

**ШУТОВ ИЛЬЯ ВЛАДИСЛАВОВИЧ**

**ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ  
Al СПЛАВОВ AMg6 И AD1 ПРИ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ПАЙКЕ  
ПРИПОЯМИ Zn-Cu-Al И Al-Si**

2.6.17 – Материаловедение

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

**Ижевск 2024**

Работа выполнена в федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Удмуртский государственный университет».

**Научный  
руководитель:**

**Кривилев Михаил Дмитриевич,**  
доктор физико-математических наук, доцент

**Официальные  
оппоненты:**

**Пашков Игорь Николаевич,**  
доктор технических наук, профессор кафедры «Технологии и системы автоматизированного проектирования металлургических процессов» ФГБОУ ВО «Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)»

**Бродова Ирина Григорьевна**  
доктор технических наук, главный научный сотрудник лаборатории цветных сплавов ФГБУН «Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук»

**Ведущая  
организация:**

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Санкт-Петербургский государственный морской технический университет», г. Санкт-Петербург

Защита состоится «28» июня 2024 года в 14.00 на заседании диссертационного совета Пермского национального исследовательского политехнического университета Д ПНИПУ.05.16, по адресу: 614990, г. Пермь, Комсомольский пр-т, д. 29, ауд. 423б.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (сайт <http://pstu.ru>).

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2024 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
Д ПНИПУ.05.16,  
кандидат технических наук

Кульметьева В.Б.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Для изготовления алюминиевых деталей со сложной геометрией наиболее часто применяется технология высокотемпературной пайки (ВТП), также известная в международной литературе как пайка твердым припоем (brazing technology). Область применения ВТП определяется ее промежуточным положением между низкотемпературной пайкой и сваркой. Преимуществом ВТП является повышенная термоустойчивость соединения, так как температуры плавления твердых и мягких припоев значительно отличаются, то соединение, выполненное ВТП, способно работать при более высоких температурах, сохраняя эксплуатационные свойства.

Основной сложностью при пайке алюминиевых сплавов является присутствие тонкого, но механически очень прочного, тугоплавкого поверхностного оксидного слоя, который препятствует металлургическому соединению деталей. Для предотвращения образования оксидов и последующего окисления соединения во время пайки используют флюсы, температура плавления которых ниже температуры плавления припоя. Флюсы химически преобразуют оксиды в легкоплавкие комплексные соединения, которые в дальнейшем в процессе пайки не препятствуют взаимодействию припоя с основным материалом. Для некоторых классов Al сплавов использование флюсов ограничено, поэтому используются диффузионно-активные припои, которые позволяют паять конструкции без использования флюсов. Совершенствование всех перечисленных выше технологий требует детального исследования процессов формирования микроструктуры в зоне паяного шва, физико-химических взаимодействий припоя и основного материала, механических свойств паяных соединений для улучшения режимов технологических процессов.

**Актуальность темы исследования** заключается в выборе режимов пайки и присадочных материалов для обеспечения формирования оптимальной микроструктуры в зоне паяного соединения, оценке прочностных свойств паяных швов, полученных с учетом различных температурных режимов пайки, позволяющих определить эксплуатационные характеристики паяных швов для сплавов марок АМг и АД с различным содержанием Mg.

В настоящее время ВТП применяется во многих отраслях промышленности, таких как машиностроение, авиастроение и космическая отрасль. В автомобилестроении ВТП применяется для производства теплообменников или радиаторов транспортных средств. В авиастроении ВТП используется для изготовления ряда элементов фюзеляжа, крыльев, баков для топлива и криогенных жидкостей, корпусов ракет и других конструкций из алюминиевых, титановых, магниевых сплавов. Отметим, что для создания авиационных конструкций и аппаратов в основном используются материалы, имеющие сложные системы легирования, что не всегда позволяет использовать для изготовления сборных конструкций традиционные режимы пайки. В машиностроении и станкостроении пайка используется для закрепления элементов оборудования, подверженных ударным воздействиям и подверженных износу. В результате удается обеспечить смену рабочего элемента без проведения ремонта всего оборудования.

При использовании ВТП необходимо учитывать множество факторов, влияющих на конечные характеристики изделий. Большое количество протекающих физико-химических процессов требуют особого внимания при оптимизации режимов ВТП и применимости тех или иных материалов и сплавов. Дополнительно важными аспектами высокотемпературной пайки, которые также необходимо учитывать, являются процессы кристаллизации и структурообразования первичной

микроструктуры. При этом режим термической обработки значительно влияет на процессы кристаллизации, что требует определения оптимальных параметров пайки. Следовательно, учет термического воздействия при пайке очень важен, так как это непосредственно влияет на механические свойства изготавливаемых изделий. Таким образом, вышеприведенный анализ показывает, что тема диссертации является актуальной и результаты исследования имеют важное практическое значение для совершенствования технологии ВТП Al сплавов, легированных магнием.

**Степень разработанности темы исследования.** В области ВТП алюминиевых сплавов, используемой в различных областях машиностроения, авиастроения и электроники, накоплен значительный научный задел. В 30-х годах XX века С.Н. Лоцманов занимался изучением проблем пайки Al и его сплавов и способствовал развитию и совершенствованию нового техпроцесса. Исследованием возможности пайки высоколегированных алюминиевых и магниевых сплавов занимался И.Е. Петрунин в начале 60-х годов. В настоящее время в области ВТП различных Al и Ti сплавов проведен большой объем исследований, как в РФ, так и за рубежом. Множество исследований в данной области проводится в Союзе профессиональных паяльщиков имени С. Н. Лоцманова и институте ВИАМ в г. Москва. Разработкой и внедрением современных припоев и флюсов, а также исследованием свойств присадочных материалов для ВТП газотурбинных двигателей и горной промышленности занимается д.т.н. И. Н. Пашков. Проблеме бесфлюсовой пайки алюминия в криогенной технике посвящено много работ А. И. Смородина и Е. И. Сторчая. За рубежом активно занимаются проблемами пайки Al и Ti сплавов твердым припоем космического назначения. Большой вклад в развитие технологии ВТП внесли D.P. Sekulic, A.E. Shapiro (США), F. Hodaj, N. Eustathopoulos (Франция). Вопросами моделирования смачивания занимаются S. Mesarovic (США), D. Seveno (Бельгия).

**Обоснование выбора объекта и предмета исследования.** В настоящее время в различных отраслях промышленности широко используются сплавы алюминия. Один из основных методов соединения при создании конструкций из Al сплавов является ВТП. Для каждой системы Al сплавов существуют различные способы пайки и используются определенные присадочные материалы. К основным системам, которые используются в качестве припоев, можно отнести силумины, это до- и заэвтектические сплавы Al-Si с процентным содержанием кремния от 10 до 15 вес.%. Температура их плавления составляет порядка 600–620 °С при температуре плавления матричного алюминия 660 °С согласно фазовой диаграмме. Силумины обладают высокой жидкотекучестью и хорошо смачивают поверхность, не требуют особых условий пайки, для силуминов подобран универсальный раскисляющий флюс тетрафторалюминат калия  $KAlF_4$ .

