабильных дисперсных выделений.

Снижение относительного удлинения до 1,3-2,6 % обусловлено наличием остаточной эвтектики по границам зерен и локальными концентрационными неоднородностями.

Полученные результаты подтверждают, что переход к многокомпонентной системе Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr обеспечивает перераспределение вкладов механизмов упрочнения и повышение сопротивления началу пластической деформации при сохранении пластичности на уровне 1,5-2,5 %.

Определены значения предела длительной прочности после выдержки в течение от 100 до 200 ч при температуре 250 °С. Данные жаропрочности образцов шести экспериментальных составов приведены в таблице 6.1.5.

Таблица 6.1.5. Средние значения жаропрочности экспериментальных составов литейного магниевого сплава при температуре испытания 250 °С

Состав жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ	Напряжение, $\sigma_{\text{в}}^{250}$, МПа	Время испытания до разрушения образца, т, ч
Состав №1	100	113
Состав №2	100	110
Состав №3	100	100
Состав №5	100	119

Результаты испытаний на длительную прочность при температуре 250 °С показывают, что введение тяжелых редкоземельных элементов способствует повышению устойчивости структуры к ползучести. В условиях длительного нагружения основной вклад в сопротивление разрушению вносит дисперсная фаза, формирующаяся при старении, а также стабилизированная эвтектика по границам зерен.

Повышение длительной прочности при $\sigma_{100}^{250} = 100-105$ МПа объясняется снижением скорости диффузионных процессов и подавлением межзеренной ползучести. Это обусловлено формированием термостабильных интерметаллидов, содержащих Gd, Dy и Er, которые обладают более высокой температурой

плавления и большей энергией межатомной связи по сравнению с соединениями Nd.

На основании проведенных исследований механических свойств экспериментальных составов при комнатной и повышенных температурах выбран экспериментальный состав: Mg-(2,0-3,0)Nd+(1,0-2,0)Gd+(1,0-2,0)Dy+(0,1-0,5)Er-(0,3-1,0)Zn-(0,4-0,8)Zr

6.2 Исследование влияния введения добавок кадмия в жаропрочный литейный магниевый сплав, легированный РЗЭ, на его структуру и свойства

Дополнительное развитие концепции комплексного легирования многокомпонентной системы Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr связано с целенаправленным усилением твердорастворного механизма упрочнения без существенного увеличения объемной доли интерметаллидных фаз. С этой целью в базовую систему введен кадмий.

Выбор кадмия обусловлен его неограниченной растворимостью в магнии в твердом состоянии и значительным размерным несоответствием атомов Cd и Mg ($r_{Cd} = 1,885 \text{ \AA}$; $r_{Mg} = 1,623 \text{ \AA}$), приводящих к выраженному искажению кристаллической решетки α_{Mg} . Степень размерного несоответствия составляет порядка 16 %, что создает устойчивое поле упругих напряжений в матрице и повышает сопротивление началу дислокационного скольжения.

В отличие от редкоземельных элементов, формирующих преимущественно интерметаллидные соединения и обеспечивающих дисперсионное упрочнение, кадмий реализует преимущественно механизм твердорастворного упрочнения. Таким образом, его введение направлено на изменение соотношения вкладов механизмов упрочнения и повышение предела текучести без чрезмерного роста зернограницной эвтектики.

С термодинамической точки зрения система Mg-Cd характеризуется непрерывной областью твердых растворов (рисунок 6.2.1), что исключает образование крупных хрупких интерметаллидных фаз и позволяет использовать

кадмий как элемент матричной стабилизации. В условиях многокомпонентного легирования присутствие Cd дополнительно замедляет диффузионные процессы в α_{Mg} , положительно влияя на термическую стабильность упрочняющей структуры.

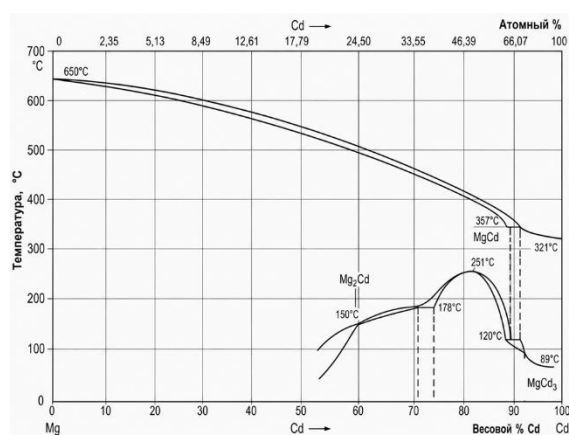


Рисунок 6.2.1. Диаграмма состояния магний-кадмий.

Корректировка технологических параметров плавки и литья была проведена исходя из того, что в состав сплава был введен новый упрочняющий элемент кадмий. В результате параметры плавки были изменены: металлический кадмий вводили одновременно с цинком; после полного растворения металлов производили тщательное перемешивание расплава, затем снимали с поверхности расплава шлаки и поднимали температуру расплава до необходимой.

Термическую обработку опытной партии жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ, проводили по режиму Т61.

Проведены предварительные испытания опытной партии термически обработанного жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ, марки ВМЛ25. Результаты проведенных испытаний на растяжение с определением (σ_B , $\sigma_{0,2}$ и δ) при 20 °С и длительной прочности (σ_{100}^{250}) опытной партии жаропрочного литейного магниевого сплава представлены в таблицах 6.2.1 и 6.2.2.

Таблица 6.2.1. Значения механических свойств опытной партии термически обработанного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ.

Номер плавки	Номер образца	Значения механических свойств		
		Временное сопротивление, σ_b , МПа	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение, δ , %
Плавка №1	1	270,0	227,0	3,5
	2	282,0	229,0	3,8
Среднее значение:		276,0	228,0	3,65
Плавка №2	3	255,0	217,0	1,6
	4	275,0	225,0	2,7
Среднее значение:		265,0	221,0	2,15
Плавка №3	5	272,0	221,0	2,5
	6	272,0	223,0	2,1
Среднее значение:		272,0	222,0	2,3
Плавка №4	7	276,0	220,0	2,5
	8	262,0	219,0	2,0
Среднее значение:		269,0	219,5	2,25
Плавка №5	9	275,0	233,0	3,3
	10	271,0	225,0	2,2
Среднее значение:		273,0	229,9	2,75
Плавка №6	11	279,0	225,0	2,6
	12	277,5	228,0	2,3
Среднее значение:		278,0	226,5	2,45
Плавка №7	13	263,0	212,0	1,5
	14	282,0	227,5	3,8
Среднее значение:		272,5	220,0	2,65
Плавка №8	15	272,0	223,0	2,5
	16	257,0	223,0	1,7
Среднее значение:		264,5	223,0	2,1

Таблица 6.2.2. Значения предела длительной прочности опытной партии термически обработанного жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ.

№ пл.	№ образца	σ_{100}^{250} , МПа	Длительная прочность, ч	Примечание
1	1-1	100	239	Без разрушения
1	1-2	100	239	Без разрушения
2	2-1	100	154	Разрушение
2	2-2	100	211	Без разрушения
3	3-1	100	177	Разрушение
3	3-2	100	192	Разрушение
4	4-1	100	205	Разрушение
4	4-2	100	221	Без разрушения
5	5-1	100	216	Без разрушения
5	5-2	100	231	Без разрушения
6	6-1	100	250	Без разрушения
6	6-2	100	199	Разрушение
7	7-1	100	251	Без разрушения
7	7-2	100	204	Разрушение
8	8-1	100	160	Разрушение
8	8-2	100	190	Разрушение

Анализ данных, приведенных в таблицах 6.2.1 и 6.2.2 показал, что:

- среднее значение кратковременной прочности опытной партии $\sigma_B^{20}=273$ МПа;
- среднее значение пределов прочности и текучести ($\sigma_{0,2}=223$ МПа) выше, чем у сплава – аналога МЛ10 ($\sigma_B^{20}=235$ МПа, $\sigma_{0,2}=140,0$ МПа);
- среднее значение относительного удлинения $\delta=1,9-2,0$ %, что ниже среднего значения удлинения циркониевых магневых сплавов, и указывает на недостаточно высокую пластичность сплава, связаную с ликвационными явлениями и неметаллическими включениями, т.е. для достижения более стабильных результатов повышения пластичности требуется корректировка технологии плавки и литья разрабатываемого жаропрочного литейного магниевого сплава в части рафинирования и дополнительной фильтрации;

- значения предела длительной прочности $\sigma_{100}^{250} \geq 100-110$ МПа превышают на 30 % длительную прочность сплава - аналога МЛ10 ($\sigma_{100}^{250} = 70$ МПа).

Проведенное визуальное исследование изломов образцов после предварительных испытаний показало, что все образцы, имеющие предел кратковременной прочности σ_B^{20} ниже 270 МПа, имели на изломе неметаллические включения либо газовые раковины. Для устранения этих дефектов необходима корректировка технологии плавки и литья жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ.

С целью выяснения механизма упрочнения, состава микроструктуры сплава, равноосности зеренного состава и равномерности распределения легирующих элементов были проведены металлографические исследования опытной партии жаропрочного магниевого сплава в литом и термически обработанном состояниях.

Установлено, что:

- микроструктура жаропрочного магниевого сплава в литом состоянии представляет собой α -твердый раствор неодима, гадолиния, цинка, циркония и кадмия в магнии, эвтектики по границам зерен, в состав которой входят соединения $(MgZn)_{12}Nd$, Mg_6Gd , и, возможно, $Mg[GdErDy]_x$, а также циркониды $(Zn_2Zr, ZnZr)$;

- микроструктура литых образцов разработанного сплава соответствует микроструктуре жаропрочных магниевых сплавов;

- при закалке по режиму Т61 не все упрочняющие фазы переходят в твердый раствор, т.е. имеется резерв для повышения уровня механических свойств материала. Для обеспечения стабильных значений кратковременной прочности при 20° С (Рисунки 6.2.2, 6.2.3, 6.2.4, 6.2.5).

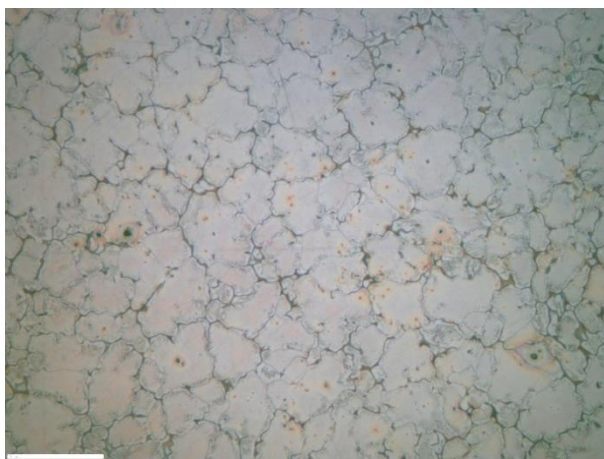
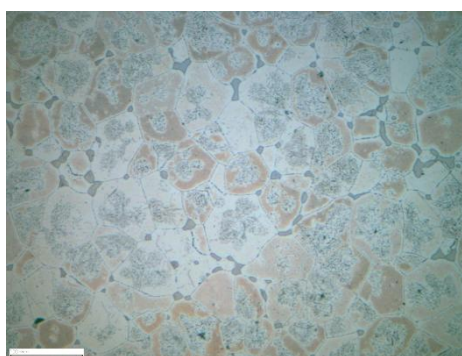
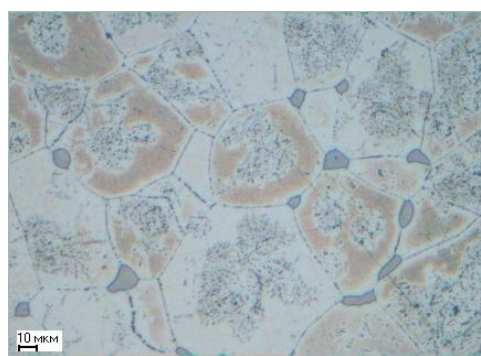


Рисунок 6.2.2. Микроструктура образца опытного состава системы Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd в литом состоянии, x200.



а)



б)

Рисунок 6.2.3. Микроструктура образца опытного состава системы Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd в состоянии Т61, а – при x200, б – при x500.

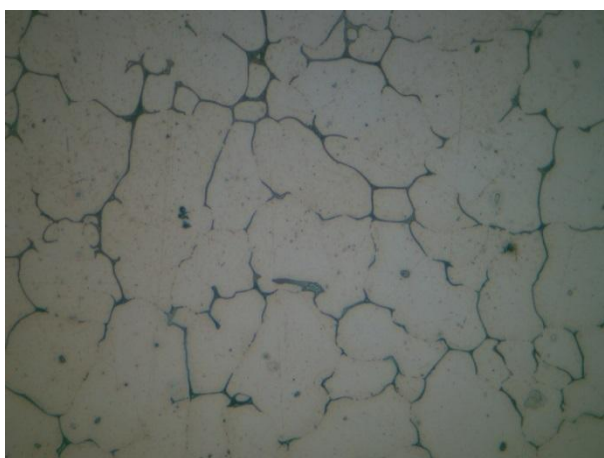


Рисунок 6.2.4. Микроструктура образца опытного состава системы Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd в литом состоянии, x500.

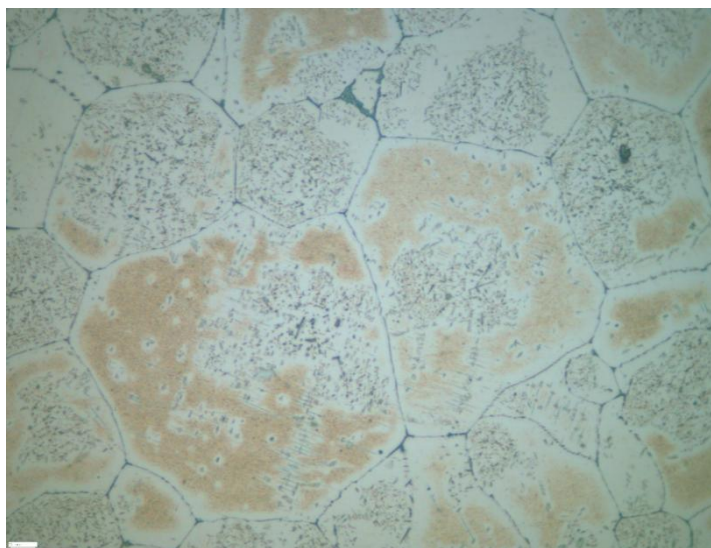


Рисунок 6.2.5. Микроструктура образца опытного состава системы Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd в состоянии T61, x500.

Корректировку режимов термической обработки жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗЭ, осуществляли на основании сведений научно-технической информации в области диаграмм состояния Mg-Nd-Zr, а также магний-РЗЭ, магний-кадмий, с учетом результатов исследования химического состава и механических свойств (σ_b , $\sigma_{0,2}$, δ) образцов опытной партии.

Ввиду того, что для разрабатываемого сплава базовой основой является диаграмма состояния Mg-Nd и Mg-РЗЭ эвтектического типа с ограниченной растворимостью РЗЭ в твердом магнии, сплавы на основе этих систем упрочняются при термической обработке. Термическая обработка проводится для повышения механических свойств и обеспечения уровня заданных характеристик, а также для стабилизации структуры сплава и снятия внутренних напряжений. Упрочняющая термическая обработка в данном случае состояла из двух операций: закалка и старение.

Закалка применялась для растворения избыточной фазы в твердом растворе и заключалась в нагреве выше температуры фазового (эвтектического) превращения и быстрого охлаждения с целью фиксации структурного состояния сплава, характерного для высокой температуры. Был исследован двухступенчатый нагрев под закалку с температурным интервалом между ступенями – 50 °С и

равным временем выдержки на каждой ступени; охлаждение в горячей воде при температуре 80-90 °С. С учетом выявленного неполного растворения эвтектических фаз была проведена корректировка стадии нагрева под закалку. Предполагалось, что ступенчатый нагрев позволит снизить температурные градиенты и обеспечить более равномерное протекание диффузионных процессов. Одновременно была проведена оценка влияния параметров старения на формирование дисперсной фазы. В частности, исследовался температурный интервал 205-220 °С при выдержке 8-12 ч с целью определения оптимального соотношения между скоростью зарождения и коагуляции выделений.

