Взаимосвязь характеристик сопротивления усталости, кратковременной прочности и структуры низколегированных молибденовых сплавов

В. В. Бухановский

Институт проблем прочности НАН Украины, Киев, Украина

Проанализированы полученные экспериментальные данные по кратковременной статической и многоцикловой прочности тонколистового проката низколегированных молибденовых сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10 систем Mo–Zr–B и Mo–Al–B с учетом структурного состояния материала и определяющих его технологических факторов, в частности режима термической обработки и сварки. Для указанных сплавов установлены эмпирические корреляционные зависимости между характеристиками сопротивления усталостному разрушению, условным пределом текучести материала и размером его зерна.

Ключевые слова: молибденовые сплавы, кратковременная статическая прочность, усталость, структура материала, корреляционная связь.

Современные низколегированные сплавы молибдена, обладающие рядом уникальных физико-механических и технологических характеристик, применяются в качестве конструкционных материалов при изготовлении сварных конструктивных элементов и узлов энергетических установок объектов авиационной и ракетно-космической техники, работающих в условиях высоких температур и эрозионного износа [1, 2]. В ряде случаев, в частности, при транспортировке эти конструкции подвергаются воздействию вибрационных нагрузок, что может вызвать в них зарождение усталостных повреждений и преждевременный выход из строя. Механические характеристики молибденовых сплавов, в особенности при циклическом нагружении, существенно зависят от метода получения, содержания легирующих элементов и структурного состояния материала [3].

В настоящее время накоплен обширный экспериментальный материал по прочности и разрушению низколегированных сплавов молибдена в условиях кратковременного статического нагружения [3–7]. Экспериментальные сведения по усталости материалов данного класса крайне ограничены и частично противоречивы [8–10]. Это связано со значительными временными и материальными затратами на проведение усталостных испытаний, особенно на больших базах, и необходимостью использования специализированного дорогостоящего оборудования.

В то же время помимо натурных испытаний известны и применяются на практике ускоренные методы определения характеристик сопротивления материалов усталостному разрушению, основанные на эмпирических соотношениях между пределом выносливости и другими механическими свойствами [8]. Область применения этих соотношений распространяется как на отдельные металлы и сплавы, так и на целые классы конструкционных материалов.

В настоящей работе представлены результаты исследования сопротивления усталости тонколистового проката низколегированных молибденовых сплавов ЦМ-10 и ЦМ-6 с учетом структурного состояния материала и определяющих его технологических факторов, в частности сварки и термической обработки.

Анализ полученных экспериментальных данных позволил установить корреляционные зависимости между характеристиками сопротивления усталостному разрушению, условным пределом текучести и структурой материала.

Материалы, их обработка и испытания. Сплав ЦМ-10 системы Мо–Al–B представляет собой технически чистый молибден, раскисленный алюминием и бором. Сплав ЦМ-6 системы Мо–Zr–B, легированный до 0,2% (мас.) циркония, относится к жаропрочным сплавам молибдена с твердорастворным упрочнением, в которых после определенных режимов термомеханической обработки возможно образование дисперсных выделений второй фазы. Содержание углерода, кислорода и азота в материалах не превышает нескольких тысячных долей процента.

Полуфабрикаты сплавов получали методом вакуумно-дуговой плавки с последующей высокотемпературной ступенчатой ковкой и прокаткой на лист толщиной 1 мм со степенью деформации 90%. На заключительной стадии технологического процесса листы сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10 отжигали при температурах соответственно 1420 и 1220 К в течение 1 ч для снятия внутренних напряжений и подвергали химическому травлению для удаления окалины и загрязненного поверхностного слоя.

Характеристики кратковременной статической прочности (предел прочности $\sigma_{\rm B}$, условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, относительное удлинение δ и относительную равномерную деформацию $\delta_{\rm p}$) определяли по результатам испытаний на растяжение плоских пятикратных пропорциональных образцов с длиной рабочего участка 12 мм и шириной 3 мм на установках 1246-Р и ВТУ-2В [11]. Скорость деформирования составляла 2 мм/мин, что соответствовало относительной скорости деформации примерно $\sim 2,2\cdot 10^{-3}~{\rm c}^{-1}$.