Если рассматривать авиастроительные отрасли, там широко распространены сплавы системы AMg или сплавы алюминий-магний-марганец (манганалии и авиали). Эти сплавы обладают высокой прочностью с сохранением пластичности, что немаловажно для создания конструкций авиационного назначения. Температурные режимы термообработки при пайке сплавов AMg строго зависят от количества легирующих компонентов, в основном от количества магния.

Если для пайки алюминия с использованием сплавов системы Al-Si разработаны технологии и флюсы, полностью исключаящие проблемы охрупчивания и разупрочнения матричного материала, то для системы AMg (Al-Mg-Mn) с содержанием Mg выше 3% множество влияющих на свойства соединения факторов приводят к трудностям при ВТП. В первую очередь, многостадийный процесс

раскисления поверхности сплавов алюминия с магнием требует особых знаний о химическом взаимодействии магния с другими элементами и его химической активности. Большинство флюсов, используемых на производствах сейчас, не позволяют паять сплавы с высоким содержанием магния.

**Объектом исследования**, перспективным для изучения, в качестве основного материала выбраны сплавы марки АМг. В качестве припоев для выбранного основного материала исследовались системы Zn–Cu–Al, Zn–Al на основе Zn с различной концентрацией дополнительных элементов. Для сравнения механизмов структурообразования систем с различным содержанием магния в матричном материале и различных методов пайки исследовалась система АД1 с припоем Al–Si и флюсом KAlF<sub>4</sub>.

**Предметом исследования** являются процессы растекания припоя, формирования микроструктуры, протекающие при высокотемпературной пайке Al сплавов с различным содержанием Mg, а также их влияние на механические свойства образованного паяного соединения.

**Целью работы** является определение режимов пайки Al сплавов с содержанием Mg до 6 % для реакционно-контактного и реакционно-флюсового методов, обоснование выбора состава припоев, отработка режимов пайки для получения оптимальной микроструктуры и механических свойств паяного соединения.

С учетом этого сформулированы **задачи диссертационного исследования**:

1. Изучение процессов формирования микроструктуры с учетом температурных режимов при реакционно-контактной и реакционно-флюсовой пайке сплавов Al с различным содержанием Mg.
2. Механические испытания образцов, паяных внахлест при различных режимах пайки, для определения максимальных сдвиговых напряжений.
3. Фрактографический анализ изломов образцов после испытания на срез с целью выявления механизмов разрушения и влияния структурно-фазовых характеристик на механические свойства.

**Научная новизна:**

1. Впервые показано, что использование припоя Zn–2%Cu–1%Al для пайки Al сплавов с содержанием магния от 3 до 6 вес. % позволило получить соединение с микроструктурой, обеспечивающей приемлемые механические свойства.
2. Получены новые данные о механизме структурообразования: при кристаллизации формируется зона столбчатых кристаллов твердого раствора Al(Zn) и Zn(Al), эвтектика ZnAl + β-Zn, эвтектоид α-Al + β-Zn + интерметаллид CuZn<sub>5</sub>. При этом фазы, формирующиеся в эвтектической структуре, незначительно уменьшают пластичность паяного шва при сохранении его прочности.
3. Предложен механизм разрушения паяных соединений АМг, заключающийся в образовании трещины на границе областей с различным типом микроструктуры и ее распространению в основном материале вдоль паяного шва.
4. Предложена гипотеза, что флюс KAlF<sub>4</sub>, внедренный в слой плакированного припоя Al–Si, приводит к подплавлению основного материала на стадии нагрева в температурном интервале 550-580 °С, что приводит к структурной однородности поверхностного слоя и увеличению его сплошности.

**Практическая значимость:**

1. Впервые предложены методические рекомендации для высокотемпературной пайки Mg-содержащих сплавов марки АМг с учетом возможных режимов пайки и присадочных материалов.

2. Разработан экспериментальный стенд для проведения пайки внахлест с регулируемыми скоростями нагрева и охлаждения в контролируемой атмосфере.
3. Экспериментально доказано, что припои на основе Zn–Cu–Al являются оптимальными для пайки сплавов марки АМг, поскольку обеспечивают формирование микроструктуры с оптимальными механическими свойствами.
4. Экспериментально показано, что прочность паяных соединений, полученных по разработанной методике, не снижается при эксплуатации в условиях низких температур до  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
5. Проведено исследование нового материала композитного припоя, содержащего раскислитель  $\text{KAIF}_4$  как внедренный элемент в слой плакированного сплава  $\text{Al}_{90}\text{Si}_{10}$ .
6. Результаты исследования используются в учебном процессе при проведении лабораторных и практических работ по курсам “Металлография”, “Физико-химические методы анализа”.
7. На основе ключевых результатов внедрены методики пайки для производства научно-технического оборудования (Акт внедрения результатов кандидатской (диссертационной) работы Шутова Ильи Владиславовича ООО «Эковектор»). Разработанные методические рекомендации по способу пайки практически значимы в радиоэлектронной промышленности для подготовки корпусов конденсаторов, крепежа элементов радиоэлектронной аппаратуры (Акт оценки практической значимости результатов кандидатской (диссертационной) работы Шутова Ильи Владиславовича АО «Элеконд»).

Работа выполнена в рамках целевых работ «Реология алюминиевых расплавов в условиях микрогравитации» (шифр РЕАЛ) по заказу АО «ЦНИИмаш» (г. Королев) (итоговый отчет по ЦР РЕАЛ, 2023 г.).

**Методология и методы исследования.** Для решения поставленных задач использовались методы физического материаловедения и физики конденсированного состояния: дифференциальная сканирующая калориметрия (калориметр DSC 404C Netzsch) для определения температур и энтальпий фазовых переходов с целью выявления многостадийности процессов, протекающих при пайке; метод металлографии и сканирующая электронная микроскопия (сканирующий электронный микроскоп FEI Inspect S50 + энергодисперсионная приставка EDAX) для определения микроструктуры и химического состава для систем сплавов после пайки; рентгеноструктурный анализ образцов (дифрактометр ДРОН – 6) для выявления стехиометрического состава фаз, образующихся при термической обработке; механические испытания на растяжение (электромеханическая разрывная машина SHIMADZU); фразографическое исследование поверхности изломов (оптический прямой микроскоп Levenhuk DTX 700 LCD + оптический инвертированный микроскоп Olympus + анализатор фрагментов структур твердых тел SIAMS 800).

**Положения, выносимые на защиту (соответствуют пунктам паспорта специальности):**

1. Результаты рентгеноструктурного анализа, сканирующей электронной микроскопии, дифференциально-сканирующей калориметрии паяных образцов Al сплавов с высоким (3% и более) содержанием Mg, доказывающие определяющую роль интерметаллида  $\text{CuZn}_5$  в составе формирующейся эвтектической структуры, для предотвращения охрупчивания зоны спая интерметаллидами  $\text{Me}_x\text{Mg}_y$ .

2. Данные фрактографического анализа, объясняющие характер разрушения паяных соединений АМг6 при испытаниях на срез, протекающего с образованием протяженной трещины и вязко-хрупким разрушением по границе основного материала вдоль паяного шва.
3. Результаты металлографии, свидетельствующие об образовании переходного слоя “плакированный припой” – “основной материал” при использовании композиционных припоев с внедренным флюсом для пайки сплавов с низким (менее 1 %) содержанием Mg, заключающемся в формировании переходной зоны за счет плавления и распространения внедренного флюса.