Старение заключалось в нагреве закаленного сплава ниже температуры фазового превращения для вторичного выделения избыточной фазы в виде упрочняющих структуру дисперсных частиц. Исследовали температурный интервал старения от 205 до 220 °С в течение 8 до 12 ч, охлаждение на воздухе.

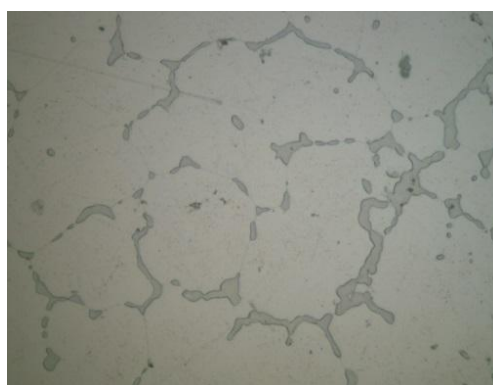
На рисунке 6.2.6 а, б представлена микроструктура образца в термообработанном состоянии по режиму Т61: двухступенчатый нагрев под закалку с температурным интервалом между ступенями – 50 °С и равным временем выдержки на каждой ступени; охлаждение в горячей воде при температуре 80-90 °С; старение при температуре 220 °С в течение 8 ч, охлаждение на воздухе. Микроструктура – мелкозернистая, равноосная, по границам зерен располагается значительное количество фазы $(MgZn)_{12}Nd$ и $Mg_{12}Nd$, которая входит в состав эвтектики. В процессе длительной выдержки (образцы №: 6, 7 – Рисунок 6.2.6 в, г) происходит дополнительное старение сплава, в результате которого фаза переходит в твердый раствор. Продукты распада твердого раствора в виде мелкодисперсных упрочняющих частиц расположены внутри зерна. Хорошо видны линии скольжения (двойникования) внутри зерна, декорированные мелкодисперсной упрочняющей фазой. По границам зерен расположено значительное количество эвтектической фазы, в процессе длительной выдержки она частично растворяется и коагулирует.

Микроструктура образца (Рисунок 6.2.7 а, б) в термообработанном состоянии по режиму Т61: двухступенчатый нагрев под закалку с температурным интервалом

между ступенями – 50 °С и равным временем выдержки на каждой ступени; охлаждение в горячей воде при температуре 80-90 °С; старение при температуре 200 °С в течение 12 ч, охлаждение на воздухе. Микроструктура – равноосная, разнотельная, по границам зерен располагается меньшее, чем в образце №1, количество фазы $(\text{MgZn})_{12}\text{Nd}$ и Mg_{12}Nd , которая входит в состав эвтектики. В процессе длительной выдержки (Рисунок 6.2.7 в, г) происходит дополнительное старение сплава, в результате которого фаза переходит в твердый раствор, продукты распада твердого раствора в виде мелкодисперсных упрочняющих частиц расположены равномерно внутри зерна. Эвтектика по границам зерен частично растворяется и коагулирует.



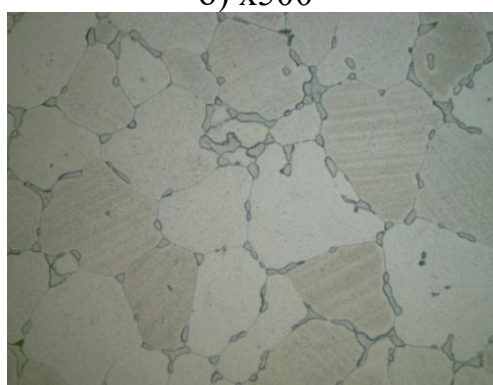
а) x200



б) x500



в) x200



г) x500

Рисунок 6.2.6. Микроструктура жаропрочного литейного магниевого сплава (Т61): а) x200 и б) x500; г) x200 и д) x500

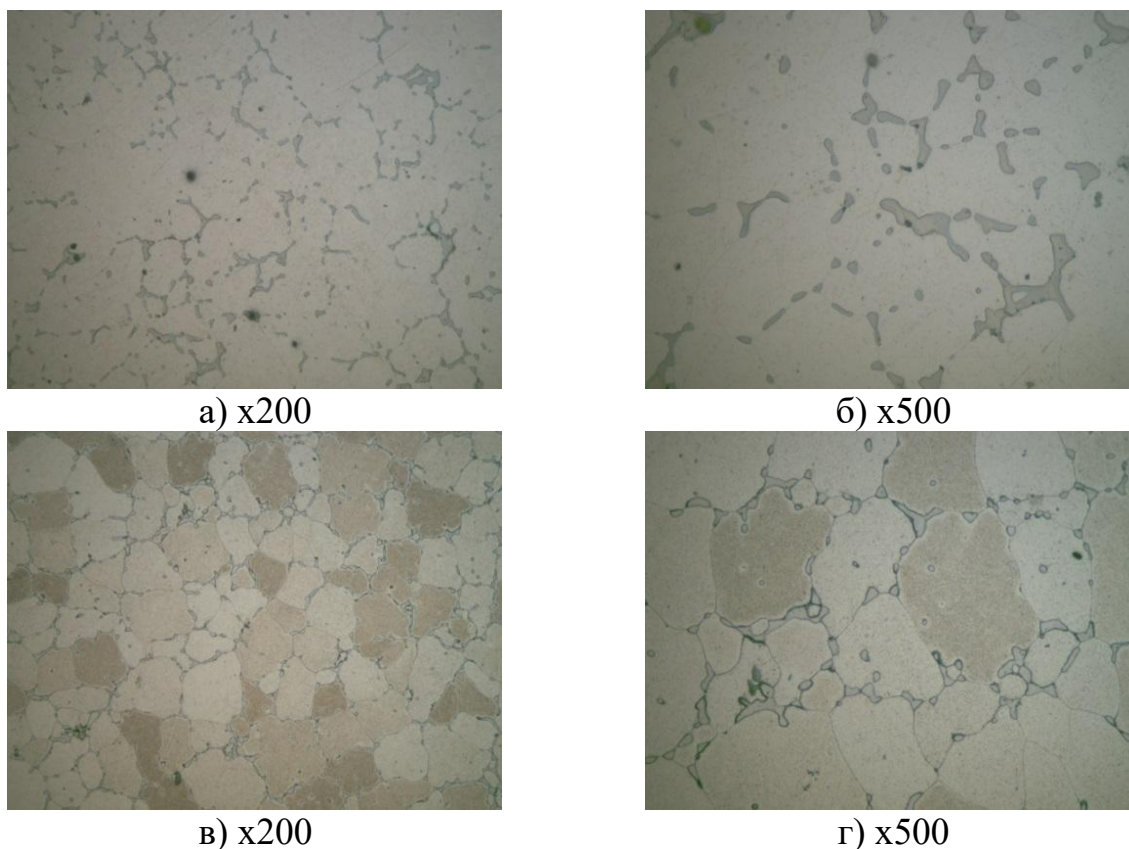


Рисунок 6.2.7. Микроструктура жаропрочного литейного магниевого сплава (Т61): а) x200 и б) x500; г) x200 и д) x500

Корректировка режима старения заключалась не в формальном переходе к двухступенчатой выдержке, а в оптимизации температурно-временного интервала с разделением стадий зарождения и роста упрочняющих фаз. Установлено, что выдержка в интервале 200-220 °С в течение 12 ч обеспечивает последовательное протекание процессов образования вторичных фаз и их контролируемого развития без интенсивной коагуляции.

Таким образом, разработанный режим термической обработки обеспечивает реализацию двух выявленных в предыдущих главах механизмов упрочнения: твердорастворного - за счет фиксации искаженной кристаллической решетки после закалки, и дисперсионного - за счет формирования термостабильных интерметаллидных фаз в процессе старения. Сочетание указанных механизмов определяет достижение повышенного уровня кратковременной прочности и длительной прочности при температуре 250 °С.

На основании проведенных исследований был окончательно принят скорректированный режим термической обработки, включающий:

– двухступенчатый нагрев под закалку с интервалом 50-60 °С между ступенями и выдержкой 8-12 ч; охлаждение в горячей воде 85-95 °С;

– старение при температуре 200-220 °С в течение 12 ч с охлаждением на воздухе.

Указанный режим обеспечивает наиболее полную реализацию механизмов твердорастворного и дисперсионного упрочнения.

Проведены испытания на определение уровня механических свойств и времени разрушения термически обработанных образцах. Результаты проведенных испытаний на растяжение с определением ($\sigma_{в}$, $\sigma_{0,2}$ и δ) при 20 °С и времени разрушения (τ , ч) при: 250°С, 250 МПа, представлены в таблицах 6.2.3 и 6.2.4.

Таблица 6.2.3. Результаты испытаний на определение уровня механических свойств термически обработанных образцов.

Значения механических свойств		
Временное сопротивление, $\sigma_{в}$, МПа	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$, МПа	Относительное удлинение, δ , %
270,0	220,0	2,6
275,0	230,0	3,0
280,0	220,0	1,6
275,0	225,0	2,0
270,0	225,0	1,3
270,0	225,0	2,6
275,0	220,0	1,8
270,0	220,0	1,9
270,0	220,0	2,0

Таблица 6.2.4. Результаты испытаний по определению времени разрушения (τ , ч) по режиму: 250°C, 250 МПа.

Номер образца	Напряжение	Время испытания до разрушения образца	Примечание
	σ_B^{250} , МПа	τ , ч	
1	100	184	Без разрушения
2	100	216	Без разрушения
3	100	201	Разрушение
4	100	180	Без разрушения

Анализ механических свойств сплава после корректировки режима термической обработки показал устойчивое достижение уровня кратковременной прочности $\sigma_B = 270-280$ МПа и предела текучести $\sigma_{0,2} = 220-230$ МПа, существенно превышая характеристики сплава-аналога МЛ10. Данный прирост прочности не сопровождается критическим снижением пластичности, свидетельствуя о более равномерном распределении дисперсной упрочняющей фазы и уменьшении объемной доли крупной зернограничной эвтектики.

Уровень длительной прочности при температуре 250 °С демонстрирует устойчивость структуры в течение более 200 ч. Это подтверждает, что сформированная в результате старения мелкодисперсная система интерметаллидов эффективно препятствует движению дислокаций и развитию ползучести.

Совокупное действие указанных факторов подтверждает эффективность расширенной системы комплексного легирования Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd и корректность выбранного режима термической обработки.

Сопоставление полученных характеристик исследуемого сплава с ранее исследованным сплавом ВМЛ26 показывает различие в структурной концепции формирования прочностного комплекса. Сплав ВМЛ26 характеризуется более высоким уровнем кратковременной прочности ($\sigma_B \approx 300$ МПа) и длительной прочности при 250 °С ($\sigma_{100}^{250} \approx 150$ МПа). Такой комплекс свойств обусловлен

большой долей дисперсных упрочняющих фаз и более интенсивным дисперсионным упрочнением матрицы.

Вместе с тем сплав демонстрирует повышенный уровень предела текучести ($\sigma_{0,2} = 220-230$ МПа) при сохранении удовлетворительной пластичности ($\delta \approx 2\%$). Повышение предела текучести обусловлено увеличением вклада твердорастворного упрочнения и формированием более равномерно распределенной дисперсной фазы, создающей повышенную плотность препятствий началу пластической деформации.

В отличие от ВМЛ26, где доминирующим механизмом является дисперсионное упрочнение, в системе Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd реализуется более выраженный вклад размерного и энергетического факторов тяжелых редкоземельных элементов. Различие атомных радиусов Gd, Dy и Er относительно магния приводит к формированию устойчивого поля упругих искажений в кристаллической решетке α -Mg, повышая сопротивление началу дислокационного скольжения и отражается в росте предела текучести.

Таким образом, сплав характеризуется немного иным балансом механизмов упрочнения: при несколько меньшем уровне кратковременной и длительной прочности обеспечивается более высокий уровень сопротивления пластическому течению, свидетельствуя о стабилизации матрицы и повышении ее структурной устойчивости на начальных стадиях деформации. Данный эффект является результатом расширения системы комплексного легирования и усложнения металлохимического состава магниевой матрицы.

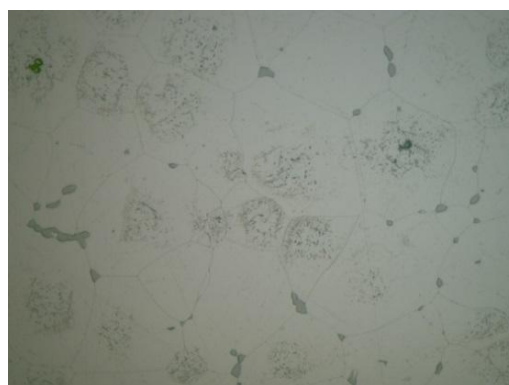
С целью выяснения механизма упрочнения и полноты прохождения термообработки, были проведены металлографическое исследование образцов из жаропрочного литейного магниевого сплава, термообработанных по скорректированному режиму термообработки (Рисунок 6.2.8).

На рисунке 6.2.8 а, б представлена микроструктура образцов в термообработанном состоянии по режиму Т61 - она мелкозернистая, равноосная, по границам зерен располагается незначительное количество фазы $(\text{MgZn})_{12}\text{Nd}$ и Mg_{12}Nd , которая входит в состав эвтектики. В процессе длительной выдержки

происходит дополнительный распад пересыщенного твердого раствора с формированием мелкодисперсных выделений внутри зерен и частичным растворением избыточной зернограничной эвтектики (Рисунок 6.2.8 в, г). Слабо видны линии скольжения (двойникования) внутри зерна, декорированные мелкодисперсной упрочняющей фазой. Эвтектика по границам зерен небольшое количество, в процессе длительной выдержки она частично растворяется и коагулирует.



а) x200



б) x500



в) x200



г) x500

Рисунок 6.2.8. Микроструктура жаропрочного литейного магниевого сплава (Т61): а) x200 и б) x500; г) x200 и д) x500 после испытания на длительную прочность при температуре 250 °С в течение более 100 ч. Термическая обработка по скорректированному режиму Т61.

Результаты металлографического исследования микроструктуры показали, что скорректированный технологический процесс старения сплава обеспечивает максимальную степень растворения избыточной зернограничной эвтектики при сохранении структурной стабильности. Упрочнение происходит за счет появления дисперсных частиц, выпадающих из твердого раствора в процессе старения и играющих роль препятствий, тормозящих движение дислокаций в условиях ползучести, что обеспечивает высокие прочностные характеристики сплава при комнатной и повышенной температуре.

Следует отметить, что в рамках настоящего этапа исследования детальный фазовый анализ методами рентгенофазового анализа и просвечивающей электронной микроскопии не проводился, поскольку механизм формирования упрочняющей структуры в системах Mg-РЗЭ был подробно установлен и экспериментально подтвержден в предыдущих разделах работы на примере сплава ВМЛ26.

В главе 6 решалась иная научная задача – проверка применимости разработанной концепции комплексного легирования к многокомпонентной системе Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd и оценка изменения баланса механизмов упрочнения при усложнении металлохимического состава.

Сходство типа диаграмм состояния, характер формирования эвтектики и закономерности распада пересыщенного твердого раствора позволяют обоснованно экстраполировать ранее установленный механизм дисперсионного упрочнения на рассматриваемую систему. Полученные результаты механических испытаний и металлографические исследования подтверждают сохранение выявленного ранее многоуровневого механизма упрочнения при изменении состава и введении кадмия.

