

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **039054**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2021.11.26

(51) Int. Cl. **B21B 1/28 (2006.01)**

(21) Номер заявки
201900582

(22) Дата подачи заявки
2019.12.27

(54) СПОСОБ АСИММЕТРИЧНОЙ КРИОГЕННОЙ ПРОКАТКИ

(31) 2019100866

**ИМ. Г.И. НОСОВА" (ФГБОУ ВО
"МГТУ ИМ. Г.И. НОСОВА") (RU)**

(32) 2019.01.15

(33) RU

(72) Изобретатель:

(43) 2020.07.31

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:

**Песин Александр Моисеевич,
Пустовойтов Денис Олегович,
Бирюкова Олеся Дмитриевна,
Кожемякина Анна Евгеньевна (RU)**

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ
"МАГНИТОГОРСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ**

(74) Представитель:

Сагитов В.Р. (RU)

(56) RU-C1-2615958

RU-C1-2463116

SU-A1-1548259

JP-A-2000054093

(57) Изобретение относится к обработке металлов давлением и может быть использовано для изготовления тонких полос из алюминиево-магниевых сплавов, обладающих одновременно высокой прочностью и пластичностью. Перед деформационным проходом осуществляют охлаждение тонкой полосы из алюминиево-магниевого сплава до криогенной температуры (-153)-(-196)°С, а прокатку в каждом проходе выполняют в двух валках с рассогласованием их окружных скоростей по меньшей мере в два раза и с единичной степенью деформации не менее 50% до суммарной степени деформации 75-95%, причем после последнего прохода прокатки осуществляют нагрев полосы со скоростью 100-400°С/с. Повышение пластических свойств при сохранении высоких прочностных свойств за счет формирования частично рекристаллизованной структуры, состоящей из зерен субмикронного диапазона со средним размером 0,5-1,0 мкм с объемной долей 75-80% и зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм с объемной долей 20-25%, обеспечивается за счет того, что осуществляют нагрев до температуры на 20-100°С выше температуры начала рекристаллизации с выдержкой в течение регламентированного времени, после завершения которой осуществляют охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью 100-400°С/с.

039054 B1

039054 B1

Изобретение относится к обработке металлов давлением и может быть использовано для изготовления тонких полос из алюминиево-магниевого сплава, обладающих одновременно высокой прочностью и пластичностью.

Известен способ формирования высокопрочной структуры алюминиево-магниевого сплава, согласно которому термомеханическую обработку проводят путем прокатки со скоростью 0,4 мм/с при комнатной температуре до достижения в полученных заготовках общей истинной степени деформации $\epsilon=1,3$, а затем путем отжига при температуре 300-325°C в течение 30 мин обеспечивают формирование однородной структуры заготовок со средним размером зерна 0,4-0,5 мкм (см. патент РФ № 2641211, С22F 1/047, В21J 5/00).

Недостатком известного способа является низкая пластичность алюминиево-магниевого сплава, имеющих однородную субмикроструктуру.

Известен также способ производства листов из алюминиевых сплавов, включающий продольную холодную прокатку листов в температурном интервале от (-80) до (-196)°C с суммарным относительным обжатием 35-99% (см. патент РФ № 2463116, В21В 3/00).

Недостатком известного способа заключается в том, что изготавливаемые листы из алюминиевого сплава, имея достаточно высокие прочностные характеристики, обладают при этом низкими пластическими свойствами из-за чрезмерно высокой плотности дислокаций, что приводит к образованию трещин и разрушению металла при его дальнейшей пластической обработке.

Наиболее близким аналогом к заявляемому объекту является способ тонколистовой прокатки алюминиевых сплавов, включающий прокатку тонкой полосы в двух валках с рассогласованием их окружных скоростей по меньшей мере в два раза и с единичной степенью деформации не менее 50% до суммарной степени деформации 75-95%, причем перед прокаткой тонкую полосу охлаждают до температуры (-153)-(-196)°C, а после прокатки ее нагревают до температуры 20-25°C со скоростью 100-400°C/с (см. патент РФ № 2615958, В21В 1/28).