**Степень достоверности результатов** подтверждается большим статистическим объемом экспериментальных данных, соответствием современным методикам обработки экспериментальных данных, согласованностью представленных результатов с данными других исследователей.

**Личный вклад автора.** Все результаты, составляющие научную новизну настоящей работы, получены автором лично. Во всех работах, выполненных в соавторстве, автор непосредственно участвовал в постановке конкретных задач, проведении измерений и интерпретации экспериментальных данных. ДСК измерения и анализ результатов осуществлялись совместно с Л.В. Камаевой. Механические испытания и фрактографический анализ выполнены совместно с М.Н. Королевым.

**Апробация результатов работы.** Ключевые положения и результаты диссертационной работы обсуждали на 6 международных конференциях и семинарах:

Всероссийская конференция «Кристаллизация 2019: компьютерные модели, эксперимент, технологии», г. Ижевск, (2019 г.); XIII Международная научно-практическая конференция “Пилотируемые полеты в космос”, г. Звездный, (2019 г.); XII Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» по тематике «Современные аспекты в области исследований структурно-фазовых превращений при создании материалов нового поколения», г. Москва, (2020 г.); IX Международная конференция «Кристаллизация 2022: компьютерные модели, эксперимент, технологии», г. Ижевск, (2022 г.); Международная научно-техническая конференция, посвященная 135-летию изобретения Н.Г. Славяновым электродуговой сварки плавящимся электродом, г. Пермь, (2023 г.); XX Международная научно - техническая конференция «Быстрозакаленные материалы и покрытия», г. Москва, (2023 г.); семинар д.т.н. И.Н. Пашкова в Союзе профессиональных паяльщиков, г. Москва, (2023 г.); семинар д.т.н. Е.В. Никитиной в Московском авиационном институте, г. Москва, (2023 г.).

**Публикации.** Основные результаты по теме диссертации изложены в 10 печатных изданиях, из них 1 статья в журнале, рекомендуемом ВАК, 3 статьи, опубликованных в изданиях, индексируемых Scopus и/или Web of Science, 6 в трудах конференций и тезисах докладов.

#### **Структура и объем работы.**

Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, заключения, списка использованных источников и двух приложений. Работа изложена на 142 страницах машинописного текста, содержит 14 таблиц и 59 рисунков. Библиографический список включает 110 наименований.

### **ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи, показаны научная новизна работы и положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** на основе анализа литературных данных показаны основные аспекты применения метода ВТП в современном машиностроении. Произведен обзор использования различных припоев и флюсов для Al сплавов. Проведено сравнение различных марок сплавов Al по паяемости и рассмотрены основы образования и характеристики оксидной пленки. По результатам обзора литературы определены преимущества и недостатки метода ВТП в сравнении с другими металлургическими способами соединения.

**Во второй главе** рассмотрены вопросы подготовки исследуемых образцов сплавов AMg с припоями различной концентрации Zn и легирующих компонент. Дополнительно исследовались образцы сплава алюминия АД1 с нанесенным плакированным припоем Al-Si с внедренным флюсом  $KAlF_4$ . Образцы паяных соединений готовились различными методами ВТП, включая реакционно-флюсовый и реакционно-контактный методы. Выполнена аттестация образцов, описана методика проведения испытаний, приведены характеристики экспериментального оборудования. Матрица объектов исследований для образцов представлена в таблице 1.

Таблица 1 – Матрица объектов исследований

	Система №1	Система №2	Система №3
Основной материал	AMg		АД
Припой	(HTS – 2000) Zn–Cu–Al с высоким (более 3 вес. %) содержанием Mg	Zn–Al для сплавов с высоким (более 3 вес. %) содержанием Mg	Al–Si для пайки модельного Al сплава с низким содержанием Mg
Типы пайки	Контактно-реакционная пайка		Реакционно-флюсовая пайка (с применением $KAlF_4$ )

**В третьей главе** определена матрица эксперимента (табл. 2) при ВТП сплавов марки AMg припоями на основе Zn и выполнено обсуждение результатов проведенных термических испытаний.

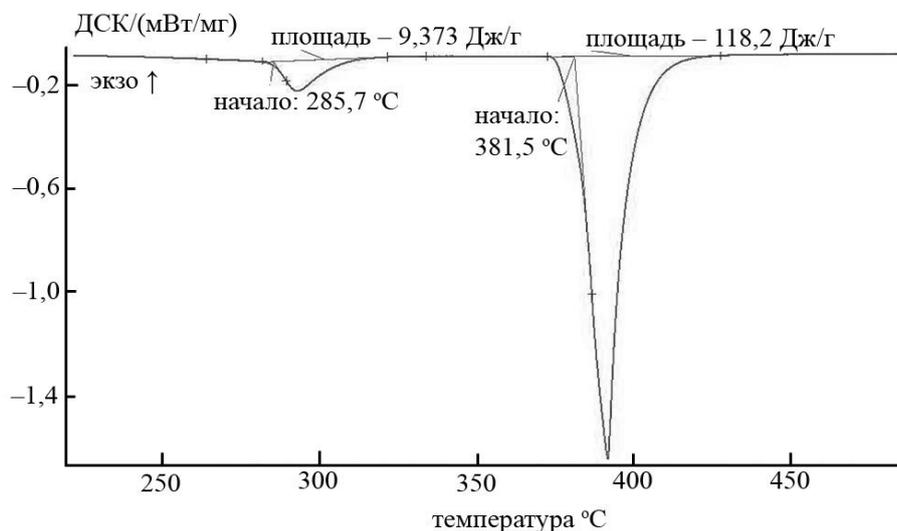
Матрица термических испытаний (табл. 2) включает исследование пластин AMg3 и AMg6 толщиной 2 и 1,5 мм соответственно с использованием припоя Zn–2%Cu–1%Al. Выбранные режимы включали варьирование различных управляющих параметров, испытания проводились в режимах “нагрев – охлаждение”.

Таблица 2 – Матрица термических испытаний с последующим анализом микроструктуры, выполненных для системы AMg3 и AMg6 с припоем Zn–2%Cu–1%Al

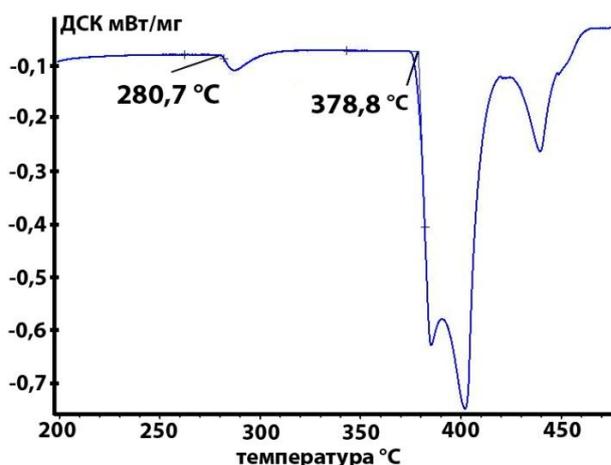
№ исп.	Температура выдержки $T_{взд.}, ^\circ C$	Скорость нагрева $V_{нагр.}, ^\circ C/мин$	Время выдержки $t_{взд.}, мин$	Скорость охлаждения $V_{охл.}, ^\circ C/мин$	Среда	Толщина, мкм
1	400	50	2	50	азот 99,99%	–
2	400	50	2	50	вакуум 0,01 ppm	–
3	400	20	1, 3, 5	30	воздух	400
4	450	20	1, 3, 5	30	воздух	400
5	400	25	1, 2	10	воздух	100

Приведен анализ результатов ДСК (рис. 1), структурно-фазового, электронноскопического анализа и металлографии (рис. 2). Выполнено сопоставление результатов анализа структурно-фазовых характеристик и режимов термических испытаний для выявления механизмов формирования микроструктуры в исследуемых образцах.

