

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **037441**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2021.03.29

(51) Int. Cl. **C22F 1/04 (2006.01)**
C22C 1/02 (2006.01)

(21) Номер заявки
201900046

(22) Дата подачи заявки
2016.09.30

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДЕФОРМИРОВАННЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИЯ

(43) **2019.06.28**

(56) EA-B1-000586
EP-B1-1252351
US-A1-20060042727
US-A1-20090223608
EP-A1-2698216

(86) **PCT/RU2016/000655**

(87) **WO 2018/063024 2018.04.05**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
"ОБЪЕДИНЕННАЯ КОМПАНИЯ
РУСАЛ ИНЖЕНЕРНО-
ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР" (RU)**

(72) Изобретатель:
**Мани Виктор Христьянович, Крохин
Александр Юрьевич, Алабин
Александр Николаевич, Сальников
Александр Владимирович (RU)**

(57) Изобретение относится к области металлургии и может быть использовано для получения деформированных полуфабрикатов в виде профилей различного сечения. Предложен способ получения деформированного полуфабриката из сплава на основе алюминия, включающий стадии: а) приготовления расплава, содержащего железо и по меньшей мере один элемент, выбранный из группы: цирконий, кремний, магний, медь и скандий; б) получения литой заготовки непрерывной длины путем кристаллизации расплава со скоростью охлаждения, обеспечивающей формирование литой структуры, характеризующейся размером дендритной ячейки не более 60 мкм; в) получения деформированного полуфабриката путем горячей прокатки заготовки при начальной температуре заготовки не выше 520°C со степенью деформации до 60% и использовании дополнительно по меньшей мере одной следующей операции: прессование заготовки в интервале температур 300-500°C путем прохождения заготовки через матрицу; закалку в воду полученного деформированного полуфабриката с температурой не ниже 450°C. При этом деформированный полуфабрикат имеет структуру, представляющую собой алюминиевую матрицу с распределенными в ней по меньшей мере одним выбранным легирующим элементом и эвтектическими частицами с поперечным размером не более 3 мкм. Способ обеспечивает совокупный высокий уровень физико-механических характеристик, в частности высокий уровень относительного удлинения (не ниже 10%), временного сопротивления разрыву и высокого уровня проводимости, за один технологический этап производства.

037441 B1

037441 B1

Область техники

Изобретение относится к области металлургии и может быть использовано для получения деформированных полуфабрикатов в виде профилей различного сечения, прутков, сортового проката, в том числе катанки и других полуфабрикатов из технического алюминия и сплавов на его основе. Деформированные полуфабрикаты могут быть использованы в электротехнике при производстве проводниковой продукции для получения сварочной проволоки, строительстве и других применений.

Предшествующий уровень техники

Для производства изделий из деформируемых алюминиевых сплавов используются различные способы получения деформируемых полуфабрикатов, при прочих равных условиях определяющие конечный уровень механических свойств. При этом стремление достичь совокупно высокого уровня различных физико-механических характеристик не всегда удается, в частности при достижении высокого уровня прочностных свойств обычно достигается низкий уровень пластичности и наоборот.

При производстве алюминиевой катанки наибольшее распространение получил способ непрерывной разливки литой заготовки, прокатки этой заготовки в катанку и последующей смотки в бухту. Способ широко используется для производства катанки электротехнического назначения, в частности из технического алюминия, Al-Zr сплавов, сплавов групп 1xxx, 8xxx и 6xxx серий. Основными производителями оборудования этого типа являются ВНИИМЕТМАШ (<http://vniimetmash.com>) и Properzi (<http://www.properzi.com>). Основным преимуществом этого оборудования, прежде всего, является высокая производительность при производстве катанки. Среди недостатков данного способа следует выделить:

- 1) схема деформации прокаткой не позволяет производить сложнопрофильные изделия (в частности, уголки и другие полуфабрикаты с несимметричным сечением);
- 2) при использовании только прокатки обычно не удается достичь высоких значений относительного удлинения, а для повышения относительного удлинения требуется применение дополнительной операции термической обработки.