Таким образом, расширение научной концепции комплексного легирования на многокомпонентную систему Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd подтверждает ее универсальность и воспроизводимость. Усложнение металлохимического состава приводит не к изменению принципиального механизма упрочнения, а к перераспределению вкладов твердорастворного и дисперсионного упрочнений,

позволяя целенаправленно варьировать соотношение прочности, предела текучести и жаропрочности в зависимости от требований к изделию.

Разработанному магниевому сплаву на базе системы Mg-(Nd+Gd+Dy+Er)-Zn-Zr-Cd присвоена марка ВМЛ25.

6.3 Проведение испытаний и сравнительного анализа прочностных характеристик серийных жаропрочных и новых литейных магниевых сплавов с повышенной температурой воспламенения

Оценка эффективности разработанных на основании проведенных исследований магниевых сплавов [228, 229, 236, 237] невозможна без сопоставления их свойств с существующими промышленными аналогами. Серийные жаропрочные магниевые сплавы МЛ9, МЛ10, МЛ19 на протяжении длительного времени используются в конструкциях, работающих при повышенных температурах, и служат базовым уровнем свойств для сравнительного анализа.

Для проведения сравнительного анализа исследованы прочностные свойства при комнатной и повышенных температурах, представленные в таблице 6.3.1.

Анализ данных таблицы 6.3.1 показывает, что разработанные паспортизованные сплавы ВМЛ25 и ВМЛ26 существенно превосходят серийные жаропрочные сплавы МЛ9, МЛ10 и МЛ19 по уровню прочностных характеристик при комнатной температуре. Так, предел текучести ВМЛ25 составляет 215 МПа, что почти в два раза превышает аналогичный показатель сплава МЛ9 (110 МПа) и существенно выше значений для МЛ10 и МЛ19. Временное сопротивление ВМЛ26 достигает 300 МПа, что также превышает показатели серийных аналогов.

При повышенных температурах (250 °С) разработанные сплавы сохраняют преимущество по кратковременной прочности. ВМЛ25 и ВМЛ26 демонстрируют значения σ_b 205-220 МПа, тогда как для серийных сплавов этот показатель составляет порядка 185 МПа или ниже. При 300 °С ВМЛ25 сохраняет достаточно высокий уровень прочности 195 МПа, что говорит о более высокой термической стабильности сформированной упрочняющей подсистемы.

Полученные результаты подтверждают, что реализованные принципы комплексного легирования и оптимизированные режимы термической обработки обеспечивают формирование более эффективной дисперсной системы упрочняющих фаз по сравнению с традиционными серийными сплавами.

Таблица 6.3.1. Механические свойства при комнатной и повышенных температурах разработанных ВМЛ25, ВМЛ26 и серийных МЛ9, МЛ10 и МЛ19 магниевых сплавов

Характеристика*	Марка сплава				
	Жаропрочный ВМЛ25	Высокопрочный пожаробезопасный ВМЛ26	Жаропрочный МЛ9**	Жаропрочный МЛ10**	Жаропрочный МЛ19**
Временное сопротивление при 20 °С, σ_b , МПа	270	300	230	235	220
Предел текучести, $\sigma_{0,2}$, МПа	215	200	110	140	120
Кратковременная прочность при 250 °С, σ_b , МПа	205	220	185	-	185
Кратковременная прочность при 300 °С, σ_b , МПа	195	185	-	-	-

* минимальные значения
** справочник «Авиационные материалы». Том 5.

Результаты длительных испытаний (таблица 6.3.2) демонстрируют еще более выраженное преимущество разработанных сплавов. При 250 °С сплав ВМЛ26 обеспечивает длительную прочность $\sigma_{100}^{250} = 135$ МПа, значительно превышая показатели МЛ9, МЛ10 и МЛ19. При 300 °С ВМЛ26 сохраняет 65 МПа, тогда как для МЛ10 данный показатель составляет лишь 24,5 МПа.

Особого внимания заслуживает работоспособность при 350 °С: сплав ВМЛ26 обеспечивает $\sigma_{100}^{350} = 35$ МПа, что превышает показатели серийных сплавов и

подтверждает возможность эксплуатации при более высоких температурах. Данные результаты свидетельствуют о повышенной устойчивости упрочняющих фаз к коагуляции и замедленном характере диффузионных процессов при длительном нагружении.

Таблица 6.3.2. Длительная прочность разработанных ВМЛ25, ВМЛ26 и серийных МЛ9, МЛ10 и МЛ19 магниевых сплавов

Характеристика	Марка сплава				
	Жаропрочный ВМЛ25	Высокопрочный пожаробезопасный ВМЛ26	Жаропрочный МЛ9**	Жаропрочный МЛ10**	Жаропрочный МЛ19**
σ_{100}^{250} , МПа	100	135	78	69	113
σ_{100}^{300} , МПа	40	65	34	24,5	65
σ_{100}^{350} , МПа	-	35	-	-	24,5-29

Результаты коррозионных испытаний показывают значительное снижение коррозионных потерь у разработанных сплавов, особенно у ВМЛ26. Средние коррозионные потери по объёму выделившегося водорода за 48 ч составляют $0,78 \text{ см}^3/\text{см}^2$, что более чем на порядок ниже по сравнению с серийными сплавами ($\leq 12 \text{ см}^3/\text{см}^2$). Это указывает на положительное влияние редкоземельных элементов и модификации фазового состава на коррозионную стойкость материала.

Таблица 6.3.3. Средние коррозионные потери по объему выделившегося водорода

Марка сплава	Средние коррозионные потери по объему выделившегося водорода, см ³ /см ² за 48ч
Жаропрочный ВМЛ25	9,5
Высокопрочный пожаробезопасный ВМЛ26	0,78
Жаропрочный МЛ9	≤ 12
Жаропрочный МЛ10	≤ 12
Жаропрочный МЛ19	≤ 12

Сравнительный анализ огневых характеристик демонстрирует принципиальное отличие поведения разработанных сплавов при воспламенении. Температура воспламенения ВМЛ25 составляет 778 °С, а ВМЛ26 – 812 °С, что существенно превышает показатели серийных сплавов (654-712 °С). При этом для МЛ9, МЛ10 и МЛ19 характерно полное выгорание образцов, тогда как ВМЛ25 и ВМЛ26 характеризуются ограниченным временем остаточного горения.

Данные результаты подтверждают эффективность легирования редкоземельными элементами и их синергетического влияния в части формирования термостабильной защитной оксидной структуры, препятствующей интенсивному окислению и распространению горения.

Исследованы огневые характеристики разработанных сплавов в сравнении с серийными жаропрочными магниевыми сплавами.

Таблица 6.3.4. Огневые характеристики разработанных сплавов в сравнении с серийными жаропрочными магниевыми сплавами

Марка сплава	Температура воспламенения	Минимальное время остаточного горения
Жаропрочный ВМЛ25	778	2 мин 48 сек
Высокопрочный пожаробезопасный ВМЛ26	812	1 мин 25 сек
Жаропрочный МЛ9	654	Полное выгорание
Жаропрочный МЛ10	663	Полное выгорание
Жаропрочный МЛ19	712	Полное выгорание

Анализ температурного коэффициента линейного расширения показывает, что разработанные сплавы характеризуются более высокой способностью к сохранению размерной стабильности при нагреве.

Коэффициент теплопроводности новых сплавов ниже, чем у МЛ9 и МЛ10, что связано с более сложным легированием и наличием дисперсных интерметаллидных фаз. Снижение теплопроводности может способствовать локализации тепловых потоков при кратковременном тепловом воздействии и коррелирует с повышенной температурой воспламенения.

Таблица 6.3.5. Температурный коэффициент линейного расширения разработанных ВМЛ25, ВМЛ26 и серийных МЛ9, МЛ10 и МЛ19 магниевых сплавов

Жаропрочный ВМЛ25			
T, °C	20-100	20-200	20-300
$\alpha \cdot 10^6, K^{-1}$	26,5	27,2	27,6
Высокопрочный пожаробезопасный ВМЛ26			
T, °C	20-100	20-200	20-300
$\alpha \cdot 10^6, K^{-1}$	26,0	26,3	27,9
Жаропрочный МЛ9			
T, °C	20-100	20-200	20-300
$\alpha \cdot 10^6, K^{-1}$	27,7	28,0	28,3
Жаропрочный МЛ10			
T, °C	20-100	20-200	20-300
$\alpha \cdot 10^6, K^{-1}$	27,7	28,0	28,3
Жаропрочный МЛ19			
T, °C	20-100	20-200	20-300
$\alpha \cdot 10^6, K^{-1}$	26,9	27,7	28,6

Таблица 6.3.6. Коэффициент теплопроводности разработанных ВМЛ25, ВМЛ26 и серийных МЛ9, МЛ10 и МЛ19 магниевых сплавов

Жаропрочный ВМЛ25				
T, °C	20°	100°	200°	300°
λ , Вт·м ⁻¹ ·К ⁻¹	71,3	82,0	90,2	97,8
Высокопрочный пожаробезопасный ВМЛ26				
T, °C	20°	100°	200°	300°
λ , Вт·м ⁻¹ ·К ⁻¹	54,4	64,0	73,0	83,6
Жаропрочный МЛ9				
T, °C	20°	100°	200°	300°
λ , Вт·м ⁻¹ ·К ⁻¹	117	117	117	122
Жаропрочный МЛ10				
T, °C	25°	100°	200°	300°
λ , Вт·м ⁻¹ ·К ⁻¹	113	113	113	113
Жаропрочный МЛ19				
T, °C	25°	100°	200°	300°
λ , Вт·м ⁻¹ ·К ⁻¹	83,7	87,9	92,1	96,3

Проведённый сравнительный анализ показал, что разработанные литейные магниевые сплавы ВМЛ25 и ВМЛ26 превосходят серийные жаропрочные сплавы МЛ9, МЛ10 и МЛ19 по комплексу эксплуатационных характеристик. Обеспечено повышение предела текучести, кратковременной и длительной прочности при температурах до 300-350 °С, существенное улучшение коррозионной стойкости и увеличение температуры воспламенения более чем на 100-150 °С.

Применение деталей из разработанных литейных магниевых сплавов нового поколения, взамен серийных литейных магниевых сплавов и алюминиевых сплавов традиционных систем легирования, позволяет увеличить весовую эффективность, повысить ресурс работы, улучшить тактико-технические характеристики самого изделия [230-231].

Выводы по главе 6

1. Показано, что разработанная ранее научная концепция комплексного легирования магниевых сплавов редкоземельными элементами с различной растворимостью и склонностью к образованию интерметаллидных фаз является применимой к многокомпонентной системе Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr. Установлено, что усложнение металлохимического состава не изменяет принципиального механизма упрочнения, а приводит к перераспределению вкладов твердорастворного и дисперсионного упрочнений.

2. Установлено, что совместное введение редкоземельных элементов цериевой и иттриевой подгрупп формирует неоднородную структуру, включающую пересыщенный α -твердый раствор магния, зернограничную эвтектику и дисперсные внутрикристаллические выделения. Различие атомных радиусов Nd, Gd, Y, Er и Dy обуславливает формирование устойчивого поля упругих искажений кристаллической решетки α -Mg, повышающего сопротивление началу пластической деформации.

3. Установлено, что предварительный режим термической обработки T61 (530 °C, 8 ч + закалка в горячей воде + старение 200 °C, 12 ч) обеспечивает формирование пересыщенного твердого раствора, однако не реализует в полной мере потенциал дисперсионного упрочнения. Разработан скорректированный режим термической обработки, включающий двухступенчатый нагрев под закалку и оптимизированный интервал старения 200-220 °C, обеспечивающий более полное растворение избыточной эвтектики и формирование равномерной мелкодисперсной системы выделений.

4. Установлено, что введение кадмия в систему Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr усиливает вклад твердорастворного упрочнения за счет значительного размерного несоответствия атомов Cd и Mg, приводя к повышению предела текучести при сохранении удовлетворительной пластичности и без существенного увеличения объемной доли зернограничной эвтектики.

5. Показано, что сплав ВМЛ25 характеризуется иным балансом механизмов упрочнения по сравнению со сплавом ВМЛ26: при несколько меньшем уровне

кратковременной и длительной прочности достигается повышенное сопротивление началу пластической деформации за счет усиления матричной стабилизации и твердорастворного упрочнения.

7. Расширение системы комплексного легирования до многокомпонентной схемы Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr подтверждает универсальность разработанной научной концепции и демонстрирует возможность целенаправленного варьирования соотношения прочности, предела текучести и жаропрочности.

8. Установлено, что разработанные сплавы ВМЛ25 и ВМЛ26 превосходят серийные жаропрочные магниевые сплавы МЛ9, МЛ10 и МЛ19 по комплексу эксплуатационных характеристик. Обеспечено повышение предела текучести, кратковременной прочности при комнатной и повышенных температурах, увеличение длительной прочности при 250-350 °С, а также значительное повышение температуры воспламенения и коррозионной стойкости.

Основные выводы по работе

1. Разработана и научно обоснована концепция комплексного легирования литейных магниевых сплавов системы Mg-РЗЭ-Zr, основанная на управлении структурно-фазовым состоянием, растворимостью редкоземельных элементов и характером формируемых интерметаллидных фаз. Показано, что целенаправленное соотношение элементов цериевой и иттриевой подгрупп, технологических режимов изготовления, включая термическую обработку, позволяет формировать структурное состояние с контролируемым балансом твердорастворного и дисперсионного упрочнения.

2. Установлены закономерности влияния атомного радиуса, электроотрицательности и температуры плавления редкоземельных элементов на растворимость в магнии, устойчивость пересыщенного твердого раствора и термическую стабильность образующихся фаз. Показано, что элементы иттриевой подгруппы обеспечивают более выраженное твердорастворное упрочнение и повышенную термостабильность структуры по сравнению с элементами цериевой подгруппы.

3. Экспериментально подтверждено, что совместное легирование магниевой матрицы редкоземельными элементами различных подгрупп формирует структурно устойчивую систему, включающую пересыщенный α -твердый раствор, дисперсные внутрикристаллические выделения и термостабильные зернограницные фазы. Такая структура обеспечивает повышение сопротивления началу пластической деформации при сохранении достаточной пластичности.

4. Разработаны режимы термической обработки для многокомпонентных литейных магниевых сплавов, обеспечивающие формирование устойчивого пересыщенного твердого раствора и контролируемый распад при старении. Показано, что корректировка температурно-временных параметров позволяет перераспределять вклад твердорастворного и дисперсионного механизмов упрочнения и управлять соотношением предела текучести, кратковременной и длительной прочности.

5. Установлена взаимосвязь между химическим составом, фазовым состоянием и жаропрочными характеристиками при 250-300 °С. Показано, что повышение термостабильности интерметаллидных фаз и снижение подвижности дислокаций в объеме зерен и по границам зерен являются ключевыми факторами обеспечения сопротивления ползучести.

6. Показано, что комплексное легирование редкоземельными элементами оказывает влияние на процессы высокотемпературного окисления и температуру воспламенения магниевых сплавов. Установлено, что формирование плотной оксидной пленки с участием РЗЭ способствует повышению пожаробезопасности при сохранении механических характеристик.

7. Разработанные составы магниевых литейных сплавов нового поколения (патенты №№ 2562190; 2753660, 2425903) обеспечивают совокупность прочностных, жаропрочных и эксплуатационных характеристик, соответствующих современным требованиям, при сохранении весовых преимуществ магниевых сплавов.

8. Расширение концепции комплексного легирования на многокомпонентные магниевые сплавы системы типа Mg-(Nd+Gd+Y+Er+Dy)-Zr подтвердило ее

универсальность и воспроизводимость. Установлено, что усложнение металлохимического состава не изменяет принципиальный механизм упрочнения, а приводит к перераспределению вкладов структурных факторов, позволяя целенаправленно варьировать свойства сплава.