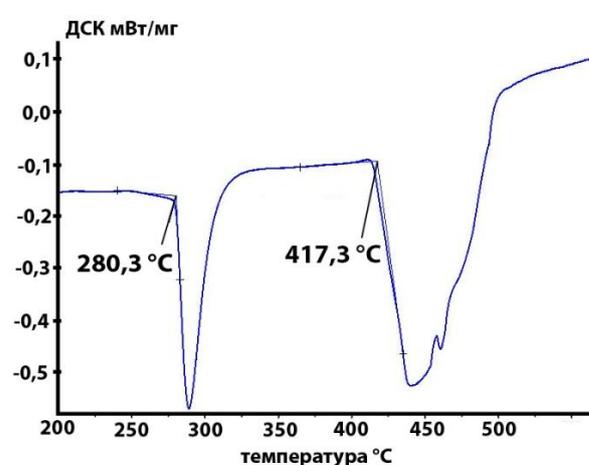
Дифференциальная сканирующая калориметрия припой HTS-2000 показала (рис. 1а), что на кривой нагрева наблюдается два эндотермических эффекта при температурах 285 и 381 °С, которые хорошо согласуются с температурами фазовых равновесий в системе Zn–Al. Первый эффект при температуре ~285 °С соответствует твердофазному превращению  $\alpha\text{-Al}''(\text{Zn}) + \alpha\text{-Zn}''(\text{Al}) \rightarrow \alpha\text{-Al}(\text{Zn})$ , энтальпия этого процесса 9,4 Дж/г. Второй эффект при температуре 381 °С соответствует эвтектическому плавлению  $\text{Al}(\text{Zn}) + \alpha\text{-Zn}(\text{Al}) \rightarrow \text{L}$  ( $\Delta H = 118,2$  Дж/г). Термограммы припоев с другим составом представлены на рисунке 1 (б, в). На термограмме (рис. 1 в) видно, что при повышении концентрации Al в составе припоя резко смещается температура ликвидус и температура начала плавления смещается до 417 °С. При сравнении термограмм припоев HTS – 2000 и Castolin 192 FBK установлено, что температура начала плавления Castolin 192 FBK ниже на 3°С. Медь незначительно, но повышает температуру плавления припоя HTS – 2000.



(а)



(б)



(в)

Рисунок 1 – Диаграммы ДСК при нагреве припоев (а) HTS-2000 Zn–2%Cu–1%Al, (б) Castolin 192 FBK 98%Zn–2%Al, (в) Alcor 22 78%Zn–22%Al

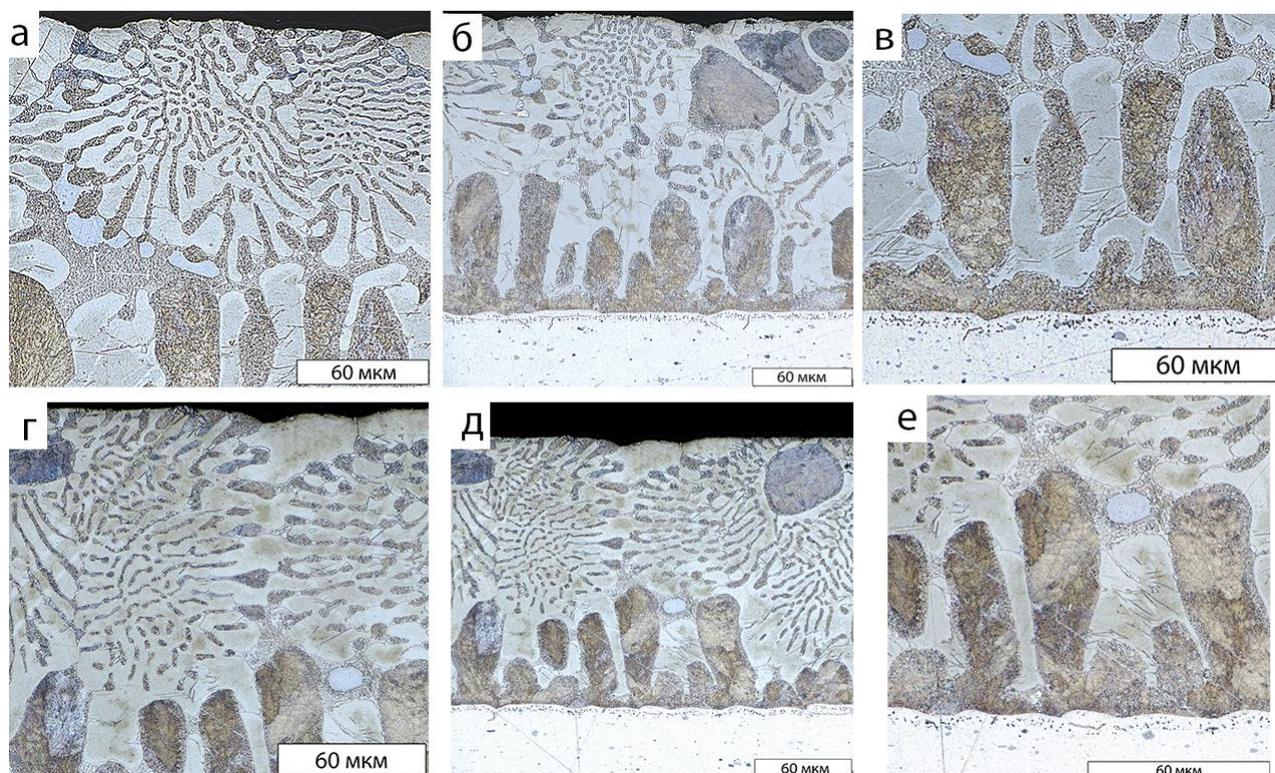


Рисунок 2 – Микроструктура композитов HTS-2000/АМг6 после нагрева со скоростью  $v = 50 \text{ }^\circ\text{C/мин}$  до  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ . Варьировалось время выдержки при пиковой температуре: 1 минута (а, б, в), 2 минуты (г, д, е).