Недостатком известного способа являются низкие пластические свойства получаемых алюминиево-магниевого сплава, что ограничивает возможности их использования в ответственных инженерных конструкциях. Это связано с тем, что при криогенной прокатке полосы с вышеуказанными режимами активизация процесса механического двойникования, повышение плотности дислокаций по границам и в объеме зерен, а также подавление процессов динамического возврата и рекристаллизации приводят к однородному фрагментированию структуры металла со средним размером зерна менее 1 мкм во всем объеме обрабатываемой полосы. В результате, в соответствии с эффектом Холла-Петча предел текучести возрастает, однако, при этом происходит снижение коэффициента деформационного упрочнения из-за отсутствия возможности дополнительной генерации дислокаций по границам и в объеме зерен, в результате чего пластичность металла снижается (см. Малыгин Г.А. Прочность и пластичность нанометаллов с бимодальной зеренной структурой // Физика твердого тела. 2008. Т. 50. Вып.6. С. 990).

Задача, решаемая изобретением, заключается в повышении пластических свойств изготавливаемых тонких полос из алюминиево-магниевого сплава при сохранении их высоких прочностных свойств.

Технический результат, обеспечиваемый решением поставленной задачи, заключается в создании бимодальной (частично рекристаллизованной) структуры, состоящей из зерен субмикронного диапазона со средним размером 0,5-1,0 мкм с объемной долей 75-80% и зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм с объемной долей 20-25%. Матрица, состоящая из зерен субмикронного диапазона с высокой плотностью дислокаций по границам и в объеме зерен, обеспечивает высокие прочностные свойства, а рекристаллизованные зерна микронного диапазона обеспечивают повышение пластичности металла за счет возможности дополнительной генерации дислокаций внутри этих зерен и, соответственно, увеличения коэффициента деформационного упрочнения.

Поставленная задача решается тем, что в известном способе прокатки перед каждым деформационным проходом осуществляют охлаждение тонкой полосы из алюминиево-магниевого сплава до криогенной температуры (-153)-(-196)°C, а прокатку в каждом проходе выполняют в двух валках с рассогласованием их окружных скоростей по меньшей мере в два раза и с единичной степенью деформации не менее 50% до суммарной степени деформации 75-95%, причем после последнего прохода прокатки осуществляют нагрев полосы со скоростью 100-400°C/с, при этом согласно изобретению нагрев осуществляют до температуры на 20-100°C выше температуры начала рекристаллизации алюминиево-магниевого сплава, а время выдержки при этой температуре определяют из условия:

$$t=4\ln(h)+20\ln(95/\epsilon)+10Mg^2/(Mg^2+h),$$

где t - время выдержки, мин;

h - конечная толщина полосы, мм;

ϵ - суммарная степень деформации полосы, %;

Mg - содержание магния в сплаве, мас.%,

причем сразу после завершения выдержки осуществляют охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью 100-400°C/с.

Известно, что наноструктурные металлы со смешанной (бимодальной) нано- и микроструктурой

ской зеренной структурой обладают более высокой пластичностью в сравнении с наноструктурными металлами с однородной зеренной структурой [Поздняков В.А. Пластичность нанокристаллических материалов с бимодальной зеренной структурой // Письма в журнал технической физики. 2007. Т. 33. Вып.23. С. 36-42].

В заявляемом способе формирование смешанной (бимодальной) зеренной структуры в алюминиево-магниевых сплавах, также как и в известном способе, предназначено для повышения пластичности обрабатываемого металла.

Известно, что в нанометаллах с бимодальной зеренной структурой при объемной доле зерен микронного размера до 20-25% рост их пластичности не сопровождается снижением их прочности [Малыгин Г.А. Прочность и пластичность нанометаллов с бимодальной зеренной структурой // Физика твердого тела. 2008. Т. 50. Вып.6. С. 990-996].

В заявляемом способе формирование бимодальной зеренной структуры с объемной долей 20-25% зерен микронного размера, также как и в известном способе, предназначено для повышения пластичности обрабатываемого металла без снижения его прочности.

Известно также, что бимодальная зеренная структура может быть синтезирована методом криопробитки с последующим нагревом [Wang Y., Chen M., Zhou F., Ma E. High tensile ductility in a nanostructured metal // Nature. 2002. Vol. 419. P. 912-915] или может быть получена компактированием нанопорошков, полученных криоизмельчением, с последующим отжигом [Zhou F., Lee Z., Lavernia E.J., Nutt S.R. Bimodal microstructures in nanocrystalline Al and Al-Mg alloy powders prepared by cryogenic ball milling // Mat. Res. Soc. Symp. Proc. 2004. Vol. 821. P5.10. doi:10.1557/PROC-821-P5.10].

В заявляемом способе использование криопробитки с последующим нагревом полосы, также как и в известном способе, предназначено для формирования бимодальной зеренной структуры в обрабатываемом металле.