Кроме того, за один цикл при горячей прокатке обычно невозможно осуществить большие однократные деформации, что требует последовательной установки очагов деформации, в частности использованию многовалковых станов, что требует отведения больших производственных площадей под оборудование.

Известен другой способ производства алюминиевых сплавов и метод их получения, отраженный в патенте компании Alcoa US20130334091A1. Способ непрерывного литья полосы и термической обработки включает следующие основные операции: непрерывное литье полосы, прокатка до конечной или промежуточной полосы и далее закалка. Для достижения заданного уровня характеристик в предложенном способе предусматривается обязательная термическая обработка деформированных полуфабрикатов, прокатанной ленты, что в некоторых случаях усложняет производственный процесс.

Наиболее близким к заявленному изобретению является способ получения проволоки, отраженный в патенте US3934446. Способ предусматривает непрерывный процесс получения проволоки с использованием совмещенных этапов: прокатки заготовки и ее последующего прессования. Среди недостатков предложенного изобретения следует отметить отсутствие технологических параметров (температура заготовки, степени деформаций и другие), обеспечивающие достижение необходимого уровня физико-механических характеристик.

Раскрытие сущности изобретения

Задачей изобретения является создание нового способа получения деформируемых полуфабрикатов, обеспечивающего на деформированных алюминиевых сплавах, легированных железом и по меньшей мере одним элементом из группы: цирконием, кремнием, магнием, никелем, медью и скандием - совокупный высокий уровень физико-механических характеристик, в частности высокий уровень относительного удлинения (не ниже 10%), временного сопротивления разрыву и высокого уровня проводимости.

Техническим результатом является решение поставленной задачи - достижение совокупного уровня физико-механических характеристик за один технологический этап производства без использования многостадийных этапов производства, таких как отдельные операции производства бухты, ее закалки или отжига.

Решение поставленной задачи и достижение указанного технического результата обеспечивается тем, что предложен способ получения деформированных полуфабрикатов из сплава на основе алюминия, включающий:

- а) приготовление расплава, содержащего железо и по меньшей мере один элемент из группы: цирконий, кремний, магний, никель, медь и скандий.
- б) получение литой заготовки непрерывной длины путем кристаллизации расплава со скоростью охлаждения, обеспечивающей формирование литой структуры, характеризующейся размером дендритной ячейки не более 70 мкм.
- в) получение деформированного полуфабриката путем горячей прокатки заготовки при начальной температуре заготовки не выше 520°C со степенью деформации вплоть до 60% (оптимально до 50%) и

использования дополнительно по меньшей мере одной следующей операции:

прессование заготовки в интервале температур 300-500°C путем прохождения заготовки через матрицу;

закалку в воду полученного деформированного полуфабриката при температуре не ниже 450°C;

при этом структура деформированного полуфабриката представляет собой алюминиевую матрицу с распределенными в ней легирующими элементами и эвтектическими частицами с поперечным размером не более 3 мкм.

Прокатку прессованной заготовки также можно осуществлять путем прохождения через ряд прокатных клетей.

Целесообразно использовать следующий концентрационный диапазон легирующих элементов, мас. %: железо - 0,08-0,25; цирконий до 0,26; кремний - 0,05-11,5; магний до 0,6; стронций до 0,02.

Подробное описание сущности изобретения

Обоснование заявляемых технологических параметров способа получения деформированных из данного сплава приведено ниже.

В зависимости от требований к конечному уровню характеристик расплав будет содержать железо и по меньшей мере один элемент из группы: Zr, Si, Mg, Ni, Sc, в частности: а) для деформированного полуфабриката термостойкого применения (с рабочей температурой до 300°C) - железо и по меньшей мере один элемент из группы цирконий и скандий; б) для деформированного полуфабриката с повышенным уровнем прочностных свойств (не ниже 300 МПа) - железо, кремний и магний; в) для сварочной проволоки - железо и по меньшей мере один элемент из группы кремний, цирконий, марганец, кремний, стронций и скандий; г) для тонкой проволоки - железо и по меньшей мере один элемент из группы никель, медь и кремний.