Испытания на усталость проводили в условиях жесткого знакопеременного изгиба на базе $N_p = 2 \cdot 10^6$ циклов при комнатной температуре на плоских образцах с поперечным сечением 3×1 мм и длиной рабочего участка 47,5 мм [12]. Частота нагружения соответствовала резонансной частоте изгибных колебаний образцов и находилась в пределах 400...450 Гц. Разрушение фиксировали визуально либо по моменту зарождения усталостной трещины, которому соответствовало падение на 5% резонансной частоты собственных колебаний образца.

Образцы вырезали из листового проката в поперечном относительно технологической деформации направлении и из сварных соединений, полученных методом дуговой сварки неплавящимся электродом в контролируемой атмосфере гелия, вдоль продольной оси сварного шва*. Режим сварки: сила тока 110 A, напряжение на дуге 18,5 B, скорость сварки 2,8 мм/с.

^{*} Сварку проводили в Институте электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины.

Термическую обработку образцов проводили в печи типа СНВЛ-1.3.1/16-M2 в вакууме не хуже $2,6\cdot 10^{-3}$ Па при температурах 1220...1820 К в течение 1 ч.

В состоянии поставки микроструктура исследуемых сплавов молибдена представляет собой вытянутые вдоль направления деформации листа волокна. Дислокационная структура — ячеистая с размером ячеек около 2 мкм и невысокой плотностью дислокаций. Характерной особенностью структуры сварных швов молибденовых сплавов являются достаточно крупные размеры кристаллитов (200...500 мкм), наличие параллельных оси шва ровных плоских границ большой протяженности и образование сегрегаций примесей внедрения на границах вследствие обогащения твердого раствора при неравновесной кристаллизации металла сварочной ванны и быстрого охлаждения сварного соединения [2].

Отжиг листов сплава ЦМ-10 при температуре 1220 К в течение 2 ч сопровождается заметным укрупнением ячеек за счет исчезновения некоторых их границ. При этом несколько возрастают как прочностные, так и пластические характеристики материала (табл. 1). Дальнейшее повышение температуры отжига интенсифицирует рост ячеек, а при 1420 К практически завершается процесс первичной рекристаллизации. В интервале температур 1420...1620 К в листах сплава ЦМ-10 протекает собирательная рекристаллизация, которая при более высоких температурах сменяется вторичной рекристаллизацией. Повышение температуры отжига в исследованном диапазоне сопровождается монотонным увеличением размера зерна до 100 мкм и приводит к непрерывному разупрочнению сплава ЦМ-10. Последнее свидетельствует о том, что в процессе охлаждения упрочняющие фазы либо не выделяются вовсе, либо выделяются в незначительных количествах.

Процессы совершенствования структуры при отжиге сплава ЦМ-6 протекают аналогичным образом, но смещены в область более высоких температур. Так, после отжига при 1570 К, 1 ч макроструктура сплава практически не изменяется. Однако в результате полигонизации размеры дислокационных ячеек увеличиваются до 4...6 мкм. Отжиг сплава при 1770 К, 1 ч сопровождается рекристаллизацией материала с увеличением размера зерна на 40...50 мкм.

Результаты испытаний молибденовых сплавов в условиях многоциклового нагружения представлены в виде кривых усталости, построенных для каждого структурного состояния материала в отдельности (рис. 1 и 2). Экспериментальные данные обрабатывались по методикам, изложенным в работах [13, 14], с использованием стандартных методов и процедур математической статистики. При этом в качестве аппроксимирующего уравнения для описания кривых усталости использовали степенную зависимость типа

$$N_p = B\sigma_{\text{max}}^{-\beta},\tag{1}$$

где N_p — циклическая долговечность образца; $\sigma_{\rm max}$ — амплитудное значение напряжения цикла, МПа; B и β — константы, зависящие от химического состава и структурного состояния материала.