9. Проведенные исследования позволили разработать паспорта на новые литейные высокопрочные жаропрочные магниевые сплавы с повышенной температурой воспламенения марок ВМЛ26, ВМЛ25, которые являются квалификационными документами, содержащими полный комплекс сведений о материалах, устанавливающие возможность использования разработанных материалов в конструкциях авиационной техники и их преимущества перед ранее разработанными материалами с указанием условий и областей их применения, а также технические условия (ТУ) на эти сплавы, технологические инструкции (ТИ) и рекомендации (ТР) на плавку сплавов, литьё деталей из сплавов, термическую обработку деталей, методические материалы (ММ), (ММ) на проведение огневых испытаний (паспорт на сплав – 2 шт.; ТУ- 5 шт., ТР – 5 шт., ТИ – 3 шт., ММ – 3 шт.).

Разработанная нормативная документация

Разработана следующая нормативная документация:

ТИ 1.595-24-638-2015	Плавка и литье жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ с литерой А
ТИ 1.595-24-737-2015	Термическая обработка жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ с литерой А
ТУ 1-595-24-1598-2016	Отливки из жаропрочного магниевого сплава марки ВМЛ25
ТР 1.2.2872-2020	Плавка, литье и термическая обработка литейного магниевого сплава марки ВМЛ26
ТУ 1-595-24-1908-2020	Сплав магниевый литейный марки ВМЛ26 в чушках
ТИ 1.595-24-1480-2021	Изготовление фасонных отливок из магниевого сплава марки ВМЛ26
ТУ 1-595-24-1942-2021	Отливки фасонные из магниевого сплава марки ВМЛ26
ММ 1.2.216-2021	Определение температуры воспламенения образцов магниевых сплавов
ММ 1.2.217-2021	Определение времени остаточного горения образцов магниевых сплавов при температуре 1100 °С
ММ 1.2.257-2024	Определение пожароопасности материалов на основе магния по характеристике потери массы после воздействия пламени
ТР 1.2.3131-2024	Выплавка из магниевого сплава марки ВМЛ26 с использованием фильтрации на индукционной плавильной установке
ТР 1.2.3185-2025	Исправление литейных дефектов методом газодинамического напыления порошковых композиций на отливках и деталях из литейных магниевых сплавов
ТР 1.2.3182-2025	Изготовление порошковых композиций, предназначенных для газодинамического напыления на отливки и детали из литейных магниевых сплавов систем Mg-Al-Zn, Mg-Zn-Zr, Mg-РЗМ-Zr
ТУ 24.42.21-260-07545412-2025	Порошковые композиции для литейных магниевых сплавов

Патенты по теме диссертации

1. Пат. 2562190 Российская Федерация, МПК: С22С 23/04, С22С 23/06. Сплав на основе магния / Каблов Е.Н., Антипов В.В., Мухина И.Ю., Дуюнова В.А., Уридия З.П., Фролов А.В., Леонов А.А.; заявитель и патентообладатель ФГУП «ВИАМ» 2014145124/02 заявл. 10.11.2014; опубл. 10.09.2015, бюл. № 25

2. Пат. 2753660 Российская Федерация, СПК С22С 23/04, С22С 23/06. Пожаробезопасный высокопрочный литейный магниевый сплав / Каблов Е.Н., Трофимов Н.В., Леонов А.А., Уридия З.П., Дуюнова В.А.; заявитель и патентообладатель ФГУП «ВИАМ» 2020136001 заявл. 02.11.2020; опубл. 19.08.2021, бюл. № 23

3. Пат. 2862591 Российская Федерация, С23С 4/04, С23С4/12, С23С 30/00. Порошковая композиция для газодинамического напыления на изделия из магниевых сплавов / Трофимов Н.В., Токарев М.С., Леонов А.А., Дуюнова В.А.; заявитель и патентообладатель НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ 2025127268 заявл. 06.10.2025; опубл. 21.05.2026, бюл. № 15

4. Пат. 2425903 Российская Федерация, СПК С1. Сплав на основе магния. Мухина И.Ю., Уридия З.П., Дуюнова В.А., Галкин Д.Н., Аржанов С.А. Заявка № 2010137271/02 от 08.09.2010.

5. Пат. 2318031, Российская Федерация, СПК С1. Сплав на основе магния и изделие, выполненное из него. Мухина И.Ю., Мауленов О.Б., Уридия З.П., Степанов В.В., Корчагина В.А., Боков К.А. Заявка № 2006140211/02 от 15.11.2006.

6. Пат. 2601718, Российская Федерация, СПК С1. Способ плавки и литья магниевых-циркониевых сплавов. Каблов Е.Н., Антипов В.В., Мухина И.Ю., Дуюнова В.А., Уридия З.П. Заявка № 2015115687/02 от 27.04.2015.

Список сокращений и условных обозначений

РЗЭ	– редкоземельные элементы;
OR	– ориентационное соотношение;
ТУ	– технические условия;
ТР	– технологическая рекомендация;
ТИ	– техническая инструкция;
ММ	– методический материал;
ИЦ	– испытательный центр;
НИЦ	– научно-исследовательский центр;
d	– плотность;
σ_B	– временное сопротивление;
σ_B/d	– удельная прочность;
$\sigma_{0,2}$	– условный предел текучести при растяжении;
δ	– относительное удлинение после разрыва;
σ_{100}^{250}	– длительная прочность при температуре 250 °С на базе 100 часов;
σ_{100}^{300}	– длительная прочность при температуре 300 °С на базе 100 часов;
σ_{100}^{350}	– длительная прочность при температуре 350 °С на базе 100 часов;
$T_{\text{воспл}}$	– температура воспламенения;
$T_{\text{экспл.}}$	– температура эксплуатации;
LPSO	– самоорганизующиеся упорядоченные длиннопериодные фазы (long period stacking ordered phases);
ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН	– Институт металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова Российской академии наук;
ДСК	– дифференциальная сканирующая калориметрия;
ДТА	– дифференциальный термический анализ;
Сплав ВМЛ_оп	– сплав ВМЛ опытного состава;

ТО	– термическая обработка;
ЗВС	– зона, свободная от выделений;
σ	– приложенная на образец нагрузка при эксплуатационных нагревах;
SF ₆	– гексафторид серы (элегаз, шестифтористая сера);
Ar	– аргон высокой чистоты;
CO ₂	– двуокись углерода (углекислота);
ЭЗМА	– электронно-зондовый микроанализ;
ХГН	– холодное газодинамическое напыление;
ПК	– порошковая композиция;
T _s	– температура солидуса;
T _L	– температура ликвидуса;
τ , ч	– время испытания до разрушения образца.

Нормативные ссылки

TSO C127	Rotorcraft and Transport Airplane Seating Systems
SAE AS 8049/1B	Performance Standard for Seats in Civil Rotorcraft, Transport Aircraft, and General Aviation Aircraft
ТУ 1-595-24-1683-2017	Флюс универсальный чешуированный марки ВФЛ1
ГОСТ 804-93	Магний первичный в чушках. Технические условия.
ГОСТ 3640-94	Цинк. Технические условия.
ГОСТ 1467-67	Кадмий. Технические условия.
ТУ-48-4-210-72	Гадолиний металлический ГдМ-1
ТУ 48-4-529-90	Церий металлический ЦеЭ-0
ТУ 48-4-214-72	Диспрозий металлический ДиМ-1
Т У 48-4-212-72	Эрбий металлический ЭрМ-1
ТУ 48-4-2004-72	Иттербий металлический ИтбМ-1
ТУ 1714-002-00545484-99	Лигатура магний-цирконий марки Л2
ТУ 48-4-479-86	Лигатура магний-иттрий
ТУ 48-4-271-91	Лигатура магний-неодим МН
ТУ 6-21-12-94 с изм. 1, 2	Аргон высокой чистоты
ТУ 6-02-1249-83 с изм. 1-6	Элегаз повышенной чистоты. Технические условия
МИ 1.2.030-2011	Методика измерений теплоемкости материалов на основе тугоплавких соединений в диапазоне температур от 20 °С до 1400 °С
ГОСТ Р ИСО 22309-2015	Государственная система обеспечения единства измерений. Микроанализ электронно-зондовый. Количественный анализ с использованием энергодисперсионной спектроскопии для элементов с атомным номером от 11 (Na) и выше
ММ 1.2.122-2009	Измерение линейных размеров и определение ориентационных соотношений фаз в металлических материалах и сплавах на основе алюминия

ММ 1.595-17-225-2004	Измерение остаточных напряжений на анализаторе напряжений PSF – 3М фирмы RIGAKU
ГОСТ 1497-84	Металлы. Методы испытаний на растяжение
ГОСТ 11150-84	Металлы. Методы испытания на растяжение при пониженных температурах
ГОСТ 9651-84	Металлы. Методы испытаний на растяжение при повышенных температурах
ГОСТ 25.502-79	Расчеты и испытания на прочность в машиностроении. Методы механических испытаний металлов. Методы испытаний на усталость
ГОСТ 10145-81	Металлы. Метод испытания на длительную прочность
ГОСТ 9013-59	Металлы. Метод измерения твердости по Роквеллу
ГОСТ 9.913-90	Единая система защиты от коррозии и старения. Алюминий, магний и их сплавы. Методы ускоренных коррозионных испытаний
ММ 1.2.216-2021	Определение температуры воспламенения образцов магниевых сплавов
ММ 1.2.217-2021	Определение времени остаточного горения образцов магниевых сплавов при температуре 1100 °С
ММ 1.2.257-2024	Определение пожароопасности материалов на основе магния по характеристике потери массы после воздействия пламени
ГОСТ 21073.0-75	Металлы цветные. Определение величины зерна. Общие требования
ГОСТ 21073.1-75	Металлы цветные. Определение величины зерна методом сравнения со шкалой микроструктур
ГОСТ 21073.2-75	Металлы цветные. Определение величины зерна методом подсчета зерен

ГОСТ 21073.3-75	Металлы цветные. Определение величины зерна методом подсчета пересечений зерен
ГОСТ 21073.4-75	Металлы цветные. Определение величины зерна планиметрическим методом
ТИ 1.595-24-638-2015	Плавка и литье жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ с литерой О ₁
ТИ 1.595-24-737Э-2014	Термическая обработка жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ с литерой О ₁
ТР 1.2.2872-2020	Плавка, литье и термическая обработка литейного магниевого сплава марки ВМЛ26
ТИ 1.595-24-1480-2021	Изготовление фасонных отливок из магниевого сплава марки ВМЛ26
Паспорт № 1945	Паспорт на сплав ВМЛ25
Паспорт № 2042	Паспорт на сплав ВМЛ26

Список литературы

1. Каблов Е.Н. Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 г. Авиационные материалы и технологии. М.: ВИАМ. 2012, № 5. С. 7-17.
2. Антипов В.В. Стратегия развития титановых, магниевых, бериллиевых и алюминиевых сплавов. Авиационные материалы и технологии. М.: ВИАМ. 2012, № 9. С. 157-166.
3. Каблов Е.Н. Основные итоги и направления развития материалов для перспективной авиационной техники. В сб.: 75 лет. Авиационные материалы. Избранные труды «ВИАМ» 1932-20007. М.: ВИАМ. 2007. С. 20-26.
4. Yuan Yuan, Xun Chen, Xiaoming Xiong, Ke Li etc. Research advances of magnesium and magnesium alloys globally in 2024. Journal of Magnesium and Alloys. Vol. 13. Issue 10. P. 4689-4732
5. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года». Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3-33. DOI:10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
6. Gloria A., Montanari R., Richetta M. Alloys for Aeronautic Applications: State of the Art and Perspectives. Metals, 2019. Alloys for Aeronautic Applications: State of the Art and Perspectives
7. Tolga Dursun, Costas Soutis. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys. Materials & Design. Volume 56, 2014, Pages 862-871
8. Shuang–Shuang Li, Xin Yue, Qing–Yuan Li, He–Li Peng, Bai–Xin Dong, Tian–Shu Liu, Hong–Yu Yang, Jun Fan, Shi–Li Shu, Feng Qiu, Qi–Chuan Jiang. Development and applications of aluminum alloys for aerospace industry. Journal of Materials Research and Technology Volume 27, 2023, Pages 944-983

9. Rahul Soni, Rajeev Verma, Rajiv Kumar Garg, Varun Sharma. A critical review of recent advances in the aerospace materials. *Materials Today: Proceedings*. Volume 113, 2024, Pages 180-184
10. Leyens C., Peters M. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Wiley-VCH. 2006. 532 pages.
11. Каблов Е.Н. Авиакосмическое материаловедение. Все материалы. Энциклопедический справочник. 2008. № 3. С.2-14.
12. Heinz, A, Haszler, A, Keidel, C, Moldenhauer, S, Benedictus, R, Miller, W.S (2000) Recent development in aluminium alloys for aerospace applications. *Materials Science and Engineering: A*, 280. Pages. 102-107
13. Sunk Hyuk Park, Ye Jin Kim, Hyun Ji Kim, Sang-Cheol Jin etc. *Journal of Magnesium and Alloys*. Vol. 11. Issue 10. P. 3545-3584
14. Friedrich H.E., Mordike B.L. *Magnesium casting alloys // Magnesium Technology: Metallurgy, Design Data, Applications*. 2006. P. 145-218
15. Zhang Jinghuai, Liu Shujuan, Wu Ruizhi, Hou Legan, Zhang Mulin. Recent developments in high-strength Mg-Re-based alloys: Focusing on Mg-Gd and Mg-Y systems. *Journal of Magnesium and Alloys*. Vol. 6. Issue 3. 2018. P. 277-291
16. Daniel Kojanek, Jaba Pastorkova, Katarina Marusincova etc. Comparative study of corrosion resistance of magnesium alloys in chloride environment. *Transportation Research Procedia*. Vol. 93. 2026. P. 465-470.
17. Барботько С.Л., Вольный О.С., Кириенко О.А., Шуркова Е.Н. Оценка пожаробезопасности полимерных материалов авиационного назначения: анализ состояния, методы испытаний, перспективы развития, методические особенности / под общ. Ред. Е.Н. Каблова. М.: ВИАМ, 2018. 424 с.
18. *Aircraft Materials Fire Test Handbook-DOT/FAA/AR-00/12*

19. Tandon R. Advances in Additive Manufacturing Using Magnesium Alloy Powders // The Eight Triennial International Aircraft Fire and Cabin Safety Research Conference, October 24-27, Atlantic City NJ
20. Standard Specification for Magnesium-Alloy Sand Casting. Annual Book of ASTM Standards. Section 2: Nonferrous Metal Products. American Society for Testing and Materials. 1992. Vol. 02.02: Aluminium and Magnesium Alloys. P. 12-13.
21. Marker T. Development of New Flammability Test for Magnesium-Alloy Cabin Components / International Air-craft Materials Fire Test Forum / Virtual Meeting, June 8, 2020
22. Canary E. Revised EASA SC on Use of Magnesium Alloys for Passenger Seat Components // International Aircraft Materials Fire Testing Working Group Meeting Cologne, 7-8 June 2017
23. Колтыгин А.В., Баженов В.Е., Никитина А.А. Влияние неодима и циркония на структуру литейного магниевых сплава МЛ10 (NZ30K). *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2017. № 7 (745). С. 26-32
24. Баженов В.Е., Баранов И.И., Лыскович А.А., Колтыгин А.В., Санников А.В., Кярамян К.А., Белов В.Д., Павлинич С.П. Исследование литейных, механических, коррозионных свойств и пожароопасности магниевых сплавов МЛ-ОПБ и EWZ43. *Izvestiya Vuzov. Tsvetnaya Metallurgiya*. 2023. 1(1). P. 39-55. <http://doi.org/10.17073/0021-3438-2023-1-39-55>
25. Волкова Е.Ф., Рохлин Л.Л., Бецоффен С.Я., Акинина М.В. Исследование влияния РЗЭ иттриевой и цериевой подгрупп на свойства магниевых сплавов. *ТЛС*. 2014. № 2. С. 42-48.
26. Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Никитина Н.И., Тарытина И.Е., Тимофеев В.Н. Влияние церия на кинетику распада пересыщенного твердого раствора в сплавах Mg-Y. *Физика металлов и металловедение*. 2005. Т. 100. № 2. С. 70-72