Как известно, размер структурных составляющих литой заготовки напрямую зависит от скорости охлаждения в интервале кристаллизации, в частности размер дендритной ячейки, эвтектические составляющие и т.д. Поэтому уменьшение скорости кристаллизации, при которой формирование дендритной ячейки ниже 60 мкм, может привести к формированию грубых фаз эвтектического происхождения, что ухудшит технологичность при последующей деформационной обработке, следствием чего будет уменьшение общего уровня механических характеристик на тонких деформированных полуфабрикатах (в частности, на тонкой проволоке и тонких профилях). Кроме того, снижение скорости охлаждения ниже требуемой не обеспечит формирование пересыщенного твердого раствора при кристаллизации заготовки, в частности по содержанию циркония, что негативно отразится на конечном уровне физико-механических характеристик деформированных полуфабрикатов.

Если температура прокатки исходной заготовки будет превышать 550°C, то в деформируемом сплаве могут протекать динамические процессы рекристаллизации, что может отрицательно отразиться на общем уровне прочностных характеристик полученного полуфабриката для дальнейшего использования.

Для деформируемых сплавов, содержащих цирконий, температура исходной заготовки не должна превышать 450°C, в противном случае в структуре могут сформироваться грубые вторичные выделения фазы Al_3Zr ($L1_2$) или вторичные выделения фазы Al_3Zr ($D0_{23}$).

Если температура прессования прокатанной заготовки будет превышать 520°C, то в деформируемом сплаве могут протекать динамические процессы рекристаллизации, что может отрицательно отразиться на общем уровне прочностных характеристик. Если температура прессования прокатанной заготовки будет ниже 400°C, то возможно снижение технологичности при прессовании.

Снижение температуры при закалке ниже 450°C приведет к преждевременному распаду алюминиевого твердого раствора, что негативно отразится на конечном уровне прочностных свойств.

Примеры конкретного осуществления предложенного способа приведены ниже.

Способ получения литой заготовки влияет на параметры структуры для сплавов системы Al-Zr, в меньшей степени для других систем. В частности, для сплавов системы Al-Zr весь цирконий должен войти в алюминиевый твердый раствор, что достигается путем:

- 1) повышения температуры выше ликвидуса для системы Al-Zr и
- 2) скоростью охлаждения при кристаллизации.

Напрямую скорость охлаждения на промышленной установке измерить практически нельзя, но скорость охлаждения имеет прямую корреляцию с дендритной ячейкой, для этого данный параметр как раз и вводится как критерий.

Пример 1.

Из сплава типа системы Al-Zr, содержащего 0,26% Zr, 0,24% Fe и 0,06% Si (мас. %), в лабораторных условиях были получены литые заготовки (с площадью поперечного сечения 1520 мм²) при различных условиях кристаллизации. Условия кристаллизации варьировались нагревом изложницы. Температура литья для всех вариантов составляла 760°C.

С использованием металлографического анализа (сканирующая электронная микроскопия) выполнялась оценка структуры литых заготовок и деформированных прутков диаметром 9,5 мм, полученных прокаткой. Начальная температура литой заготовки перед прокаткой составляла 500°C. Результаты измерений представлены в табл. 1.

Таблица 1

Влияние скорости охлаждения на структуру литой заготовки и конечный размер Fe-содержащих фаз эвтектического происхождения

№	Скорость охлаждения °C/c	Параметры структуры литой заготовки		
		Средний размер дендритной ячейки, мкм	Структурные составляющие	Максимальный поперечный размер Fe-содержащих эвтектических фаз
1	3	98	(Al), Al ₃ Zr (D0 ₂₃), Fe-содержащие эвтектические фазы	- *
2	5	85		- *
3	7	71	(Al), Fe-содержащие эвтектические фазы	3,8
4	11	60		3,1
5	27	45		2,5
6	76	29		1,6

(Al) - алюминиевый твердый раствор;

Al₃Zr (D0₂₃) - первичные кристаллы фазы Al₃Zr с решеткой типа D0₂₃;

- ввиду наличия первичных кристаллов заготовки не прокатывались.