Объект исследования	Режим отжига	$d_{_3},$ мкм	Структурное состояние материала	σ _в , МПа	$\sigma_{0,2},$ МПа	δ, %	δ _p ,	n	r	β	В	$\sigma_{-1},$ МПа
Сплав ЦМ-6												
Основной металл	1420 К, 1 ч*	2	Деформированное	830	755	24,5	9,5	15	-0,932	11,04	$2,92 \cdot 10^{37}$	620
	1570 К, 1 ч	46	Полигонизованное	750	685	27,5	12,5	17	-0,784	11,08	1,71·10 ³⁷	585
	1770 К, 1 ч	4050	Рекристаллизованное	570	460	43,0	16,5	16	-0,972	12,30	5,11·10 ³⁹	510
Металл шва	_	200500	Литое	490	420	18,2	9,2	17	-0,790	7,75	$9,08 \cdot 10^{25}$	305
Сплав ЦМ-10												
Основной металл	1220 К, 1 ч*	2	Деформированное	800	730	19,0	6,8	26	-0,867	6,47	$6,95 \cdot 10^{23}$	485
	1220 К, 2 ч	2	» »	825	775	19,5	6,9	15	-0,945	8,63	1,09·10 ³⁰	540
	1320 К, 1 ч	4	Полигонизованное	720	675	21,2	9,7	15	-0,836	8,46	1,85·10 ²⁹	480
	1420 К, 1 ч	10	Рекристаллизованное	615	575	29,5	12,5	10	-0,931	7,27	5,54·10 ²⁵	415
	1520 К, 1 ч	18	» »	565	555	29,8	12,0	10	-0,955	7,63	4,66·10 ²⁶	395
	1620 К, 1 ч	35	» »	545	415	24,6	12,5	13	-0,697	9,63	1,15·10 ³¹	335
	1720 К, 1 ч	70	» »	522	410	22,3	13,0	14	-0,766	9,44	$2,23\cdot 10^{30}$	315
	1820 К, 1 ч	100	» »	516	400	16,9	11,7	13	-0,936	9,72	$4,34 \cdot 10^{30}$	295
Металл шва	_	200500	Литое	550	550	10,5	5,6	14	-0,929	10,70	3,39·10 ³⁴	415

^{*} Состояние поставки.

Обозначения: d_3 – размер зерна; n – объем выборки; r – коэффициент корреляции между $\lg N_p$ и $\lg \sigma_{\max}$; β и B – коэффициенты в уравнении (1); σ_{-1} – предел выносливости на базе $N_p = 2 \cdot 10^6$ цикл.

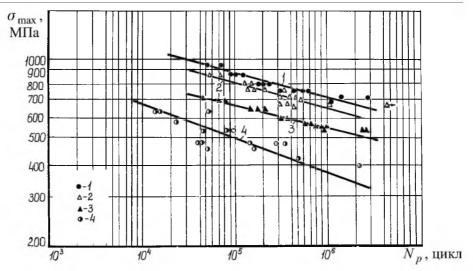


Рис. 1. Кривые усталости листового проката (I 3) и металла сварного шва (4) молибденового сплава ЦМ-6 после отжига в течение 1 ч при различных температурах: $I-T=1420~{\rm K}$ (состояние поставки); $2-T=1570~{\rm K}$; $3-T=1770~{\rm K}$.

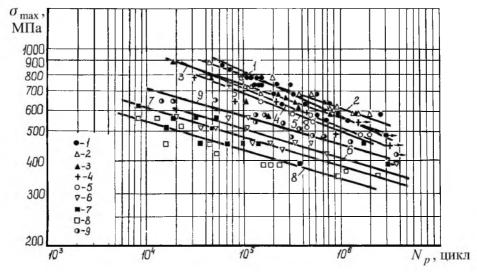


Рис. 2. Кривые усталости листового проката (I– δ) и металла сварного шва (9) молибденового сплава ЦМ-10 после отжига в течение 1 ч при различных температурах: $I-T=1220~{\rm K}$ (состояние поставки); $2-T=1220~{\rm K}$, 2 ч; $3-T=1320~{\rm K}$; $4-T=1420~{\rm K}$; $5-T=1520~{\rm K}$; $6-T=1620~{\rm K}$; $7-T=1720~{\rm K}$; $8-T=1820~{\rm K}$.