27. Bo Hu, Jiaxuan Han, Zhenfei Jiang, Fanjin Yao, Mingdi Yu, Yahuan Zhao, Zixin Li, Dejiang Li, Xiaoqin Zeng, Wenjiang Ding. Flame ignition mechanism of magnesium alloys controlled by oxide films based on the oxidation behaviors of Al, Nd and Y. *Journal of Materials Science & Technology*. Vol. 212. 2025. P. 123-138
28. Jiří Kubásek, Peter Minárik, Klára Hosová, Stanislav Šašek, Michal Knapek, Jozef Veselý, Jitka Stráská, Drahomír Dvorský, Miroslav Čavojský, Dalibor Vojtěch. Novel magnesium alloy containing Y, Gd and Ca with enhanced ignition temperature and mechanical properties for aviation applications. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 877, 5. 2021.
29. Корнышева И.С., Волкова Е.Ф., Гончаренко Е.С., Мухина И.Ю. Перспективы применения магниевых и литейных алюминиевых сплавов. *Авиационные материалы и технологии*. 2012. № 5. С. 212-222
30. Лякишев Н.П. Проблемы и перспективы использования магния в народном хозяйстве. *Магниевые сплавы для современной техники*. М.: Наука. 1992. С. 4-14
31. Волкова Е.Ф., Дуюнова В.А. О современных тенденциях развития магниевых сплавов. *Технология легких сплавов*. 2016. № 3. С. 94-105.
32. Садков В.В., Лапонов Ю.Л., Агеев А.П. и др. Перспективы и условия применения магниевых сплавов в самолетах ОАО «Туполев». *Металлургия и машиностроение*. 2007. № 4. С.19-13.
33. Николас А., Рыльник С. Применение магниевых компонентов в аэрокосмической индустрии. *Аэрокосмический курьер*. 2011. № 1. С. 42-44.
34. Волкова Е.Ф. Итоги Международной конференции. *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2006. № 11. С. 3-4

35. Hayashi K., Kawamura Y., Koike J. Structure and Mechanical Properties of Rapidly Solidified Mg-X Alloys (Switzerland). Transactions of Materials Science Forum. Tech Publications Ltd. 2000. Vol. 350-351. P.117-12
36. Chang C.F., Das S.K., Raybould D. Recent Developments in High Strength PV/RS Magnesium Alloys. Appendix Review Light Metal Age. 1989. Vol. 47. № 9-19. P. 12-16
37. Magnesium alloys and their applications. ed. Kainer K.U. Weinheim. Chichester: Wiley-VCH, 2000. 798 p.
38. ГОСТ 2856-79 Сплавы магниевые литейные. Марки.
39. Авиационные материалы. Справочник. Том 5. Магниевые сплавы, спецматериалы для трения. Припой. 2013
40. Магний, его свойства и методы получения. Магниевые сплавы: справочник. М.: Metallurgy, 1978. Т. 1: Metallovedenie magniya i ego spлавov. Oblasti primeneniya. С. 8-23.
41. Clark J.B. Phase Relations in the Magnesium-Rich Region of the Mg-Al-Zn Phase Diagram // Transactions of American Society for Metals. 1961. Vol. 53. P. 295-306
42. Lebrun N., Stamou A., Baetzner Ch. Et al. Magnesium-Yttrium-Zinc // Ternary Alloys. A Comprehensive Compendium of Evaluated Constitutional Data and Phase Diagrams. Stuttgart: MSI, 2001. Vol. 18. P. 702-710.
43. Seifert H.J. Magnesium-Zinc-Zirconium // Ternary. A Comprehensive Compendium of Evaluated Constitutional Data and Phase Diagrams: Reference book / ed. G. Effenberg, F. Aldinger, P. Rogl. Stuttgart: MSI, 2001. Vol. 18. P. 714-720
44. Е.Н. Каблов, М.В. Акинина, Е.Ф. Волкова, И.В. Мостяев, А.А. Леонов. Исследования особенностей фазового состава и тонкой структуры литейного магниевых сплава МЛ9 в литом и

- термообработанном состоянии. Авиационные материалы и технологии. №2 (59) 2020
45. Волкова Е.Ф., Мостяев И.В., Акинина М.В., Алиханян А.А. Исследование закономерностей влияния термической обработки на структуру, фазовый состав и механические свойства среднегабаритных поковок из жаропрочного сплава системы Mg-Zn-Zr-P3Э. Труды ВИАМ. 2024. № 1. С. 13–26.
 46. Рохлин Л.Л. Исследование магниевых сплавов с редкоземельными металлами иттриевой подгруппы. Магниевые сплавы. М.: Наука. 1978. С. 63-69.
 47. Rohlin L.L. Magnesium Alloys Containing Rare Earth Metals. Structure and Properties. London. New York: Taylor and Francis. 2003. P. 245
 48. Казаков А.А. Жаропрочные сплавы. Магниевые сплавы: справочник. М.: Металлургия. 1978. Т. 1. С. 123-137.
 49. Marker T.R. Development of a Laboratory-Scale Flammability Test for Magnesium Alloys Used in Air-craft Seat Construction. Technical Report DOT/FAA/TC-13/52 / Federal Aviation Administration, US Department of Transportation. 2014. 228 p.
 50. Kawamura Y. Flame-resistant Magnesium Alloys with High Strength // The Seventh Triennial International Fire & Cabin Safety Research Conference / Philadelphia Marriott Downtown, December 2-5, 2013.
 51. Kim Y.H., Kim W.J. Flame-resistant Ca-containing AZ31 magnesium alloy sheets with good mechanical properties fabricated by a combination of strip casting and high-ratio differential speed rolling methods. Metals and Materials International. 2015. Vol. 21. P. 374-381. <https://doi.org/10.1007/s12540-015-43385>
 52. Zhao S., Zhou H., Zhou T., Zhang Z., Lin P., Ren L. The oxidation resistance and ignition temperature of AZ31 magnesium alloy with additions of La₂O₃ and La. Corrosion Science. 2013. Vol. 67. P. 75–81. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2012.10.007>

53. Xiaoqin Z., Qudong W., Yizhen L., Yanping Z., Wenjiang D., Yunhu Z. Influence of beryllium and rare earth additions on ignition-proof magnesium alloys. *Journal of Materials Processing Technology*. 2001. Vol. 112, No. 1. P. 1723.
54. Prasad A., Shi Z., Atrens A. Influence of Al and Y on the ignition and flammability of Mg alloys. *Corros. Sci.* 2012. Vol. 55. P. 153–163.
55. Na Z., Zhenyan Z., Jie D., Li J., Wenjiang D. Selective oxidation behavior of an ignition-proof Mg-Y-Ca-Ce alloy. *Journal of Rare Earths*. 2013. Vol. 31, No. 10. P. 1003–1008.
56. Акинина М.В., Мостяев И.В., Волкова Е.Ф., Алиханян А.А. Исследование влияния легирующих элементов на порог воспламеняемости и огнестойкость деформируемого магниевое сплава марки ВМД16. *Авиационные материалы и технологии*. № 3 (68). 2022. Стр. 60-74.
57. Peng-yu Lin, Hong Zhou, Wen-ping Li, Ming-xing Wang, Qing-chun Guo, Heng-chen Tang, Wei Li. Effect of yttrium addition and the powder size on oxide film and powder ignition temperature of AZ91D magnesium alloy. *Journal of Alloys and Compounds*. Vol. 481, Issue 1-2, 2009, Pages 373-378.
58. N.V. Ravi Kumar, J.J. Blandin, M. Suéry, E. Grosjean. Effect of alloying elements on the ignition resistance of magnesium alloys. *Scripta Materialia*. Volume 49, Issue 3, 2003, Pages 225-230
59. J.F. Fan, Ch. L. Yang, G. Han, S. Fang, W.D. Yang, B.S. Xu. Oxidation behavior of ignition-proof magnesium alloys with rare earth addition. *Journal of Alloys and Compounds*. Volume 509, Issue 5, 2011, Pages 2137-2142
60. Lin Peng-yu, Zhou Hong, Li Wei, Li Wen-ping, Sun Na, Yang Rong. Interactive effect of cerium and aluminum on the ignition point and the oxidation resistance of magnesium alloy. *Corrosion Science*. Volume 50, Issue 9, 2008, Pages 2669-2675

61. Xian-Wen Chen, Hong-Yu Yang, Bai-Xin Dong, Tian-Shu Liu, Lin Liu, Zheng Tian, Lei Zhan, Cheng-Gang Wang, Zhi-Gang Li, Jia Meng, Jian Qiao, Wei-Dong Yang, Ming Zhu, Shi-Li Shu, Feng Qiu, Qi-Chuan Jiang. The development of high-strength flame-retardant magnesium alloys. *Journal of Materials Research and Technology*. Volume 36, 2025, Pages 5797-5823.
62. Shin-ichi Inoue, Kazumasa Iwanaga, Yoshihito Kawamura. Oxidation behavior and improvement in nonflammability of LPSO-type Mg–Zn–Y–Sr alloy. *Journal of Magnesium and Alloys*. Volume 12, Issue 2, 2024, Pages 742-749.
63. Уобббер Дж. *Металлургия и металловедение плутония и его сплавов*. Дж. Уобббер, М.: Госатомиздат, 1962. С. 102.
64. Carapella L.A. *Metal Progress*, 48, 297, 1955
65. Hume-Rothery W., Mabbott G.W. and Channel-Evans K.M., *Phil. Trans. Roy. Soc*, 233A, 44, 1934
66. Koeneman J. Metcalf E.G. «*Trans. Am. Soc. Metals*», 1959, v.51, p.1072-1081.
67. Darken L.S., Gurry R.W. *Physical chemistry of metals*. Mc. Graw-Hill Co. New York, 1953.
68. Юм-Розери В. *Введение в физическое металловедение*. Изд-во «Металлургия», Москва, 1964 г.
69. Юм-Розери В., Рейнор Г.В. *Структура металлов и сплавов*. Пер. с англ. *Металлургиздат*, 1959.
70. Abu Leil T., Hort N., Kainer K.U., Rao K.P. *Microstructure, Corrosion and Creep Investigation on Mg₃Sn₃Ca, Mg₆Sn₃Ca Alloys*. *Magnesium: proceedings of the 8th International Conference on Magnesium Alloys and Their Applications*. ed. K.U. Kainer. Weinheim Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2010. P. 52-61.
71. Корнилов И.И. и др. *Металлохимические свойства элементов периодической системы* Изд. Наука. М., 1966.

72. Рейнор Г.В. *Металловедение магния и его сплавы*. Пер. с англ. Е.А. Гальперина и Н.М. Тиховой. М., «Металлургия», 1964. 486 с. С ил.
73. Уманский Я.С. *Физические основы металловедения*. Metallurgizdat, 1949.
74. Агеев Н.В. *Периодический закон Менделеева – основа науки о металлических сплавах*. Сборник докладов по теории металлических сплавов. Изд-во АН СССР, 1952.
75. Фролов А.В., Мухина И.Ю., Дуюнова В.А., Уридия З.П. Влияние легирующих элементов и структурных факторов на жаропрочность магниевых сплавов. *Труды ВИАМ*. № 12. 2015. Ст. 1
76. Пирсон У. *Кристаллохимия и физика металлов и сплавов*. 1977 Т.1 стр.190
77. Бочвар А.А. *Металловедение*, М., Metallurgizdat, 1956, 495 с.
78. Massalski T. B. *Binary Alloy Phase Diagrams*. ASM International, 1990. 3589 Pages.
79. B.L Mordike, T Ebert. *Magnesium: Properties – applications – potential*. *Materials Science and Engineering: A*. Volume 302, Issue 1, 15. 2001, Pages 37-45
80. Yong Zhang, Ting Ting Zuo, Zhi Tang, Michael C. Gao, Karin A. Dahmen, Peter K. Liaw, Zhao Ping Lu. *Microstructures and properties of high-entropy alloys*. *Progress in Materials Science*. Volume 61, 2014, Pages 1-93
81. J.-W. Yeh, S.-K. Chen, S.-J. Lin, J.-Y. Gan, T.-S. Chin, T.-T. Shun, C.-H. Tsau, S.-Y. Chang. *Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes*. *Advanced Engineering Materials*. 2004. 6. No. 5
82. H. W. King. *Quantitative size-factors for metallic solid solutions*. *Journal of Materials Science*. 1966. Volume 1, 79-90.

83. Y. Zhang, Y. J. Zhou, J. P. Lin, G. L. Chen, P. K. Liaw. Solid-Solution Phase Formation Rules for Multi-component Alloys. Wiley Advanced Engineering Materials. 2008. 10(6). Pages 534 - 538
84. Michael C. Gao, Jien-Wei Yeh, Peter K. Liaw, Yong Zhang. High-entropy alloys: Fundamentals and applications. High-Entropy Alloys. Fundamentals and Applications
85. Ian Polmear, David StJohn, Jian-Feng Nie, Ma Qian. Light Alloys: Metallurgy of the Light Metals. Butterworth-Heinemann, 2017. 544 pages.
86. Воздвиженский В. М. Прогноз двойных диаграмм состояния. М. изд-во «Металлургия», 1975, с.73.
87. Добаткина Т.В. О растворимости иттрия и цинка в твердом магнии. Известия АН СССР. Сер.: Металлы. 1979. № 2. С .211-214
88. Гшнейднер К.А. Сплавы редкоземельных металлов. М.: «Мир», 1965. 185 с.
89. Pauling L. The Nature of Chemical Bond, Cornell. Univ. Res., 1950
90. Gordy W. Physical Review, 1946, 69,604.
91. Даркен Л. С. Гурри Р. В. Физическая химия металлов. «Металлургиздат», 1960. 245 с.
92. Тихова Н.М., Крысин Б.Т., Блохина В.А., Антипова А.П., Вологодина Н.И., Кондакова Л.В., Извеков Ю.М. в кн.: Редкие металлы в цветных сплавах. М., «Наука», 1970, с 175-181 с ил.
93. Рохлин Л.Л. Магниеые сплавы, содержащие редкоземельные металлы. Издательство «Наука». 1980.
94. Дриц М.Е., Рохлин Л.Л., Никитина Н.И. и др. Исследование сплавов систем Mg-Sc-Y-Mn и Mg-Gd-Y-Mn. Магниеые сплавы. М.: Наука, 1978. С. 82-85
95. Рохлин Л.Л., Бочвар Н.Р. Диаграмма состояния Mg-Nd-Pr. Металловедение цветных металлов и сплавов. М.: Наука, 1972. С. 58-61

96. Рохлин Л.Л., Бочвар Н.Р. Диаграмма состояния Mg-La-Ce. Известия АН СССР. Металлы. 1972. № 2. С. 193-197
97. Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Никитина Н.И., Тарытина И.Е. Магниевые сплавы, легированные кальцием. Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov. 2009. № 4. С. 14-19
98. Дриц М.Ю., Рохлин Л.Л., Абрикина Н.П. Исследование совместной растворимости самария и цинка в твердом магнии. Известия вузов. Сер.: Цветная металлургия. 1986. № 2. С. 83-87
99. Рохлин Л.Л., Никитина Н.И. Фазовые равновесия в системе Mg-Dy-Zn. Известия АН СССР. Сер.: Металлы. 1992. № 3. С. 213-219
100. Дриц М.Е., Падежнова Е.М., Гузей Л.С. Исследования фазовых равновесий и свойств магниевых сплавов Mg-Y-Zr. Известия АН СССР. Сер.: Металлы. 1977. № 3. С. 218-221.
101. Дриц М.Е., Падежнова Е.М., Гузей Л.С. Диаграмма состояния Mg-Nd-Zr, в области, богатой магнием. Известия АН СССР. Сер.: Металлы. 1978. № 1. С. 218-220.
102. Падежнова Е.М., Добаткина Т.В., Муратова Е.В. О диаграмме состояния Mg-Y-La в области, богатой магнием. Металлы. 1983. № 4. С. 194-197.
103. Дриц М.Е., Падежнова Е.М., Добаткина Т.В. и др. Магниевый угол системы Mg-Y-Ce. Металлы. 1981. № 6. С. 206-210.
104. Дриц М.Е., Рохлин Л.Л., Сирченко Н.П. Фазовые равновесия в системе Mg-Sm-Y. Известия вузов. Сер.: Цветная металлургия. 1983; 6. С. 78-82.
105. Рохлин Л.Л., Никитина Н.И. Исследование совместной растворимости самария и эрбия в твердом магнии. Металлы. 2002. № 2. С. 119-123.
106. Дриц М.Е., Рохлин Л.Л., Никитина Н.И. Диаграмма состояния Mg-Y-Gd в области, богатой магнием. Известия АН СССР. Сер.: Металлы. 1983. № 5. С. 215-219.