Из результатов, представленных в табл. 1, следует, что при литье заготовок со скоростью охлаждения 5°C/c и менее в структуре Al-Zr сплава формируются первичные кристаллы фазы Al₃Zr (D0₂₃), что является неустраняемым структурным браком.

Как видно из табл. 1, только при скорости охлаждения 7°C/c и более в интервале кристаллизации структура заготовки представляет собой алюминиевый твердый раствор (Al), на фоне которого распределены прожилки Fe-содержащих эвтектических фаз с размером 3,8 мкм и менее.

Для оценки технологично при деформации из заготовок №№ 3-6 (табл. 1) была получена катанка диаметром 9,5 мм, из которой была получена тонкая проволока диаметром 0,5 мм. Результаты технологичности при волочении и определение механических свойств проволоки после отжига приведены в табл. 2.

Таблица 2

Механические свойства проволоки диаметром 0,5 мм

№	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %	Примечание
3	-	-	-	Низкая технологичность при волочении (обрывы)
4	130	155	8	-
5	131	160	10	-
6	131	167	14	-

Как видно из табл. 2, только при скорости охлаждения 11°C/c и выше, при которой формируются эвтектические частицы Fe-содержащих, обеспечивается высокая технологичность при волочении тонкой проволоки диаметром 0,5 мм. Высокая технологичность обеспечивается достижением размера частиц Fe-содержащей фазы, максимальный размер которых не превышает 3,1 мкм.

Пример 2.

Из сплава, содержащего 11,5% Si, 0,02% Sr и 0,08% Fe (мас.%) с использованием последовательных операций прокатки и прессования были получены деформированные полуфабрикаты в виде прутков диаметром 12 мм.

Исходные сечения литых заготовок представляли 1080, 1600 и 2820 мм². Прокатка литой заготовки и прессование прокатанной заготовки выполнялись при различных температурах. Параметры прокатки и прессования представлены в табл. 3.

Таблица 3

Параметры прокатки и прессования сплава Al-1 1,5% Si-0,02% Sr

Сечение литой заготовки мм ²	Прокатка			Прессование	Примечание
	Начальная температура заготовки °C	Конечное сечение заготовки мм ²	Степень деформации за один проход при прокатке, %	Степень деформации при прессовании %	
1080	450	340	56	76	
	450	680	37	83	
	450	960	11	88	
1600	450	340	70	-	Разрушение при прокате
	500	680	58	-	Разрушение при прокате
	500	960	40	88	
2820	500	340	83	-	Разрушение при прокате
	500	680	76	-	Разрушение при прокате
	500	960	66*	88	

* - Небольшие трещины при прокате.

Пример 3.

Из сплава, содержащего Al-0,6% Mg-0,5% Si-0,25% Fe, были получены прутки с использованием различных схем деформации: прокатка, прессование и совмещенная схема прокатки и прессования. В табл. 4 приведен сравнительный анализ механических свойств на разрыв. Сечение исходной заготовки составляло 960 мм². Температура прокатки и прессования составляла 450°C. Конечный диаметр прутка после деформации составлял 10 мм. Испытания проводились после 48 ч вылеживания образцов. Расчетная длина при испытании на разрыв составляла 200 мм.

Таблица 4

Механические свойства на разрыв

Схема деформации	σ_B , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	δ , %
Прокатка	182	143	12
Прессование	151	123	25
Прокатка и прессование	165	136	23

Из представленных результатов следует, что наилучшие значения относительного удлинения (δ) достигаются при использовании прессования или совмещенного процесса прессования и прокатки. Разница в значениях относительного удлинения в этом случае достигается в формировании тонкой структуры при прокатке и прессовании, в частности после прессования реализуется полигонизованная структура со средним размером субзерен не более 150 нм, в отличие от прокатки, где такая структура преимущественно представлена ячеистой структурой.