Однако наравне с вышеуказанными известными техническими свойствами, в заявляемом способе асимметричной криогенной пробитки совокупность отличительных признаков проявляет новый технический результат, заключающийся в формировании в тонких листах из алюминиево-магниевых сплавов бимодальной (частично рекристаллизованной) структуры, состоящей из зерен субмикронного диапазона со средним размером 0,5-1,0 мкм с объемной долей 75-80% и зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм с объемной долей 20-25% благодаря предложенной совокупности технологических операций:

предварительное, т.е. осуществляемое перед каждым проходом пробитки, охлаждение тонкой полосы из алюминиево-магниевого сплава до криогенной температуры (-153)-(-196)°С, и пробитка этой полосы в двух валках с рассогласованием их окружных скоростей по меньшей мере в два раза и с единичной степенью деформации не менее 50% до суммарной степени деформации 75-95%, что обеспечивает формирование однородной субмикрорекристаллической матрицы со средним размером зерна в диапазоне 0,5-1,0 мкм, за счет активизации процесса механического двойникования и повышения плотности дислокаций по границам и в объеме зерен под действием больших сдвиговых деформаций, а также за счет подавления процессов динамического возврата и рекристаллизации в условиях криогенных температур;

последедеформационный, т.е. осуществляемый после последнего прохода пробитки, нагрев полосы со скоростью 100-400°С/с до температуры на 20-100°С выше температуры начала рекристаллизации алюминиево-магниевого сплава, и выдержка при этой температуре в течение времени:

$$t=4\ln(h)+20\ln(95/\varepsilon)+10Mg^2/(Mg^2+h),$$

где t - время выдержки, мин;

h - конечная толщина полосы, мм;

ε - суммарная степень деформации полосы, %;

Mg - содержание магния в сплаве, мас.%,

что обеспечивает за счет частичной рекристаллизации субмикрорекристаллической матрицы формирование в ней зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм с объемной долей 20-25%;

окончательное охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью 100-400°С/с, что обеспечивает стабилизацию (фиксацию) бимодальной структуры и механических свойств алюминиево-магниевых сплавов.

Описанные структурные изменения, вызванные совокупностью технологических операций, согласно изобретению, обеспечивают повышение пластических свойств изготавливаемых тонких полос из алюминиево-магниевых сплавов при сохранении их высоких прочностных свойств.

На основании вышеизложенного можно сделать вывод, что заявляемый способ асимметричной криогенной пробитки не следует явным образом из известного уровня техники и, следовательно, соответствует условию патентоспособности "изобретательский уровень".

Способ асимметричной криогенной пробитки осуществляют следующим образом.

Перед первым и каждым последующем проходом пробитки осуществляют охлаждение тонкой полосы из алюминиево-магниевого сплава, например, в жидком азоте до температуры (-153)-(-196)°С. Сразу после охлаждения полосы до криогенной температуры проводят ее пробитку в двух приводных валках

с рассогласованием их окружных скоростей по меньшей мере в два раза. При этом прокатку осуществляют с единичной степенью деформации не менее 50% до суммарной степени деформации 75-95%. Это обеспечивает формирование однородной субмикроструктурной матрицы, состоящей из зерен со средним размером в диапазоне 0,5-1,0 мкм, за счет активизации процесса механического двойникования и повышения плотности дислокаций по границам и в объеме зерен под действием больших сдвиговых деформаций, а также за счет подавления процессов динамического возврата и рекристаллизации в условиях криогенных температур.

После последнего прохода прокатки осуществляют нагрев полосы со скоростью 100-400°С/с до температуры на 20-100°С выше температуры начала рекристаллизации алюминиево-магниевого сплава с выдержкой при этой температуре в течение времени, определяемого из условия:

$$t=4\ln(h)+20\ln(95/\varepsilon)+10Mg^2/(Mg^2+h),$$

где t - время выдержки, мин;

h - конечная толщина полосы, мм;

ε - суммарная степень деформации полосы, %;

Mg - содержание магния в сплаве, мас. %.

Нагрев и выдержка обеспечивают прохождение в алюминиево-магневом сплаве частичной рекристаллизации субмикроструктурной матрицы и формирование в ней зерен микронного диапазона. В результате формируется бимодальная зеренная структура, состоящая из зерен субмикронного диапазона со средним размером 0,5-1,0 мкм с объемной долей 75-80% и зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм с объемной долей 20-25%. По завершению выдержки для стабилизации (фиксации) бимодальной структуры алюминиево-магневых сплавов выполняют охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью 100-400°С/с.