107. Свидерская З.А., Падежнова Е.М. Растворимость неодима и иттрия в твердом магнии. Известия АН СССР. Сер.: Металлы. 1971. № 6. 201-204
108. Свидерская З.А. Тройные системы. Магниеые сплавы: справочник, М.: Металлургия, 1978. Т. 1. С. 33-61
109. Дриц М.Е. Диаграммы состояния систем на основе алюминия и магния. «Наука». 1977
110. Рохлин Л.Л., Табачкова Н.Ю., Добаткина Т.В. Особенности кинетики и фазовых превращений при распаде пересыщенного твердого раствора в сплавах Mg-Dy-Sm. Известия РАН. Сер.: Физическая. 2018. Т. 82. № 9. С. 1274-1280
111. Лукьянова Е.А., Рохлин Л.Л., Добаткина Т.В., Табачкова Н.Ю. Исследование распада пересыщенного твердого раствора на основе магния в сплавах системы Mg-Sm-Tb. Физика металлов и металловедение. 2013. Т. 114. № 7. С. 658-669.
112. Савицкий Е.М., Терехова В.Ф. Металловедение редкоземельных металлов. М.: Наука, 1975. 272 с.
113. Савицкий Е.М. Редкие металлы и сплавы. Физико-химический анализ и металловедение / Е. М. Савицкий, Г. С. Бурханов; Акад. Наук СССР, Ин-т металлургии им. А.А. Байкова. – М.: Наука, 1980. – 255 с.: ил. – Библиогр.: с. 236-253. – 2-70.
114. Абрукина Н.П. Исследование кинетики старения и структурных превращений, происходящих при распаде пересыщенного твердого раствора в сплавах системы Mg-Sm-Y. Магниеые сплавы для современной техники. Под ред. Н.П. Лякишева. М.: Наука, 1992. С. 82-86.
115. Михеева В.И. Сплавы магния с алюминием и цинком. М.: Изд-во АН СССР, 1946. 196 с.
116. Yong-Su Kim, Sun-Woo Nam, Kyoung-Tae Park, Teak-Soo Kim. Extraction Behavior of Rare Earth Element (Nd, Dy) from Rare Earth

- Magnet by Using Molten Magnesium. Science of Advanced Materials. 2017. 9(12):2166-2172 DOI:10.1166/sam.2017.3216
117. Коттрелл А.Х. Дислокация и пластическое течение в кристаллах. Пер. с англ. М., Metallurgizdat, 1958, с. 244.
 118. Дриц М.Е. Магниево-цинковые сплавы и пути повышения их прочности.
 119. Мальцев М. В. Модифицирование структуры металлов и сплавов. М., «Металлургия», 1964. 214 с. С ил.
 120. Чухров М.В. Модифицирование магниевых сплавов М. «Металлургия», 1972. 176 с. С ил.
 121. Эмли Е.Ф. «Основы технологии производства и обработки магниевых сплавов», М., «Металлургия» 1972, 488с с ил (с.128-194).
 122. Волкова Е.Ф., Рохлин Л.Л., Овсянников Б.В. Современные деформируемые магниевые сплавы: состояние и перспективы применения в высокотехнологичных отраслях промышленности. Учебное издание. 2021.
 123. Волкова Е.Ф., Антипов В.В., Заводов А.В. Исследование тонкой структуры и фазового состава магниевых сплавов ВМД16 в литом и гомогенизированном состояниях // Металловедение и термическая обработка металлов. 2019. № 3. С. 3-8
 124. Акинина М.В., Мостяев И.В., Волкова Е.Ф., Алиханян А.А. Сравнительные исследования структуры, особенностей фазового состава и механических свойств деформированных полуфабрикатов из магниевых сплавов ВМД16 // Авиационные материалы и технологии. 2022. № 4 (69). С. 36-50
 125. Волкова Е.Ф., Мостяев И.В., Акинина М.В. О природе жаропрочности деформированного магниевых сплавов системы Mg-Zn-Zr-P3Э. Металловедение и термическая обработка металлов. 2021. № 4 (790). С. 21-27

126. Kablov E.N., Volkova E.F., Filonova E.V., Effect of REE on the Phase Composition and Properties of a New Refractory Magnesium Alloy of the Mg-Zn-Zr-REE system. *Metal Science and Heat Treatment*. 2017. P. 1-7
127. Pekguleryuz M. O., Kainer K. U., Kaya A. A. – *Fundamentals of Magnesium Alloy Metallurgy*. Woodhead Publishing, 2013. 376 pages.
128. Jian-Feng Nie. *Precipitation and Hardening in Magnesium Alloys*. *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2012. Volume 43, pages 3891–3939
129. S. Ma, D. Han, C. Zhang, J. Zhang, J.F. Huang, H.X. Li. Understanding the ignition behaviors of AZ80 magnesium alloy plates based on the experiments and numerical simulations. *Combustion and Flame*. Volume 255. 2023. 112888
130. Gururaj Bolar, Raviraja Adhikari, Sadvidya N. Nayak, Shrikrishna N. Joshi. Assessment of ignition risk in dry helical hole milling of AZ31 magnesium alloy considering the machining temperature and chip morphology. *Journal of Manufacturing Processes*. Volume 77. 2022. Pages 260-271
131. Jianfeng FAN, Zhiyuan CHEN, Weidong YANG, Shuang FANG, Bingshe XU. Effect of yttrium, calcium and zirconium on ignition-proof principle and mechanical properties of magnesium alloys. *Journal of Rare Earths*. Volume 30, Issue 1. 2012. Pages 74-78
132. Guoying Zhang, Zhicheng Luo, Hui Zhang, Ran Chu. Ignition-proof mechanism of magnesium alloy added with rare earth La from first-principle study. *Journal of Rare Earths*. Volume 30, Issue 6. 2012., Pages 573-578
133. W. Li, H. Zhou, W. Zhou, W.P. Li, M.X. Wang. Effect of cooling rate on ignition point of AZ91D–0.98 wt.% Ce magnesium alloy. *Materials Letters*. Volume 61. Issue 13. 2007. Pages 2772-2774

134. Jin-Kyu LEE, Hyung-Ho JO, K. KIM Shae. Effect of CaO addition on ignition behavior in molten AZ31 and AZ91D Magnesium alloys. *Rare Metals*. Volume 25. Issue 6. Supplement 2. 2006, Pages 155-159
135. Zhihao Jin, Guoqing Zhang, Wei Gao, Haipeng Jiang a, Guoliang Li, Xiaoye Geng. Ignition and combustion mechanisms in Mg-Al alloys via TG-DSC and ReaxFF MD simulations. *Advanced Powder Technology*. Volume 36, Issue 11. 2025. 105062
136. K. Hosová, Jiří Kubásek, Drahomír Dvorský, Peter Minárik, Stanislav Šašek, Alisa Tsepelava, Miroslav Čavojský, Dalibor Vojtěch. Mg-based alloys with Y, Ca and Al reaching exceptional ignition resistance and suppressed flammability. *Journal of Alloys and Compounds*. Volume 1004. 2024. 175836
137. Longbiao Feng, Lunyong Zhang, Hongxian Shen, Ziao Qiu, Guanyu Cao, Fuyang Cao, Zhiliang Ning, Yongjiang Huan, Jianfei Sun. Investigating the influence of pressure on the ignition and oxidation behavior of EV33 alloy. *Journal of Materials Research and Technology*. Volume 32. 2024. Pages 3640-3651
138. X.Q Zeng a, Q.D Wang, Y.Z Lü, W.J Ding, C Lu, Y.P Zhu, C.Q Zhai, X.P Xu. Study on ignition proof magnesium alloy with beryllium and rare earth additions. *Scripta Materialia*. Volume 43, Issue 5. 2000. P. 403-409
139. Qian Jiang, Shicheng Li, Ke Wang, Bangmin Luo, Jiangpeng Qiao, Hongyun Li, Jinxing Wang, Jingfeng Wang, Fusheng Pan. Effect of Al content on the extrusion formability, mechanical properties, and ignition resistance of Mg-Zn-Ca alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. Volume 1044. 2025. 184421
140. Xinxin Li, Silong Wang, Shibiao Qiao, Hongyuan Ding, Jianghui Xie, Yuliang Zhao, Taixin Liang, Que Huang. Study on the influence of corrosion degree on the high-temperature oxidation and combustion characteristics of AZ91, WE43 and ZE10 magnesium alloys. *Journal of Materials Research and Technology*. Volume 33. 2024. P.8347-8360

141. Chunlong Cheng, Qichi Le, Xiaoqiang Li, Chenglu Hu, Lei Bao, Yonghui Jia. Understanding on ignition mechanism of Mg-xAl (x=0, 3, 6 and 8wt. %) alloys in atmospheric environment. *Corrosion Science*. Volume 168, 15. 2020. 108565
142. Frank Czerwinski. Controlling the ignition and flammability of magnesium for aerospace applications. *Corrosion Science*. Volume 86, September 2014, Pages 1-16
143. Longbiao Feng, Hongxian Shen, Lunyong Zhang, Ziao Qiu, Fuyang Cao, Zhiliang Ning, Yongjiang Huang, Jianfei Sun. Effect of Y on oxide film formation and ignition behavior of magnesium-rare earth alloy. *Journal of Magnesium and Alloys*. Volume 13, Issue 7, 2025, Pages 3020-3036.
144. Jiaxuan Han, Bo Hu, Zhenfei Jiang, Fanjin Yao, Zixin Li, Dejiang Li, Xiaoqin Zeng, Wenjiang Ding. Recent advances on the oxide film of ignition-proof magnesium alloys: A review. *Journal of Magnesium and Alloys*. Volume 13, Issue 1, 2025, Pages 4-29
145. Drahomir Dvorsky, Jiri Kubasek, Dalibor Vojtech, Peter Minarik. Novel aircraft Mg-Y-Gd-Ca alloys with high ignition temperature and suppressed flammability. *Materials Letters*. Volume 264. 2020. 127313
146. Sravya Tekumalla, Manoj Gupta. An insight into ignition factors and mechanisms of magnesium based materials: A review. *Materials & Design*. Volume 113. 2017. Pages 84-98
147. Xizao Wang, Ce Zheng, Tianjiao Luo, Tianyu Liu, Qiuyan Huang, Yingju Li, Yuansheng Yang. Enhancing the formability of flame-retardant magnesium alloy through Zn alloying. *Journal of Magnesium and Alloys*. Volume 13, Issue 5, 2025, Pages 2023-2035
148. Mingzhe Bian, Xinsheng Huang, Yasumasa Chino. Improving flame resistance and mechanical properties of magnesium–silver–calcium sheet alloys by optimization of calcium content. *Journal of Alloys and Compounds*. Volume 837, 5 October 2020, 155551

149. Ming Liu, Donald S. Shih, Catherine Parish, Andrej Atrens. The ignition temperature of Mg alloys WE43, AZ31 and AZ91. *Corrosion Science*. Volume 54, 2012, Pages 139-142
150. D.S. Aydin, Z. Bayindir, M. Hoseini, M.O. Pekguleryuz. The high temperature oxidation and ignition behavior of Mg–Nd alloys part I: The oxidation of dilute alloys. *Journal of Alloys and Compounds*. Volume 569, 2013, Pages 35-44
151. Yue Ming, Xinhao Qiao, Xiaoxi Wang, Feng Yang, Guoqiang You, Jun Zhang. Oxidation resistance of Mg-Gd-Y-Zn-Mn alloy under flame exposure. *Journal of Materials Research and Technology*. Volume 37, 2025, Pages 1151-1161.
152. J. F. Fan, S. L. Cheng, H. Xie, W. X. Hao, M. Wang, G. C. Yang & Y. H. Zhou. Surface oxidation behavior of Mg-Y-Ce alloys at high temperature. *Metallurgical and Materials Transactions A*. Volume 36, 2025. P.235-239.
153. J.F. Fan, G.C. Yang, Y.H. Zhou, Y.H. Wei & B.S. Xu. Selective Oxidation and the Third-Element Effect on the Oxidation of Mg-Y Alloys at High Temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A*. Volume 40. 2009. Pages 2184-2189
154. Альтман М.Б., Лебедев А.А., Чухров М.В. Плавка и литьё лёгких сплавов Изд-во «Металлургия», Москва, 1969г. С.148-176.
155. Антонов Е.Г., Арбузов В.М., Бабкин В.М., Бондарев Б.И., Бычков Е.П., Васильева Н.И., Воробьев Ю.А. и др. Магниевого сплавы. Ч. 2. Справочник. Технология производства и свойства отливок и деформированных полуфабрикатов. Изд. «Металлургия». 1978
156. Бондарев Б.И. Плавка и литье деформируемых магниевых сплавов. М.: Metallurgy. 1973. 288 с.
157. Dorsan H.W. Magnesium Melting, Casting and Remelting in Foundries. *Proceeding of the International Congress «Magnesium Alloys and their Applications»*. 26-28.08. 2008). WILEY-VCH GmbH. 2000. P. 725-738

158. Уридия З.П., Мухина И.Ю. О герметизации отливок из магниевых и алюминиевых сплавов // Литейное производство. 2012. № 2. С. 34–38.
159. Терехин А.Л., Леонов А.А., Трофимов Н.В., Гриневич А.В. Особенности усталостного разрушения образцов сплава на основе магния // Труды ВИАМ: электрон. науч.- технич. журн., 2023. № 12 (130). Ст04. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 21.12.2023). DOI: 10.18577/2307-6046-2023-0-12-38-52
160. Мухина И.Ю., Кошелев А.О., Леонов А.А., Бобрышев Д.Б. Устранение литейных дефектов отливок из магниевых сплавов методом заварки. Все материалы. Энциклопедический справочник. 2016. № 2. С. 22-27.
161. Luo A.A. Magnesium casting technology for structural applications // Journal of Magnesium and Alloys. 2013. Vol. 1. P. 2–22.
162. Леонов А.А., Трофимов Н.В., Дуюнова В.А., Уридия З.П. Тенденции развития литейных магниевых сплавов с повышенной температурой воспламенения (обзор) // Труды ВИАМ. 2021. № 2 (96). С. 3-9.
163. Polmear I.J. Light Alloys: From Traditional Alloys to Nanocrystals. Butterworth-Heinemann, 2006.
164. Pekguleryuz M.O., Kaya A.A. Creep resistant magnesium alloys for powertrain applications. Advanced Engineering Materials. 2003. Vol. 5. P. 866-878.)
165. Muhammad Rehan Tariq, Muhammad Ishtiaq, Hyun-Hak Kang, Umer Masood Chaudry and Tea-Sung Jun. A Critical Review on the Comparative Assessment of Rare-Earth and Non-Rare-Earth Alloying in Magnesium Alloys
166. Mohd Zaidi Hamzah¹, R. Ahmad¹, M. B. A. Asmael¹, Z. M. Sheggaf. Effects of Rare Earth Neodymium on Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Ce-Zn-Zr Alloy
167. Дуюнова В.А., Леонов А.А., Трофимов Н.В., Ростовцева А.С. Особенности влияния качественного и количественного

- соотношения редкоземельных элементов в новом пожаробезопасном литейном магниевом сплаве // *Металлы*. 2021. № 6. С. 34-38
168. Леонов А.А. Литейные магниевые сплавы системы Mg-P3Э-Zr с повышенной температурой воспламенения. Дис. на соиск. уч. ст. к.т.н. 2023. 125 л.
169. Дуюнова В.А., Петров И.А., Леонов А.А., Трофимов Н.В. Разработка математических моделей прогнозирования свойств магниевого сплава системы Mg-P3M-Zn-Zr и оценка ее сходимости. *Авиационные материалы и технологии*. 2026. № 2. С. 51-63.
170. Ф.С. Новик, Я.Б. Арсов. Оптимизация процессов технологии металлов методами планирования экспериментов. М.: Машиностроение; София: Техника, 1980. – 304 с.
171. Шляпцева А.Д. Разработка и исследование модифицирующего флюса на основе диоксида титана для силуминов и технология его применения. Дис. на соиск. уч. ст. к.т.н. 2020. 173 л.
172. Боровиков В.П., Боровиков И.П. *Statistica*. Статистический анализ и обработка данных в среде Windows. М.: Информационно-издательский дом "Филинь", 1997. – 608с.
173. А. П. Моргунов, И. В. Ревина. Планирование и анализ результатов эксперимента: учеб. Пособие. Минобрнауки России, ОмГТУ. – Омск: Изд-во ОмГТУ, 2014. 344с. Электронное издание
174. Дилигенский Н.В., Дымова Л.Г., Севастьянов П.В. Нечеткое моделирование и многокритериальная оптимизация производственных систем в условиях неопределенности: технология, экономика, экология. – М.: Изд-во Машиностроение, 2004. – 397 с.
175. Адлер Ю.А., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Наука, 1976. – 280 с.