Пример 4.

Из сплава, содержащего Al-0,45% Mg-0,4% Si-0,25% Fe (обозначение 1) и Al-0,6% Mg-0,6% Si-0,25% Fe (обозначение 2) в табл. 5, были получены прутки с использованием совмещенной схемы прокатки и прессования с использованием различных режимов. Температуры прокатки и прессования приведены в табл. 5. Сечение исходной заготовки 960 мм². Степень деформации при прокатке - 50%. Степень деформации при прессовании составляла 80%. Полученные прутки при выходе из пресса интенсивно охлаждались водой для получения пересыщенного твердого раствора легирующими элементами. Сечение исходной заготовки составляло 960 мм². Температура прокатки и прессования варьировалась в интервале от 520-420°C, что позволило получить различные температуры прессованной заготовки. Потери температуры при прокатке прессования составляли от 20 до 40°C. Конечный диаметр прутка после деформации составлял 10 мм. Испытания проводились после 48 ч вылеживания образцов. Расчетная длина при испытании на разрыв составляла 200 мм.

В табл. 5 приведен сравнительный анализ относительного удлинения и удельного электрического сопротивления. По значениям удельного электрического сопротивления судили о распаде алюминиевого твердого раствора (пересыщенному состоянию для рассматриваемых сплавов 1 и 2 соответствует значение $32,5 \pm 0,3$ и $33,1 \pm 0,3$ мкОм×мм соответственно).

Таблица 5

Значения относительного удлинения и удельного электрического сопротивления в зависимости от температуры прутка после выхода из пресса

Обозначение	Температура прутка после выхода из пресса, °С	Удельное электрическое сопротивление катанки, мкОм/мм	Относительное удлинение, %
1	500	32,5	23,9
	450	32,5	23,7
	440	32,0	20,1
	430	31,5	18,1
2	500	33,1	23,9
	490	33,1	23,7
	470	32,6	20,1
	460	31,5	18,1
	400	31,1	17,1

Из результатов, представленных в табл. 5, видно, что для достижения пересыщенного раствора после прессования и интенсивного охлаждения водой температура исходной заготовки должна составлять около 520°С, а после прессования температура заготовки не ниже 490°С, что в случае использования закатки обеспечивает возможность достижения на прессованной заготовке пересыщенного алюминиевого раствора.

Пример 5.

Из технического алюминия, содержащего 0,24% Fe и 0,06% Si (мас.%) с использованием совмещенного процесса прокатки и прессования была получена катанка диаметром 9,5 мм. Технологический процесс получения катанки предусматривал следующие операции:

непрерывное литье заготовки со скоростью охлаждения, обеспечивающей формирование дендритной ячейки со средним размером около 30 мкм. При этом структура литой заготовки представляла собой алюминиевый раствор, на фоне которого распределены эвтектические прожилки Fe-содержащей фазы с максимальным размером не более 1,5 мкм;

горячая прокатка при начальной температуре литой заготовки около 400°С со степенью деформации 50%;

последующее прессование заготовки со степенью деформации 78% до прутка 15 мм;

последующая прокатка прутка до катанки 9,5 мм.

В табл. 6 приведен сравнительный анализ механических свойств на разрыв катанки, полученной при совмещенном процессе и с использованием традиционной агрегатов схемы непрерывного получения катанки на литейно-прокатных агрегатах ВНИИМЕТМАШ.

Таблица 6

Значения механических свойств процессов совмещенного процесса прокатка-прессование и агрегата ВНИИМЕТМАШ

Схема деформации	σ_b , МПа	δ , %
ВНИИМЕТМАШ	105	14,5
Прокатка-прессование	108	20,5

Повышенное значение относительного удлинения на заготовках, полученных совмещенным способом, обеспечивает на 25% более высокие значения относительного удлинения по сравнению с традиционным способом получения катанки.

Пример 6.