В совокупности это приводит к повышению пластических свойств тонких полос из алюминиево-магневых сплавов при сохранении их высоких прочностных характеристик.

Осуществлять тонколистовую прокатку в приводных валках с рассогласованием их окружных скоростей менее чем в два раза, и с единичной степенью деформации менее 50% нецелесообразно, так как при этом интенсивность сдвиговой деформации будет снижаться ниже уровня, необходимого для формирования однородной субмикроструктурной матрицы, а средний размер зерен при этом будет превышать требуемый диапазон 0,5-1,0 мкм. В результате прочностные свойства металла будут низкими.

Осуществлять прокатку алюминиево-магневых сплавов при температуре выше (-153)°С и с суммарной степенью деформации меньше чем 75%, нецелесообразно, так как плотность дислокаций по границам и в объеме зерен будет недостаточной для получения высоких прочностных свойств металла.

Если температура прокатки алюминиево-магниевого сплава будет ниже чем (-196)°С, а суммарная степень деформации больше 95%, то вследствие снижения ресурса технологической пластичности металла произойдет охрупчивание и разрушение прокатываемого изделия.

Осуществлять нагрев полосы после прокатки со скоростью менее 100°С/с и до температуры менее чем на 20°С ниже температуры начала рекристаллизации алюминиево-магниевого сплава нецелесообразно, так как объемная доля частично рекристаллизованных зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм будет составлять меньше 20%, что не обеспечит необходимого повышения пластичности металла.

Осуществлять нагрев полосы после прокатки со скоростью более 400°С/с и до температуры более чем на 100°С выше температуры начала рекристаллизации алюминиево-магниевого сплава также нецелесообразно, так как объемная доля частично рекристаллизованных зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм будет составлять больше 25%, что приведет к значительному снижению прочности металла.

Если время выдержки будет меньше, чем определяемое из условия: $t=4\ln(h)+20\ln(95/\varepsilon)+10Mg^2/(Mg^2+h)$, то объемная доля частично рекристаллизованных зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм будет составлять меньше 20%, а плотность дислокаций по границам и в объеме этих зерен будет слишком высокой, что не обеспечит необходимого повышения пластичности металла.

Если время выдержки будет больше, чем определяемое из условия: $t=4\ln(h)+20\ln(95/\varepsilon)+10Mg^2/(Mg^2+h)$, то объемная доля частично рекристаллизованных зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм будет составлять больше 25%, а плотность дислокаций по границам и в объеме зерен субмикроструктурной матрицы будет слишком низкой. Это приведет к значительному снижению прочности металла.

Если после завершения выдержки осуществлять охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью менее 100°С/с, то не будет обеспечена стабилизация (фиксация) бимодальной структуры и механических свойств алюминиево-магневых сплавов при комнатной температуре.

Если после завершения выдержки осуществлять охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью более 400°С/с, то это приведет к значительному повышению термических напряжений в металле, и соответственно, к появлению в нем трещин и разрывов.

Таким образом, новая последовательность и режимы выполнения операций заявляемого способа позволяют получить бимодальную (частично рекристаллизованную) структуру, состоящую из зерен субмикронного диапазона со средним размером 0,5-1,0 мкм с объемной долей 75-80% и зерен микронного диапазона со средним размером 2-4 мкм с объемной долей 20-25%. Матрица, состоящая из зерен субмикронного диапазона с высокой плотностью дислокаций по границам и в объеме зерен, обеспечивает высокие прочностные свойства, а рекристаллизованные зерна микронного диапазона обеспечивают повышение пластичности металла за счет возможности дополнительной генерации дислокаций внутри этих зерен.

Для обоснования преимуществ заявляемого способа асимметричной криогенной прокатки были проведены 18 экспериментов.

Исходную заготовку в виде полосы толщиной 4,0 мм из алюминий-магниевого сплава марки АМг6 (92,67Al-0,2Si-0,3Fe-0,02Cu-0,6Mn-6,1Mg-0,07Zn-0,04Ti-0,0011Be, мас.%) погружали в жидкий азот и охлаждали до температуры (-196)°С, а затем прокатывали за три прохода с единичными обжатиями по 50% в каждом проходе до достижения суммарной степени деформации 87,5%. Охлаждение заготовки в жидком азоте осуществляли перед каждым проходом. Прокатку проводили в двух приводных валках диаметром 360 мм, окружные скорости которых в каждом проходе отличались в два раза. Прокатку проводили на сухих валках без использования технологической смазки. Сразу после последнего прохода осуществляли нагрев полосы до заданной температуры, выдержку при этой температуре и последующее охлаждение полосы до комнатной температуры.