Скорость охлаждения до комнатной температуры  $v$  не превышала  $20 \text{ }^\circ\text{C/мин}$

На рисунке 2 (а, б, в) представлены микроструктуры исследуемых композитов после выдержки при 1 минуте. Из анализа микроструктур видно, что после температурной выдержки слой наплавки припоя по сравнению со слоем после лужения увеличивается почти в три раза. Это обусловлено высокой активностью Zn, который диффундирует в матричный материал и снижает температуру плавления АМг6. При температурной выдержке происходит подплавление матричного материала и тем самым увеличивается зона взаимодействия «припой – подложка», а также содержание Al и Mg в образующемся расплаве. В результате при медленном охлаждении ( $v = 10 \text{ }^\circ\text{C/мин}$ ) на границе с подложкой формируются столбчатые кристаллы твердого раствора  $\alpha$  и крупные эвтектические колонии  $\alpha + \beta$ . Размеры столбчатых кристаллов твердого раствора составляют от 70 до 110 мкм.

На рисунке 2 (г, д, е) представлены микроструктуры наплавки припоя HTS-2000 на подложку после выдержки при 2 минутах. Повышение времени выдержки до 2 минут не приводит к принципиальным изменениям в микроструктуре наплавленного слоя, но наблюдается небольшое увеличение доли эвтектики. На рисунке 3 представлены поперечные шлифы паяных швов до и после применения предложенной в диссертации методики пайки. Распределение компонент по микроструктуре, наблюдаемой на фотографиях композита после термообработки, приведено на рисунке 4. Светлые области содержат Zn и Cu и соответствуют твердому раствору  $\beta$  и фазе  $\text{Zn}_5\text{Cu}$ , а темные области содержат примерно равное количество Al и Zn и соответствуют структуре распада первичных кристаллов  $\alpha$  на  $\alpha_1/\alpha$ .

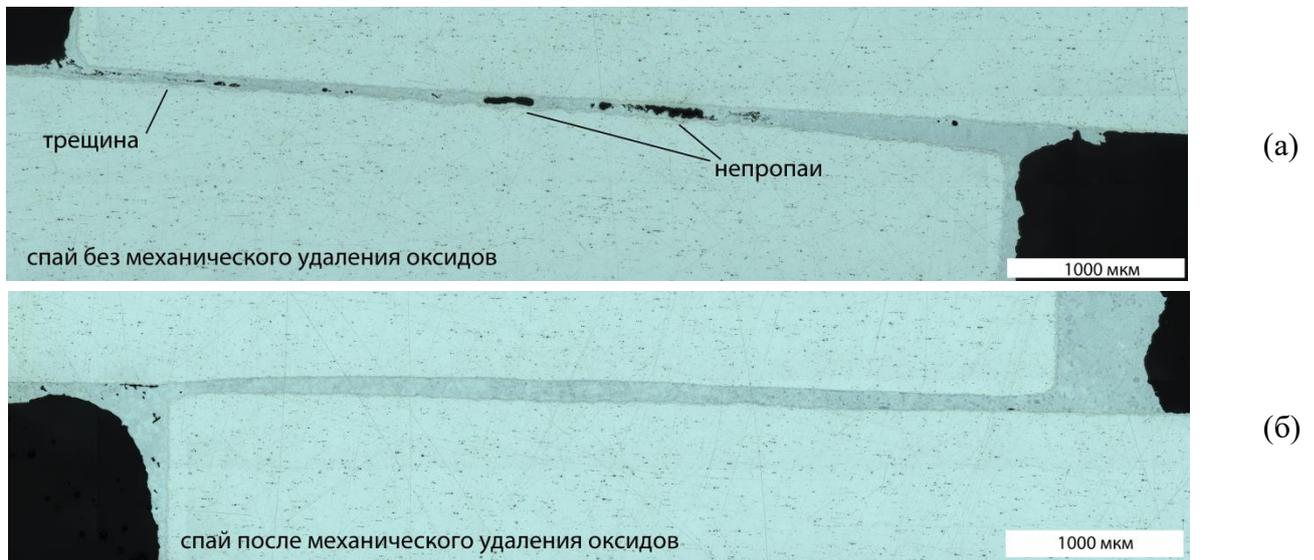


Рисунок 3 – Поперечные шлифы спаев внахлест: (а) без механического удаления оксидов с помощью пластинки поликристаллического корунда, присутствуют протяженные зоны непропаев и трещина в области галтели; (б) с удалением оксидов, количество дефектов минимальное

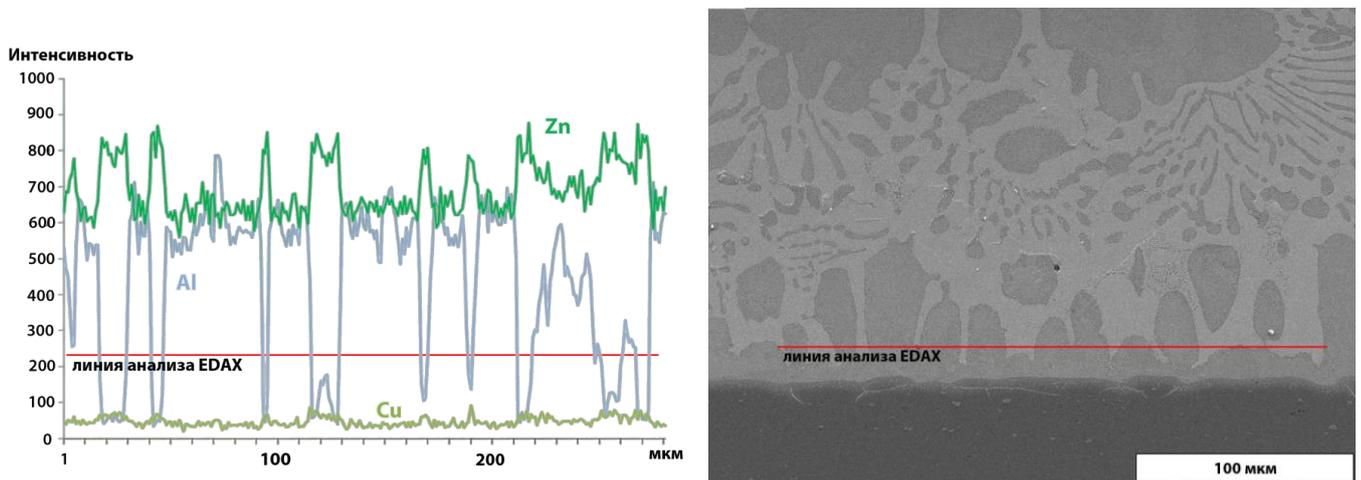


Рисунок 4 – Энергодисперсионный анализ зоны взаимодействия припоя и основного материала АМг6 после температурной выдержки при 400 °С