176. Пуряев А.С. Теория и методология оценки эффективности инвестиционных проектов в машиностроении / А.С.Пуряев; ГОУ ВПО «Камская госуд. инж.-экон. акад.» – Набережные Челны: Изд-во Камской госуд. инж.-экон. акад., 2007. – 180 с.
177. И. В. Мостяев, М. В. Акинина. Особенности и тенденции развития в области термической обработки магниевых сплавов (обзор). Труды ВИАМ. 2018. № 7. Ст. 1.
178. Леонов А.А., Дуюнова В.А., Трофимов Н.В., Уридия З.П., Мухина И.Ю. Исследование влияния режимов термической обработки на структуру и свойства пожаробезопасного литейного магниевого сплава системы Mg-PZM-Zr. Металлы. 2023. № 1. С. 16-22.
179. Straumal B. et al. Coexistence of Intermetallic Complexions and Bulk Phases in Metallic Alloys // Metals, 2023. 13(8):1407 DOI:10.3390/met13081407
180. Lei T. et al. Intermetallic particle heterogeneity controls shear localization in high-strength nanostructured Al alloys // Acta Materialia, 2022. DOI:10.48550/arXiv.2205.09820
181. Леонов А.А., Дуюнова В.А., Трофимов Н.В.; Заводов А.В., Ашмарин А.А. Особенности структурно-фазового состояния пожаробезопасного литейного магниевого сплава и их влияние на прочностные и жаропрочные характеристики. В сборнике: Климовские чтения - 2024: перспективные направления развития авиадвигателестроения. сборник статей научно-технической конференции. Санкт-Петербург, 2024. С. 430-439.
182. Е. Ф. Волкова, М. В. Акинина, И. В. Мостяев, В. А. Дуюнова, А. А. Алиханян. Система «Магний-гадолиний» – новый шаг в развитии перспективных магниевых сплавов. Труды ВИАМ. 2026. № 5. Ст. 3.
183. K. Zheng, R. Luo, X. Zeng, B. Chen, Nano-scale precipitation and phase growth in Mg-Gd binary alloy: An atomic-scale investigation using

- HAADF-STEM, *Mater. Des.* 137 (2018) 316–324.
<https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.042>.
184. Zheng, Z. Li, L. Tan, X. Xu, R. Luo, B. Chen, Precipitation in Mg-Gd-Y-Zr Alloy: Atomic-scale insights into structures and transformations, *Mater. Charact.* 117 (2016) 76–83.
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.04.015>.
185. Z. Du, Y. Peng, H. Teng, Z. Cao, K. Zhang, M. Ma, X. Han, T. Li, C. Che, Y. Li, Formation and growth of precipitates in a Mg-7Gd-5Y-1Nd-2Zn-0.5Zr alloy aged at 200 °C, *J. Magnes. Alloys.* (2022) S2213956722002705. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2022.10.012>.
186. Y. Zhang, Y. Zhu, W. Rong, Y. Wu, L. Peng, J.-F. Nie, N. Birbilis, On the Precipitation in an Ag-Containing Mg-Gd-Zr Alloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 49 (2018) 673–694. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4440-z>.
187. M. Bamberger, G. Atiya, S. Khawaled, A. Katsman, Comparison Study of Microstructure and Phase Evolution in Mg-Nd- and Mg-Gd-Based Alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 45 (2014) 3241–3253.
<https://doi.org/10.1007/s11661-013-2069-0>.
188. A. Sanaty-Zadeh, A.A. Luo, D.S. Stone, Comprehensive study of phase transformation in age-hardening of Mg–3Nd–0.2Zn by means of scanning transmission electron microscopy, *Acta Mater.* 94 (2015) 294–306.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.05.001>.
189. D.R. Petersen, H.W. Rinn, A new phase in the zinc–zirconium system, *Acta Crystallogr.* 14 (1961) 328–329.
<https://doi.org/10.1107/S0365110X6100111X>.
190. X. Gao, B.C. Muddle, J.F. Nie, Transmission electron microscopy of Zr-Zn precipitate rods in magnesium alloys containing Zr and Zn, *Philos. Mag. Lett.* 89 (2009) 33–43.
<https://doi.org/10.1080/09500830802524096>.

191. W.Z. Wang, D. Wu, R.S. Chen, Y. Qi, H.Q. Ye, Z.Q. Yang, Revisiting the role of Zr micro-alloying in a Mg-Nd-Zn alloy, *J. Alloys Compd.* 832 (2020) 155016. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155016>.
192. M.E. Williams, W.J. Boettinger, U.R. Kattner, Contribution to the Zr-Rich Part of the Zn-Zr Phase Diagram, *J. Phase Equilibria Diffus.* 25 (2004) 355–363. <https://doi.org/10.1361/15477030420124>.
193. R. Arroyave, A. Van De Walle, Z.-K. Liu, First-principles calculations of the Zn–Zr system, *Acta Mater.* 54 (2006) 473–482. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.09.018>.
194. M.I. Aroyo, ed., *International Tables for Crystallography: Space-group symmetry*, 2nd ed., International Union of Crystallography, Chester, England, 2016. <https://doi.org/10.1107/97809553602060000114>.
195. X. Si, S. Liu, X. Li, C. Shi, Y. Liu, Y. Du, Z. Zhang, Experimental investigation and thermodynamic assessment of the Mn–Zr system, *Calphad.* 72 (2021) 102243. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2020.102243>.
196. F. Qi, X. Zhang, G. Wu, W. Liu, L. Wen, H. Xie, S. Xu, X. Tong, Effect of heat treatment on the stress corrosion cracking behavior of cast Mg-3Nd-3Gd-0.2Zn-0.5Zr alloy in a 3.5 wt% NaCl salt spray environment, *Mater. Charact.* 183 (2022) 111630. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111630>.
197. H. Xie, G. Wu, X. Zhang, W. Liu, W. Ding, The role of Gd on the microstructural evolution and mechanical properties of Mg-3Nd-0.2Zn-0.5Zr alloy, *Mater. Charact.* 175 (2021) 111076. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111076>.
198. C. Wang, H. Li, Q. He, J. Wu, G. Wu, W. Ding, Improvements of elevated temperature tensile strengths of Mg-Gd-Y-Zr alloy through squeeze cast, *Mater. Charact.* 184 (2022) 111658. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111658>.

199. S.V.S. Prasad, S.B. Prasad, K. Verma, R.K. Mishra, V. Kumar, S. Singh, The role and significance of Magnesium in modern day research-A review, *J. Magnes. Alloys.* 10 (2022) 1–61. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2021.05.012>.
200. Y. Zhang, W. Rong, Y. Wu, L. Peng, J.-F. Nie, N. Birbilis, A detailed HAADF-STEM study of precipitate evolution in Mg–Gd alloy, *J. Alloys Compd.* 777 (2019) 531–543. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.10.193>.
201. K. Zheng, R. Luo, X. Zeng, B. Chen, Nano-scale precipitation and phase growth in Mg-Gd binary alloy: An atomic-scale investigation using HAADF-STEM, *Mater. Des.* 137 (2018) 316–324. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.042>.
202. C. Tang, L. Cui, H. Jiang, W. Liu, J. Li, X. Liu, H. Li, The role of initial grain size on bimodal-grained microstructure and mechanical properties of an extruded Mg-Gd-Y-Nd-Zr alloy, *J. Mater. Res. Technol.* 23 (2023) 4663–4677. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.02.056>.
203. K. Zheng, R. Luo, X. Zeng, B. Chen, Nano-scale precipitation and phase growth in Mg-Gd binary alloy: An atomic-scale investigation using HAADF-STEM, *Mater. Des.* 137 (2018) 316–324. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2017.10.042>.
204. Zheng, Z. Li, L. Tan, X. Xu, R. Luo, B. Chen, Precipitation in Mg-Gd-Y-Zr Alloy: Atomic-scale insights into structures and transformations, *Mater. Charact.* 117 (2016) 76–83. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.04.015>.
205. J.-F. Nie, Precipitation and Hardening in Magnesium Alloys, *Metall. Mater. Trans. A.* 43 (2012) 3891–3939. <https://doi.org/10.1007/s11661-012-1217-2>.
206. Y. Zhang, Y. Zhu, W. Rong, Y. Wu, L. Peng, J.-F. Nie, N. Birbilis. On the Precipitation in an Ag-Containing Mg-Gd-Zr Alloy, *Metall. Mater. Trans. A.* 49 (2018) 673–694. <https://doi.org/10.1007/s11661-017-4440-z>.

207. H. Zhou, W.Z. Xu, W.W. Jian, G.M. Cheng, X.L. Ma, W. Guo, S.N. Mathaudhu, Q.D. Wang, Y.T. Zhu, A new metastable precipitate phase in Mg–Gd–Y–Zr alloy, *Philos. Mag.* 94 (2014) 2403–2409. <https://doi.org/10.1080/14786435.2014.913115>.
208. J.F. Nie, X.L. Xiao, C.P. Luo, B.C. Muddle, Characterisation of precipitate phases in magnesium alloys using electron microdiffraction, *Micron.* 32 (2001) 857–863. [https://doi.org/10.1016/S0968-4328\(00\)00094-9](https://doi.org/10.1016/S0968-4328(00)00094-9).
209. A.A. Nayeb-Hashemi, J.B. Clark, The Mg–Zr (Magnesium-Zirconium) system, *Bull. Alloy Phase Diagr.* 6 (1985) 246–250. <https://doi.org/10.1007/BF02880408>.
210. E.F. Volkova, G.I. Morozova, I.V. Iskhodzhanova, Special features of the structure and phase composition of magnesium alloy MA20, *Met. Sci. Heat Treat.* 51 (2009) 467–470.
211. А.А. Леонов, Н.В. Трофимов, В.А. Дуюнова. Кинетика старения и изменение механических свойств при пережоге литейного магниевого сплава системы Mg-Y-Nd-Gd-Zn-Zr. *Металловедение и термическая обработка металлов.* 2024. № 5 (827). С. 62-67.
212. Anna Boukalová, Jiří Kubásek, Klára Hosová, Peter Minárik. Magnesium Alloys with Enhanced Ignition Resistance for Aerospace and Automotive Applications // *Journal of Physics Conference Series.* 2025. 3035(1):012013. DOI:10.1088/1742-6596/3035/1/012013
213. Zuo Duquan, Haolin Ding, Maoyong Zhi, Yi Xu. Research Progress on the Oxidation Behavior of Ignition-Proof Magnesium Alloy and Its Effect on Flame Retardancy with Multi-Element Rare Earth Additions: A Review. *Materials.* 2024. 17(13):3183 DOI:10.3390/ma17133183
214. Busch H.-P. Magnesium small scale test.FAA Seventh Triennial International Fire&Cabin Safety Research Conference. 2-5 December, 2013
215. Volkova E.F., Antipov V.V., Zavodov A.V. The study of the thin structure and phase composition of the magnesium alloy VMD16 in a cast and

- homogenized states. *Metallovedenie i termicheskaya obrabotka metallov*, 2019, no. 3, pp. 3-8
216. Kawamura Y., Yamasaki M. Formation and Mechanical Properties of Mg₉₇Zn₁RE₂ Alloys with Long-Period Stacking Ordered Structure. *Materials Transactions*, 2007, vol. 48, is. 11, pp. 2986-2992.
217. Hagihara K., Kinoshita A., Sugino Y. et al. Effect of long-period stacking ordered phase on mechanical properties of Mg₉₇Zn₁Y₂ extruded alloy. *Acta Materialia*, 2010, vol. 58, pp. 6282-6293.
218. Трофимов Н.В., Леонов А.А., Дуюнова В.А., Мухина И.Ю., Ростовцева А.С., Токарев М.С. Использование РЗМ как основной фактор, влияющий на повышение температуры воспламенения и механические свойства перспективного пожаробезопасного магниевого сплава. В сборнике: *Материалы и технологии нового поколения для перспективных изделий авиационной и космической техники. Материалы V Всероссийской научно-технической конференции*. Москва. 2021. С. 125-138.
219. Z.L. Ning, Zhao Xinyi, Alan Luo, Huihai Liu. The melt protection mechanism of an SO₂/CO₂ gas mixture for a magnesium-rare-earth based alloy. 2017. *Journal of Alloys and Compounds*. DOI:10.1016/j.jallcom.2017.06.015
220. Frank Czerwinski. Overcoming Barriers of Magnesium Ignition and Flammability. *AM&P Technical Articles*. 2014. 172(5):28-31. DOI:10.31399/asm.amp.2014-05. P028
221. Q. Yao, Zhen Luo, Yang Li, Fuyu Yan. Effect of electromagnetic stirring on the microstructures and mechanical properties of magnesium alloy resistance spot weld. *Materials & Design (1980-2015)* 63:200–207 DOI:10.1016/j.matdes.2014.06.004
222. Cunlong Wang, Antao Chen, Liang Zhang, Wencai Liu. Preparation of an Mg-Gd-Zn alloy semisolid slurry by low frequency electro-magnetic