Из прутков диаметром 12 мм, полученных с использованием совмещенного процесса прокатки и прессования, была получена проволока диаметром 3,2 мм. Исходное сечение заготовки составляло 1520 мм². Степень деформации при прокатке составляла 45%, а при прессовании 86%. Полученные прутки диаметром 12 мм термически обрабатывали при температуре 375°С в течение 150 ч, из которой в последствии и получали проволоку.

Оценку потери свойств проводили после отжига проволоки при температуре 400°С в течение 1 ч и рассчитывали из соотношения

$$\Delta\sigma = (\sigma_{исх} - \sigma_{отж}) / \sigma_{исх} \cdot 100 \%,$$

где $\sigma_{исх}$ - исходный уровень временного сопротивления проволоки; $\sigma_{отж}$ - уровень временного сопротивления проволоки после отжига при 400°С в течение 1 ч.

Таблица 7

Влияние параметров совмещенной прокатки и прессования сплава Al-0,25% Zr на потерю свойств проволоки после отжига при 400°C в течение 1 ч

Температура литой заготовки, °C	Температура прутка после выхода из пресса, °C	Потеря свойств проволоки после отжига 400 °C, 1ч, %
520	500	12
500	480	9
470	450	8
420	400	8
360	340	6
320	300	9
300	270	12

Точность поддержания температуры заготовки в технологическом процессе составляла 10°C.

Из результатов, представленных в табл. 7, видно, что при высоких температурах литой заготовки потеря свойств составляет более 12%, что связано с неконтролируемым и неравномерным (веерным) процессом распада алюминиевого твердого раствора с частичным образованием фазы Al_3Zr уже в процессе деформационной обработки. При понижении температуры неравномерный распад не наблюдался. При понижении температуры ниже 300°C проволока характеризовалась более высокими значениями временного сопротивления разрыву, что приводило к большему падению прочностных свойств при отжиге.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения деформированного полуфабриката из сплава на основе алюминия, включающий стадии:

а) приготовления расплава, содержащего железо и по меньшей мере один элемент, выбранный из группы: цирконий, кремний, магний, медь и скандий;

б) получения литой заготовки непрерывной длины путем кристаллизации расплава со скоростью охлаждения, обеспечивающей формирование литой структуры, характеризующейся размером дендритной ячейки не более 60 мкм;

в) получения деформированного полуфабриката путем горячей прокатки заготовки при начальной температуре заготовки не выше 520°C со степенью деформации до 60% и использовании дополнительно по меньшей мере одной следующей операции:

прессование заготовки в интервале температур 300-500°C путем прохождения заготовки через матрицу;

закалку в воду полученного деформированного полуфабриката с температурой не ниже 450°C;

при этом деформированный полуфабрикат имеет структуру, представляющую собой алюминиевую матрицу с распределенными в ней по меньшей мере одним выбранным легирующим элементом и эвтектическими частицами, с поперечным размером не более 3 мкм.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что прокатку прессованной заготовки осуществляют путем прохождения через ряд прокатных клетей.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что используют следующий концентрационный диапазон легирующих элементов, мас. %: железо - 0,08-0,25; цирконий до 0,26; кремний - 0,05-11,5; магний до 0,6; стронций до 0,02.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что для получения деформированного полуфабриката термостойкого применения, с рабочей температурой до 300°C, в составе расплава используют железо и по меньшей мере один элемент из группы цирконий и скандий.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что для получения деформированного полуфабриката с повышенным уровнем прочностных свойств не ниже 300 МПа в составе расплава используют железо, кремний и магний.

6. Способ по п.1, отличающийся тем, что для получения деформированного полуфабриката для изготовления сварочной проволоки в составе расплава используют железо и по меньшей мере один элемент из группы: кремний, цирконий, марганец, кремний, стронций и скандий.

7. Способ по п.1, отличающийся тем, что для получения деформированного полуфабриката для изготовления тонкой проволоки в составе расплава используют железо и по меньшей мере один элемент из группы: никель, медь и кремний.