Эксперименты № 1-9 проводили в соответствии с заявляемыми режимами, указанными в формуле изобретения. Нагрев полосы осуществляли до температур на 20-100°С выше температуры начала рекристаллизации $T_{н.р.}=240^{\circ}\text{C}$, т.е. до 260, 300 и 340°С. Время выдержки при этих температурах определяли из условия:

$$t = 4\ln(h) + 20\ln(95/\varepsilon) + 10Mg^2 / (Mg^2 + h),$$

где t - время выдержки, мин;

h - конечная толщина полосы, мм;

ε - суммарная степень деформации полосы, %;

Mg - содержание магния в сплаве, мас.%.
 $t = 4\ln(0,5) + 20\ln(95/87,5) + 10 \times 6,1^2 / (6,1^2 + 0,5) = 8,74$ мин.

После завершения выдержки осуществляли охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью 100, 250 и 400°С/с.

Эксперименты № 10-15 проводили с режимами, выходящими за заявляемые пределы;

эксперименты № 16-18 - по прототипу.

Режимы обработки приведены в табл. 1, а результаты испытаний - в табл. 2.

Результаты испытаний показали, что полоса из алюминий-магниевого сплава, изготовленная по заявляемому способу (эксперименты № 1-9), в сравнении с прототипом (эксперименты № 16-18), при одинаковом уровне прочностных свойств имеет более высокие пластические свойства.

Изготавливать алюминиевую полосу по режимам, выходящим за заявляемые пределы, нецелесообразно, так как при этом снижаются прочностные или пластические свойства металла (эксперименты № 10-14) или образуются трещины и разрывы (эксперимент № 15).

На основании вышеизложенного, можно сделать вывод, что заявляемый способ асимметричной криогенной прокатки работоспособен, может найти широкое применение в области получения листовых полуфабрикатов из алюминий-магневых сплавов, обладающих одновременно высокой прочностью и пластичностью и, следовательно, соответствует условию патентоспособности "промышленная применимость".

Таблица 1

Номер опыта	Температура нагрева заготовки, °С	Время выдержки, мин.	Скорость охлаждения, °С/сек
заявляемый	1	260	8,74
	2	300	8,74
	3	340	8,74
	4	260	8,74
	5	300	8,74
	6	340	8,74
	7	260	8,74
	8	300	8,74
	9	340	8,74
	10	200	8,74
	11	400	8,74
	12	260	8,00
	13	260	10,00
	14	260	8,74
	15	260	8,74
прототип	16	20	-
	17	20	-
	18	20	-

Таблица 2

Номер опыта	Предел текучести, МПа	Временное сопротивление разрыву, МПа	Относительное удлинение, %	
заявляемый	1	402	490	16,5
	2	408	488	16,0
	3	410	493	15,0
	4	405	485	16,5
	5	411	480	15,0
	6	405	496	15,5
	7	395	470	18,0
	8	410	486	16,5
	9	403	480	16,0
	10	392	465	10,5
	11	315	370	15,0
	12	390	486	12,0
	13	362	425	13,0
	14	374	446	12,5
	15	образуются трещины и разрывы		
прототип	16	405	472	10,0
	17	418	491	9,5
	18	394	468	11,0

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ асимметричной криогенной прокатки, включающий предварительное охлаждение тонкой полосы из алюминиево-магниевого сплава до температуры (-153)-(-196)°С, прокатку полосы в двух валах с рассогласованием их окружных скоростей по меньшей мере в два раза и с единичной степенью деформации не менее 50% до суммарной степени деформации 75-95% и последующий нагрев полосы со скоростью 100-400°С/с, отличающийся тем, что осуществляют нагрев до температуры на 20-100°С выше температуры начала рекристаллизации алюминиево-магниевого сплава и выдержку при этой температуре, время которой определяют из условия:

$$t = 4 \ln(h) + 20 \ln(95/\varepsilon) + 10Mg^2 / (Mg^2 + h),$$

где t - время выдержки, мин;

h - конечная толщина полосы, мм;

ε - суммарная степень деформации полосы, %;

Mg - содержание магния в сплаве, мас.%,

при этом после завершения выдержки осуществляют охлаждение полосы до комнатной температуры со скоростью 100-400°С/с.



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2