- stirring. *Materials & Design.* 2015 84:53-63.
DOI:10.1016/j.matdes.2015.06.126
223. Трофимов Н.В., Леонов А.А., Дуюнова В.А., Токарев М.С. Современные подходы к повышению качества литья и локальному ремонту изделий из магниевых сплавов. *Труды ВИАМ.* 2025. № 4 (146). С. 57-69.
224. И.Ю. Мухина, В.А. Дуюнова, А.А. Леонов, М.С. Токарев, А.В. Трапезников, К.А. Власова. Тенденции развития в области составов и технологий изготовления порошковых композиций для алюминиевых и магниевых сплавов. *Труды ВИАМ.* 2025. № 11 (153). С. 3-11.
225. В.А. Дуюнова, А.А. Леонов, Н.В. Трофимов, И.Ю. Мухина, З.П. Уридия, М.С. Токарев. Влияние газодинамического напыления порошковых материалов на адгезию лакокрасочных покрытий, коррозию, механические свойства магниевых сплавов. *Труды ВИАМ.* 2026. № 3 (157). С. 54-65
226. Фролов А.В., Мухина И.Ю., Леонов А.А., Уридия З.П. Влияние легирования редкоземельными металлами на свойства и структуру литейного магниевое сплава экспериментального состава системы Mg-Zr-Zn-Y-Nd. *Труды ВИАМ.* 2016. № 3 (39). С. 3.
227. Дуюнова В.А., Леонов А.А., Трофимов Н.В. Исследования влияния редкоземельных элементов и термической обработки на структуру и свойства жаропрочного литейного магниевое сплава системы Mg-RZM-Zr. *Металлы.* 2020. № 5. С. 58-63
228. Пат. 2562190 Российская Федерация, МПК: С22С 23/04, С22С 23/06. Сплав на основе магния / Каблов Е.Н., Антипов В.В., Мухина И.Ю., Дуюнова В.А., Уридия З.П., Фролов А.В., Леонов А.А.; заявитель и патентообладатель ФГУП «ВИАМ» 2014145124/02 заявл. 10.11.2014; опубл. 10.09.2015, бюл. № 25

229. Пат. 2753660 Российская Федерация, СПК С22С 23/04, С22С 23/06. Пожаробезопасный высокопрочный литейный магниевый сплав / Каблов Е.Н., Трофимов Н.В., Леонов А.А., Уридия З.П., Дуюнова В.А.; заявитель и патентообладатель ФГУП «ВИАМ» 2020136001 заявл. 02.11.2020; опубл. 19.08.2021, бюл. № 23
230. Антипов В.В. Перспективы развития алюминиевых, магниевых и титановых сплавов для изделий авиационно-космической техники. Авиационные материалы и технологии. Авиационные материалы и технологии. 2017. № S. С. 186-194.
231. Дуюнова В.А., Нечайкина Т.А., Оглодков М.С., Яковлев А.Л., Леонов А.А. Перспективные разработки в области легких материалов для современной авиакосмической техники. ТЛС. 2018. № 4. С. 28-43.
232. Пат. 2862591 Российская Федерация, СПК С23С 4/04, С23С4/12, С23С 30/00. Порошковая композиция для газодинамического напыления на изделия из магниевых сплавов / Трофимов Н.В., Токарев М.С., Леонов А.А., Дуюнова В.А.; заявитель и патентообладатель НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ 2025127268 заявл. 06.10.2025; опубл. 21.05.2026, бюл. № 15
233. Sergey Barbot'ko, Oleg Volniy, Nikolay Trofimov, Aleksandr Leonov, Andrei Sivenkov, Marina Gravit. Development and Performing of a Method of Comparative Flammability Tests of Magnesium Alloys. E3S Web of Conferences. 320. 02003 (2021). ESEI 2021.
234. Мостяев И.В. Исследование влияния технологических параметровковки, штамповки и термической обработки на структуру, фазовый состав и уровень свойств деформированных полуфабрикатов из жаропрочного магниевосплав марки ВМД16. Дис. на соиск. уч. ст. к.т.н. 2024. 153 л.
235. Трофимов Н.В. Новые материалы и технологии для литья изделий из магниевых сплавов. Дис. на соиск. уч. ст. к.т.н. 2024. 119 л.

236. Пат. 2425903 Российская Федерация, СПК С1. Сплав на основе магния. Мухина И.Ю., Уридия З.П., Дуюнова В.А., Галкин Д.Н., Аржанов С.А. Заявка № 2010137271/02 от 08.09.2010.
237. Пат. 2318031, Российская Федерация, СПК С1. Сплав на основе магния и изделие, выполненное из него. Мухина И.Ю., Мауленов О.Б., Уридия З.П., Степанов В.В., Корчагина В.А., Боков К.А. Заявка № 2006140211/02 от 15.11.2006.
238. Пат. 2601718, Российская Федерация, СПК С1. Способ плавки и литья магниевых-циркониевых сплавов. Каблов Е.Н., Антипов В.В., Мухина И.Ю., Дуюнова В.А., Уридия З.П. Заявка № 2015115687/02 от 27.04.2015.

Благодарность

Автор выражает благодарность генеральному директору НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ за помощь и поддержку при выполнении работ по теме диссертации. Автор выражает признательность за содействие в исследованиях, оказанное при выполнении работы: к.т.н. Леонову А.А., к.т.н., с.н.с. Мухиной И.Ю. – в части выбора легирующих элементов (РЗЭ) и режимов термической обработки для создания литейных магниевых сплавов нового поколения; к.т.н. Петрову И.А. – в части разработки математических моделей прогнозирования; к.т.н. Трофимову Н.В. – в части разработки, изготовления и проведения испытаний сплавов ВМЛ25, ВМЛ26; коллегам Испытательного центра НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ за оперативное проведение исследований тонкой структуры и огневых характеристик литейных магниевых сплавов нового поколения: к.т.н. Заводову А.В. – в части проведения исследований методом просвечивающей электронной микроскопии и проведения анализа результатов; д.т.н. Барботько С.Л. – в части разработки методик и проведения огневых испытаний; в.н.с., заведующему лабораторией ИМЕТ РАН Ашмарину А.А. – в части проведения исследований рентгеноструктурным методом; службе Главного инженера НИЦ «Курчатовский институт» - ВИАМ, в частности плавильщику металла и сплавов 5 разряда Дудышеву Н.В. за проведение плавки и литья литейных магниевых сплавов нового поколения; лабораториям НИО «Титановые, магниевые, бериллиевые и алюминиевые сплавы».

ПРИЛОЖЕНИЕ

«УТВЕРЖДАЮ»
Заместитель генерального директора-
Главный инженер
АО «МКБ «Факел»



В.Г. Крайнов

« » 2020 г.
М.П.

АКТ
изготовления фасонных отливок из жаропрочного литейного магниевого
сплава, легированного РЗМ

В период с марта 2019 г. по март 2020 г. на АО «МКБ «Факел» изготовлены фасонные отливки из жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ. Опытная партия отливок в количестве 2,5 т. изготовлена в соответствии с ТИ1.595-24-638-2015 «Плавка и литьё жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ» и ТИ 1.595-24-737-2015 «Термическая обработка жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ», разработанных в рамках НИР шифр «Бриз» и предоставленной по Лицензионному договору №077-18-23 от 15.01.18 г. и Дополнительному соглашению №1 от 05.03.19 г. между ФГУП «ВИАМ» и АО «МКБ «Факел».

От АО «МКБ «Факел»:

(Handwritten signatures)
1 Куринин Г.Т.
(Белазский ПП)
Александр / Александр В.В.

Заместитель главного
конструктора
Заместитель начальника
отдела
Начальник бюро
специалистов
металлургического профиля

От ФГУП «ВИАМ»:

Начальник НИО
Начальник лаборатории
Научный руководитель
раздела НИР,
начальник сектора
Ответственный исполнитель
раздела НИР, ведущий
научный сотрудник

(Handwritten signatures)

В.А. Дуюнова
А.А. Леонов
И.Ю. Мухина
З.П. Уридия

«УТВЕРЖДАЮ»
Заместитель Генерального директора
по проектированию, НИР и ОКР
ПАО «Туполев»

Солозобов В.И.
«15» 04 2016 г.



**Акт
приемочных испытаний
опытной партии жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ,
марки ВМЛ25, изготовленной ФГУП «ВИАМ» в процессе проведения НИР шифр «Бриз»
по Государственному контракту от 01.11.2013 г. №13411.0924800.05.004**

Комиссия в составе:

председателя	Солозобова В.И. - Заместитель Генерального директора по проектированию, НИР и ОКР ПАО «Туполев»
членов комиссии	Антипова В.В. – начальника НИО ФГУП «ВИАМ», научного руководителя НИР Гришаева С.И. – начальника отдела развития цветной металлургии и промышленности редких и редкоземельных металлов Департамента металлургии и материалов Минпромторга России Трусова С.Б. – Главного инженера ФГУП «ВИАМ» Луценко А.Н. – начальника Испытательного центра ФГУП «ВИАМ» Тупицкой Л.Н. – начальника Научно-технического Управления ФГУП «ВИАМ»

действующая на основании приказа № 7^в от « 19 » января 2015 г. Генерального директора ФГУП «ВИАМ» составила настоящий акт о следующем:

1. Комиссия в период с « 04 » апреля по « 15 » апреля 2016 г. провела приемочные испытания опытной партии жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ, полученной в процессе проведения НИР шифр «Бриз» по технологическим инструкциям:

ТИ 1.595-24-638-2015 «Плавка и литье жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ» от 21.04.2015г. с Изменением №1 к ТИ 1.595-24-638-2015 от 24.11.2015г. в электрической печи сопротивления марки SMHS-N300Mg цеха № 42 в промышленных условиях (ОАО «АК «Рубин»);

ТИ 1.595-24-737-2015 «Термическая обработка жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ» от 21.04.2015г. с Изменением №1 к ТИ 1.595-24-737-2015 от 24.11.2015г. в электрической печи НКО 7.14.7/7ВП камерного типа с выдвижным подом и принудительной циркуляцией воздуха цеха №10 (ФГУП «ВИАМ»).

Испытания проводились цехом №10 и лабораториями №№17 и 21 Испытательного центра ФГУП «ВИАМ» согласно Программе и методикам приемочных испытаний опытной партии жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ, утвержденным начальником НИО ФГУП «ВИАМ» Антиповым В.В. «25 » января 2016 г. Результаты испытаний оформлены протоколами испытаний.

2. Комиссия рассмотрела результаты проведенных испытаний на соответствие опытной партии жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ, требованиям ТЗ, средние значения результатов составляют:

2.1 Определение химического состава – согласно ГОСТ 3240.0 - 3240.21–76.

Установлено: Химический состав жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ, соответствует составу в полученном Патенте №2562190 «Сплав на основе магния».

2.2 Испытания на растяжение – согласно ГОСТ 1497–84.

Установлено: полученное значение предела кратковременной прочности при температуре 20⁰С на образцах из опытной партии составляет $\sigma_s=275$ МПа, что соответствует требованиям Технического задания ($\sigma_s^{20}=270$ МПа).

2.3 Испытания на длительную прочность – согласно ГОСТ 10145–81.

Установлено: полученное значение предела длительной прочности при температуре 250⁰С и выдержке в течение 100 ч до разрушения образца составляет $\sigma_{100}^{250}=100$ МПа, что соответствует требованиям Технического задания ($\sigma_{100}^{250}=100$ МПа)

2.4 Испытания для определения КСУ (ударной вязкости) образцов с надрезом согласно ГОСТ 9454–78.

Установлено, что полученное среднее значение ударной вязкости образцов с надрезом $KCU=80,9$ кДж/м², что соответствует требованиям Технического задания ($KCU \geq 50$ кДж/м²).

3. Комиссия рассмотрела техническую документацию, технологическое оборудование, средства испытаний, измерений и контроля и установила:

- комплектность, полнота содержания и правильность оформления технологической документации соответствует требованиям ГОСТ 3.1102-2011 «Единая система технологической документации. Стадии разработки и виды документов. Общие положения», ГОСТ 3.1105-2011 «Единая система технологической документации. Формы и правила оформления документов общего назначения», ГОСТ 1.5-2001 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению»; технических условий – соответствует требованиям ГОСТ 2.114-95 «Единая система конструкторской документации. Технические условия», ГОСТ 1.5-2001 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению»;

- испытательное и исследовательское оборудование для проведения физико-механических испытаний и определения химического состава находится в цехе №10 и в лабораториях №№17 и 21 Испытательного центра ФГУП «ВИАМ» (Системы сертификации ГОСТ Р, АТ и ОГА, Аттестат аккредитации № ИЛ-103).

4. Комиссия постановила:

опытная партия жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ, полученная в процессе проведения НИР шифр «Бриз», приемочные испытания выдержала, соответствует требованиям ТЗ;

рекомендовать опытную партию жаропрочного литейного магниевого сплава, легированного РЗМ, к приемке, рекомендовать технологической документации присвоить литеру «О₁».

Члены комиссии



Антипов В.В.

Гришаев С.И.

Трусов С.Б.

Луценко А.Н.

Тупицына Л.Н.





СОГЛАСОВАНО

Начальник НИО
НИИ «Сорматовский институт» - ВИАМ

В.А. Дуюнова



УТВЕРЖДАЮ

Заместитель главного конструктора
ПАО «Ил» по технологичности

В.В. Куликов

АКТ

сравнительных испытаний отливок из магниевого сплава ВМЛ26

4 В рамках Утвержденной Программы испытаний отливок и отдельно отлитых образцов проведены исследования механических свойств из магниевого сплава ВМЛ26

№	Мероприятие	Срок
1	Разработка программы испытаний	Август 2025 г.
2	Подтверждение химического состава отливок отдельно отлитых образцов на соответствие НД	Август 2025 г.
3	Внешний осмотр отливок на отсутствие неслитин, пор и сквозных раковин согласно требованиям НД	Август 2025 г.
4	Проведение рентгенографического контроля на соответствие эталонов рентгеноплёнок ВИАМ	Сентябрь-октябрь 2025 г.
5	Проведение контроля механических свойств на соответствие требованиям НД	Октябрь 2025 г.
6	Изготовление отливок с типичными литейными дефектами	Ноябрь 2025 г.
7	Проведение сравнительных испытаний бездефектных отливок и отливок с устранёнными литейными дефектами методом холодного газодинамического напыления	Декабрь 2025 г.- январь 2026 г.
7	Заключение по проведённым испытаниям	Январь 2026 г.

При проведении испытаний обеспечено присутствие заместителя главного конструктора ПАО «Ил» по технологичности Куликова Владимира Вячеславовича.

Заключение

Результаты по Программе испытаний показали:

Подтверждение соответствия химического состава отливок и отдельно отлитых образцов сплава ВМЛ26, паспорту № 2042.

Отсутствие на отливках неслитин, пор, раковин, проводимый внешним осмотром и отсутствие микрорыхлоты выше средней степени по результатам рентгенографического контроля.

Соответствие механических свойств отдельно отлитых образцов и образцов с устраненными литейными дефектами требованиям НД:

Характеристика	Материал	
	Бездефектные образцы из магниевого сплава ВМЛ26	Образцы из магниевого сплава ВМЛ26 с устраненными литейными дефектами
$\sigma_{\text{в}}$, МПа	308-315	269-278
$\sigma_{0,2}$, МПа	226-229	210-219

Начальник лаборатории



А.А. Леонов

Начальник сектора лаборатории



Н.В. Трофимов

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор
ООО «ЛМЗ «АвиаЛит»
М.В. Бузенков



АКТ

опробования технологического процесса устранения литейных дефектов на отливках из магниевых сплавов

На производстве ООО «ЛМЗ «АвиаЛит» проведено опробование разработанных технологий устранения литейных дефектов (поры, раковины) на отливках из магниевых сплавов систем Mg-Al-Zn, Mg-PЗМ-Zr, исследования которых нашли отражение в рамках выполнения докторской диссертации Дуоновой Викторией Александровны на тему «Научно-технологические основы разработки и применения высокопрочных литейных магниевых сплавов нового поколения с повышенной температурой воспламенения для изделий авиакосмической техники», представленной на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Проведенные исследования механических свойств показали принципиальную возможность применения технологию устранения литейных дефектов методом холодного газодинамического напыления в качестве ремонтной технологии при производстве отливок из магниевых сплавов. Отношение прочности образцов с напылением к прочности основного материала составили:

- для системы Mg-Al-Zn: $\geq 0,88$;
- для системы Mg-PЗМ-Zr: $\geq 0,86$.

При этом применение разработанных подходов позволило обеспечить возврат в производственный процесс до 20 % отбракованных по литейным дефектам отливок, что значительно снизило трудо- и энергозатраты производства по сравнению с устранением литейных дефектов заваркой.

Главный инженер, к.т.н.



С.В. Марцев