В четвертой главе рассматривается разрушение соединений АМг, паяных припоями на основе Zn. Для определения прочностных свойств образцы после пайки подвергались испытаниям на растяжение. Методика подготовки спаев основывалась на результатах исследований и выбора режимов, представленных выше. В данном разделе рассматривается методика подготовки образцов под механические испытания, обсуждение результатов нескольких серий механических испытаний и фрактографического анализа изломов после разрушения. Данные результаты использовались для описания механизмов разрушения и влияния режимов пайки на конечные механические свойства паяного соединения. Фактический режим механических испытаний представлял собой испытания на срез. Приложенное к зоне спаивания сдвиговое напряжение рассчитывали, относя приложенную максимальную нагрузку к площади спаивания по формуле:

$$\tau_{срез} = \frac{F_{max}}{a \times b}, \quad (1)$$

где  $\tau_{срез}$  – разрушающее напряжение при срезе,  $F_{max}$  – максимальная приложенная сила перед разрушением,  $a$  и  $b$  – длина и ширина зоны спая. Результаты механических испытаний на срез для 31 образца представлены в таблице 3. Установлено, что температура механических испытаний не оказывает особого влияния на значения  $\tau_{срез}$ . На характер разрушения оказывает влияние температура пайки: при перегреве образцов с 400 до 450 °С разрушение происходит не по паяному шву, а по основному материалу вблизи зоны пайки. Это связано с влиянием активного взаимодействия Zn с основным паяемым материалом, вследствие перегрева происходит разупрочнение АМгб. Из анализа температурных режимов пайки рекомендованным выбран режим с использованием припоя HTS-2000 (Zn–2%Cu–1%Al), предварительно нанесенным лужением на поверхность АМгб реакционно-контактным методом с температурой  $t_{пайки} = 400$  °С, временем пайки не более 2 минут и медленным охлаждением с печью. Подготовка образцов лужением и растиранием прутка припоя на поверхности основного материала не позволяет качественно разрушить и удалить оксидную пленку, поэтому дополнительно на стадии лужения использовалась пластинка поликристаллического корунда.

Таблица 3 – Результаты механических испытаний на срез паяных образцов АМг3 и АМгб

Образец и условия испытаний	Напряжение при срезе $\tau_{срез}$ МПа	Среднее значение $\langle \tau_{срез} \rangle$ МПа
АМг3, при комнатной температуре	16,1; 30,9; 49,7	32,2±16,1
АМгб, при температуре $t = -80$ °С	55,7; 40,4; 37,6; 54,0	46,3±4,2
АМгб, при комнатной температуре	54,7; 49,5; 64,5; 47,8	54,1±5,5
АМгб, пайка при 400 °С, испытания при комнатной температуре	57,8; 64,3; 66,1; 60,9; 61,4; 59,2; 46,2; 67,5	63,1±5,3
АМгб, пайка при 450 °С, испытания при комнатной температуре	69,1; 67,7; 60,9; 70,4; 50,2	67,0±7,1
АМгб с припоем Zn-2%Al при 400 °С	49; 52; 58; 53; 37	49,8±7,5
АМгб с припоем Zn-22%Al при 490 °С	51; 39; 43; 40; 36	41,8±5,5

Разрушение по основному материалу вблизи зоны шва наблюдается на обеих пластинах АМгб (рисунок 5). Можно предположить, что разрушение идет по механизму распространения трещины в середине паяного образца. Зоны галтели имеют прочное сцепление с подложкой АМгб, поэтому вблизи них разрушение идет по основному материалу.

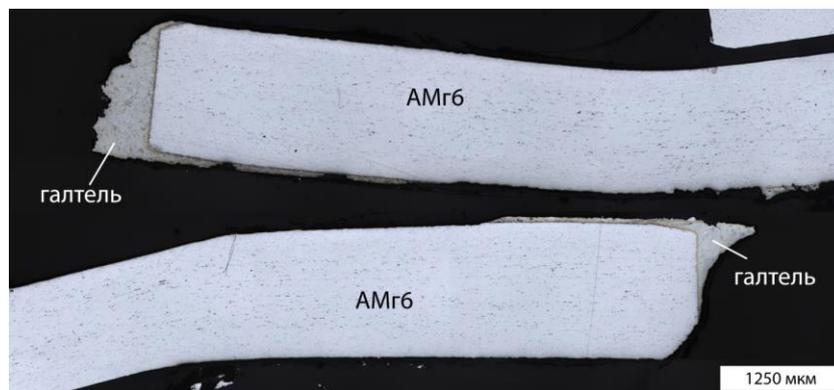
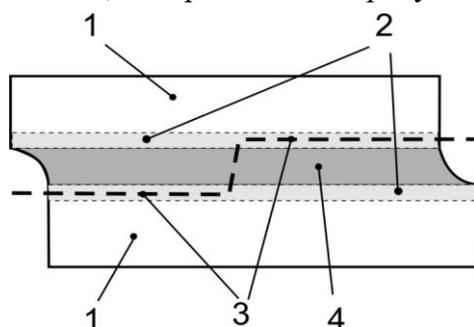


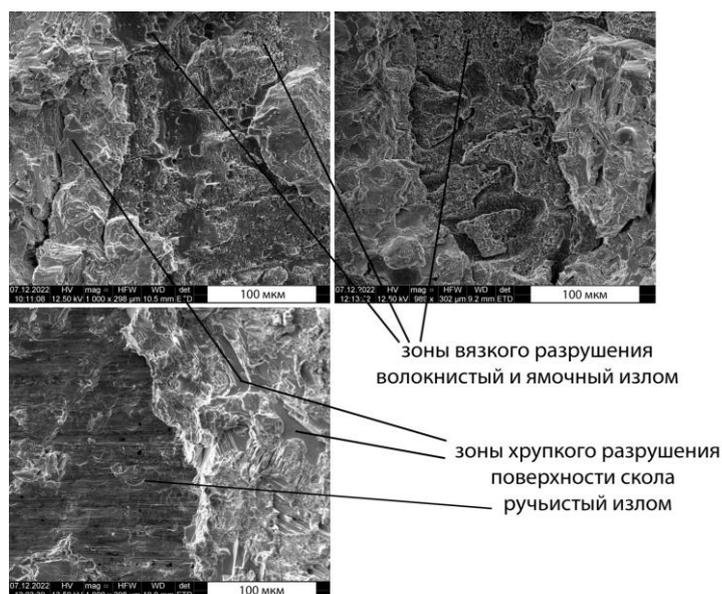
Рисунок 5 – Разрушенный паяный образец после испытания на срез

Зарождение трещины может происходить по включениям интерметаллидов в середине зоны шва. Модули упругости для алюминия и для цинка не сильно отличаются, поэтому можно сказать, что деформация протекает практически одинаково как для спая, так и для основного материала. По достижении предела текучести алюминия нагрузка на спай намного возрастает, и возникают сильные напряжения в области спая. Это приводит к распространению трещины по самым сильнонапряженным элементам микроструктуры, к ним относятся интерметаллидные фазы, оксиды и дефекты. Механизм разрушения паяных соединений АМг6 припоем НТС-2000 можно представить в виде схемы, изображенной на рисунке 6.



- 1 – основной материал АМг
- 2 – обедненная зона АМг
- 3 – трещина вдоль зоны спая
- 4 – зона спая

(а)

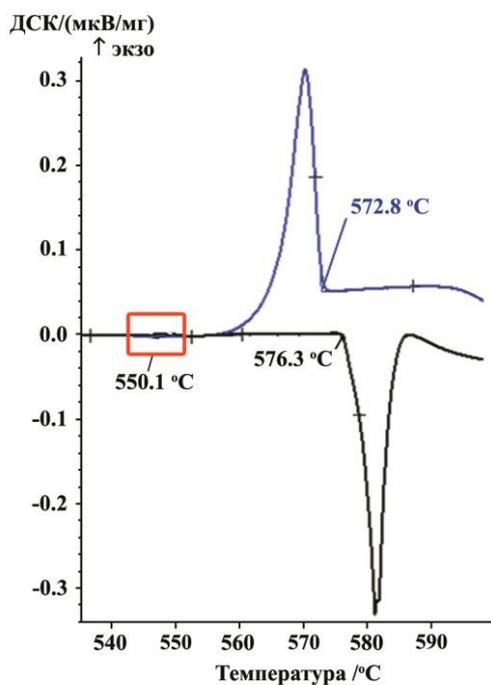


(б)

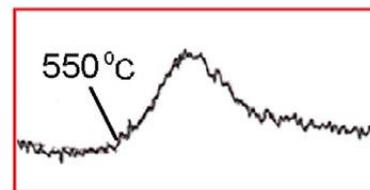
Рисунок 6 – Схема механизма разрушения образцов АМг6 паяных внахлест припоем НТС-2000 (а), СЭМ изображение изломов, где представлены зоны с различным типом разрушения (б)

**В пятой главе** для сравнения реакционно-контактного и реакционно-флюсового методов пайки дополнительно изучалась система, включающая Al сплав АД1 с низким содержанием Mg с плакированным припоем Al-Si с внедренным флюсом  $KAlF_4$ . Данная система являлась модельной для реализации метода реакционно-флюсовой пайки, чтобы описать механизмы взаимодействия припоя и подложки и изучить влияние режимов пайки на рост микроструктуры при кристаллизации. В главе рассматривается определение матрицы эксперимента при температурных испытаниях

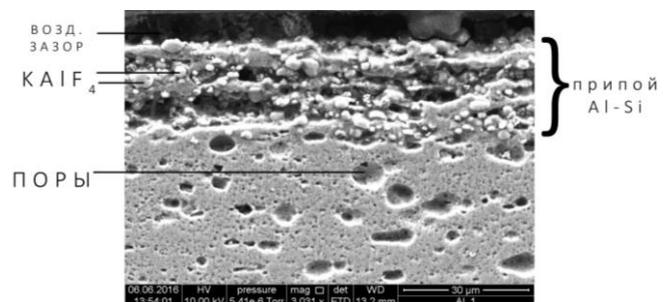
модельного Al сплава АД1 с припоем Al-Si и внедренным флюсом, обсуждаются результаты проведенных экспериментальных исследований. Далее приведено обсуждение результатов ДСК и структурно-фазового анализа (рис. 6 а). Выполнено сопоставление результатов анализа и регистрируемых данных эксперимента для выявления механизмов формирования микроструктуры в исследуемых образцах. На кривой нагрева наблюдаются два эндотермических пика, небольшой эффект при 550 °С (рис. 6 б) с  $\Delta H=3,796$  мДж и явно выраженный пик, имеющий сложную форму при 576 °С с  $\Delta H=738,1$  мДж. Кривая охлаждения имеет один экзотермический эффект при 573 °С. Определенная нами температура плавления сплава  $Al_{90}Si_{10}$ , которая составляет 577 °С, хорошо согласуется с температурой плавления эвтектики  $\alpha-Al+Si$  на равновесной фазовой диаграмме. Обнаруженный эндотермический эффект при 550 °С соответствует температуре плавления флюса, которая согласно литературным данным в зависимости от его точной стехиометрии изменяется в пределах от 550 до 580 °С. Увеличенный фрагмент ДСК кривой приведен на рисунке 7 (б), структура исходно композиционного материала представлена на рисунке 7 (в).



(а)



(б)



(в)

Рисунок 7 – Термограмма ДСК сигнала от температуры для образца Al-Si + флюс  $KAlF_4$  (а), фрагмент начала плавления флюса на ДСК кривой (б), структура исходно композиционного припоя АД1 +  $Al_{90}Si_{10}$  с внедренным  $KAlF_4$  (в)

Показано, что все параметры процесса оказывают значимое влияние на процесс пайки. Экспериментально установлено, что наибольшее влияние оказывают температура  $T_{выдер.}$  выдержки и скорость охлаждения  $V_{охл.}$  Температура  $T_{выдер.}$  фактически определяет время нахождения припоя в жидком состоянии, когда реализуется течение припоя и формирование мениска в местах соединения. С технологической точки зрения повышение  $T_{выдер.}$  выше температуры плавления припоя на 10-20 градусов снижает вязкость и повышает жидкотекучесть в тонком (толщиной менее 40 мкм) слое жидкого припоя. С повышением температуры отжига наблюдается характерное изменение микроструктуры образцов. При 580 °С регистрируется исчезновение границы раздела припой-подложка и образование переходной области. При 600 °С наблюдается рост первичных кристаллов

$\alpha$ -Al и образование эвтектики  $\alpha$ -Al+Si. При 620 °C происходит образование крупных кристаллов  $\alpha$ -Al, выделение первичных кристаллов кремния и образование более грубой игольчатой эвтектики, что свидетельствует о двухстадийном механизме кристаллизации кремния при наибольшей температуре выдержки. Таким образом большой перегрев выше температуры плавления припоя потенциально ухудшает механические свойства соединения и охрупчивает его за счет роста крупных кристаллов  $\alpha$ -алюминия. Параметр скорости охлаждения  $V_{\text{охл}}$  влияет на характеристики отбираемой при кристаллизации микроструктуры. При увеличении  $V_{\text{охл}}$  эвтектическая фаза, регистрируемая между зернами  $\alpha$ -Al, имеет меньшее межпластинчатое расстояние, а также изменяется морфология самих зерен  $\alpha$ -Al. Для достижения микроструктуры с хорошими механическими свойствами скорость охлаждения должна быть не менее 20 °C/минуту. Влияние времени выдержки сходно с влиянием температуры выдержки: с повышением времени выдержки успевают завершиться процессы смачивания и капиллярного течения. В литературе рекомендуется время выдержки порядка 2 минут, поскольку при 5 минутах и более начинается паразитная диффузия кремния в подложку. Экспериментально в диссертационной работе показано, что паразитная диффузия при выдержке 5 минут и температуре 620 °C приводит к вырождению эвтектической структуры, когда протекает раздельная кристаллизация твердого раствора  $\alpha$ -Al и кремния, что негативно влияет на прочностные свойства паяных соединений. Влияние скорости нагрева на окончательную микроструктуру установлено как незначительное. При режиме пайки с температурой выдержки 600 °C и наибольшей скорости охлаждения 100 °C в минуту образуется оптимальная микроструктура без выраженных кристаллов  $\alpha$ -Al и с высокодисперсной эвтектической структурой.

**В заключении** сформулированы основные выводы по работе.

### **Основные результаты и выводы**

1. Экспериментально показано, что для сплавов марки АМг скорость нагрева в пределах от 20 до 50 град./мин в процессе пайки несущественно влияет на структурные и механические свойства соединения. Паяные соединения, полученные при температуре 400 °C, времени выдержки 1 минута и скорости охлаждения 50 °C/мин; без механического удаления оксидов и предварительного лужения имеют разрушающее напряжение на срез не более 50 МПа. При повышении температуры пайки до 450 °C и дополнительном удалении оксидной пленки на стадии лужения значения на срез увеличиваются до 70 МПа. Таким образом, дополнительное механическое удаление оксидов на стадии лужения приводит к тому, что значения на срез повышаются на 30% при сохранении режимов пайки и величины нахлеста. Увеличение времени выдержки при максимальной температуре пайки до 3 и более минут приводит к вырождению микроструктуры и образованию глубокой эрозии в основном материале.
2. Проведено сравнение механизмов растекания припоя и структурообразования при различных методах пайки и определены ключевые режимы пайки и составы присадочных материалов для Al сплавов с содержанием Mg до 6%, включающие диапазон температуры пайки от 400 до 450 °C, с предварительным лужением и механическим удалением оксидов под слоем расплава припоя, временем пайки не более 1 минуты и скоростью охлаждения не более 20 °C/мин.
3. Показано, что результирующая микроструктура соединения состоит из смеси четырех фаз: двух твердых растворов  $\alpha$  и  $\alpha_1$  на основе Al, твердого раствора  $\beta$  на основе Zn и интерметаллида  $\text{CuZn}_5$ .

Совместная эвтектика сформирована растворами  $\alpha$  и  $\beta$ , при этом твердый раствор на основе  $\alpha$  распадается на  $\alpha$  и  $\alpha_1$  на стадии охлаждения.

4. Установлена взаимосвязь со структурно-фазовыми характеристиками и механическими свойствами паяных соединений. Показано, что медь в составе Zn припоя положительно влияет на процессы его растекания. Для сохранения достаточной пластичности паяного соединения требуется обеспечить рост фазы  $\text{CuZn}_5$  в составе эвтектики путем подбора режимов пайки, что препятствует образованию хрупких интерметаллидов  $\text{Me}_x\text{Mg}_y$ .
5. Фрактографический анализ показал, что механизм разрушения протекает по смешанному вязко-хрупкому механизму. На первом этапе разрушения происходит зарождение трещины в центральной части паяного шва, которое перетекает в механизм квазихрупкого разрушения. Трещина зарождается в области границы с различным типом микроструктур по сильнонапряженным элементам. На втором этапе протекает вязкое разрушение основного материала АМг6 по границе вдоль паяного шва. Соотношение площадей хрупкого и вязкого разрушения на изломах при выбранных режимах пайки близко к 50% : 50%.
6. Показано, что понижение температуры механических испытаний до  $-80$  °С не оказывает заметного влияния на значения разрушающего напряжения при срезе. Использование различных припоев показало, что соединение, полученное с помощью припоя Zn-2%Cu-1%Al, менее подвержено трещинообразованию на участке пластической деформации, чем припой состава Zn-Al без легирования медью.
7. Испытания нового композиционного материала для реакционно-флюсовой пайки Al-Si + внедренный флюс  $\text{KAlF}_4$  позволили установить температуры  $T$  и энтальпии  $\Delta H$  плавления флюса:  $T_{\text{пл.}} = 550$  °С,  $\Delta H_{\text{пл.}} = 3,796$  мДж и системы  $\text{Al}_{90}\text{Si}_{10}$   $T_{\text{пл.}} = 576$  °С,  $\Delta H_{\text{пл.}} = 738,1$  мДж. Определена оптимальная микроструктура без выраженных кристаллов  $\alpha$ -Al и с высокодисперсной эвтектической структурой при режиме пайки с температурой выдержки 600 °С и наибольшей скорости охлаждения 100 °С в минуту.

#### **Список работ, опубликованных автором по теме диссертации:**

*Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, в том числе, входящие в МБЦ:*

1. **Shutov I.V.** Effect of processing parameters on microstructure in brazing of Al-Si alloys / I.V. Shutov, L.V. Kamaeva, M.D. Krivilyov, C.-N. Yu, S.M. Mesarovic, D.P. Sekulic // Journal of Crystal Growth. – 2020. – V. 530. – P. 125287. URL: <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2019.125287> (**Scopus**)
2. **Шутов И.В.** Фазовые превращения при термической обработке композитного припоя Al-Si + флюс / И.В. Шутов, Л.В. Камаева, А.Р. Хамидуллина, М.Д. Кривилев, Д.П. Секулич // *Металловедение и термическая обработка металлов.* – 2021. – Т. 782. – № 8. – С. 10-14. (**Scopus, Web of Science, Chemical Abstracts, ВАК**)
3. **Шутов И.В.** Анализ смачивания и диффузионных процессов при контактном сплавлении припоев Zn-Cu-Al и Mg-Al со сплавом АМг3 / И.В. Шутов, Л.В. Камаева, Е.А. Баталова, М.Н. Королев, М.Д. Кривилев // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования.* – 2022. – № 8. – С. 80-86. (**Scopus, Web of Science, Chemical Abstracts, ВАК**)
4. **Шутов И.В.** Изучение разрушения паяных соединений АМг6 / И.В. Шутов, М.Н. Королев, М.Д. Кривилев // *Вестник ПНИПУ. Машиностроение, материаловедение.* – 2024. – №1. – С. 42-49. (**ВАК К2**)

*В других изданиях:*

5. **Шутов И.В.** Фазовые превращения и химические реакции при термообработке композитного припоя Al-Si + флюс / И.В. Шутов, Л.В. Камаева, М.Д. Кривилев, Д.П. Секулич, С.Д. Месарович // Кристаллизация: Компьютерные модели, эксперимент, технологии. Тезисы VIII Международной конференции, Ижевск, – 2019. – С. 37-38.
6. **Шутов И.В.** Исследование фазовых превращений при термообработке композитного припоя Al-Si + флюс / И.В. Шутов, Л.В. Камаева, М.Д. Кривилев // Пилотируемые полеты в космос. Материалы XIII Международной научно-практической конференции, Звездный, 2019. – С. 133-134.
7. Груздь С.А. Космический эксперимент Реал: исследование эффекта смачивания алюминиевым сплавом поверхностей различных форм / С.А. Груздь, **И.В. Шутов**, М.Д. Кривилев, Л.В. Камаева // Пилотируемые полеты в космос. Материалы XIV Международной научно-практической конференции, Звездный, 2021. – С. 125-127.
8. **Шутов И.В.** Исследование особенностей структурообразования при смачивании поверхности АМг3 расплавом припоя Zn-Al-Cu при высокотемпературной пайке / И.В. Шутов, М.Н. Королев, М.Д. Кривилев // Кристаллизация: Компьютерные модели, эксперимент, технологии. Тезисы VIII Международной конференции, Ижевск, – 2022. – С. 138-140.
9. **Шутов И.В.** Изучение разрушения паяных соединений сплава АМг6 / И.В. Шутов, М.Н. Королев, М.Д. Кривилев // Уральский форум сварки и контроля. Материалы международной научно-технической конференции, посвященной 135-летию изобретения Н.Г. Славяновым электродуговой сварки плавящимся электродом, Пермь, 2023. – С. 164-170.
10. **Шутов И.В.** Изучение разрушения паяных соединений сплава АМг6 / И.В. Шутов, М.Н. Королев, М.Д. Кривилев // Быстрозакаленные материалы и покрытия. Материалы XX Международной научно-технической конференции, Москва, 2023. – С. 210-217.