В результате статистической обработки экспериментальных данных определяли эмпирические значения коэффициентов B и β в уравнении (1) для каждой из полученных кривых усталости, а также коэффициенты корреляции r между $\lg N_p$ и $\lg \sigma_{\rm max}$, характеризующие рассеивание показателей усталости. Предел выносливости σ_{-1} на принятой базе испытаний оценивали по нижней границе 95%-ного доверительного интервала разрушающих напряжений, соответствующих в уравнении регрессии $N_p = 2 \cdot 10^6$ цикл. Результаты статистической обработки приведены в табл. 1.

Результаты и их обсуждение. Исследования показали, что характеристики сопротивления усталости молибденовых сплавов в значительной степени зависят от химического состава, структурного состояния материала и определяющих его технологических факторов. В состоянии поставки предел выносливости деформированного листового проката составляет 620 и 485 МПа для сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10 соответственно. Увеличение продолжительности стабилизирующего отжига на заключительной стадии изготовления листов из сплава ЦМ-10 при температуре 1220 К с 1 до 2 ч, которое не вызывает заметных изменений в макроструктуре материала, приводит к увеличению как показателей кратковременной прочности и пластичности, так и характеристик сопротивления усталости. При этом предел прочности и условный предел текучести увеличиваются на 3...6%, а предел выносливости – на 11%.

С повышением температуры отжига и связанным с ним ростом зерна наблюдается монотонное снижение предела выносливости с 620 до 510 МПа для сплава ЦМ-6 (после отжига при 1770 К, 1 ч) и с 485 до 295 МПа для сплава ЦМ-10 (после отжига при 1820 К, 1 ч). Причем интенсивность разупрочнения, связанного с совершенствованием структуры материала, для технически чистого молибдена ЦМ-10 заметно выше, чем для легированного цирконием жаропрочного сплава ЦМ-6. А зависимость σ_{-1} листового проката молибденовых сплавов от размера зерна удовлетворительно описывается степенной функцией, аналогичной уравнению Холла–Петча, полученному для характеристик кратковременной прочности [4].

Предел выносливости литого металла шва составляет 415 МПа для сплава ЦМ-10 и 305 МПа для сплава ЦМ-6.

Значения показателей наклона кривых усталости, коэффициента β в уравнении (1) для листов сплава ЦМ-6 составляют 11,04...12,3, что в 1,3...1,7 раза выше по сравнению с технически чистым молибденом ЦМ-10 (β = 6,47...9,72). Кроме того, с ростом зерна для обоих сплавов имеет место тенденция увеличения значений показателя β . Так, для сплава ЦМ-10 после рекристаллизационного отжига при 1820 K, 1 ч значение β увеличивается в 1,5 раза по сравнению с деформированным состоянием, а для сплава ЦМ-6 после отжига при 1770 K, 1 ч – в 1,1 раза. Это свидетельствует о снижении интенсивности разупрочнения молибдена в условиях многоциклового нагружения при легировании его в небольших количествах цирконием и совершенствовании структуры материала.

Как видно из рис. 1 и 2, для описания характеристик сопротивления усталости молибденовых сплавов в различных структурных состояниях, каждому из которых соответствуют определенные значения характеристик кратковременной статической прочности и размер зерна, в работе получено четыре (для сплава ЦМ-6) и девять (для сплава ЦМ-10) кривых усталости, построенных в традиционных координатах $\lg \sigma_{\max} - \lg N_p$. Объем необходимых экспериментальных исследований существенно сокращается в случае представления данных по усталости сплавов с использованием сведений о структуре материала и его кратковременной прочности, получение которых требует существенно меньших затрат.

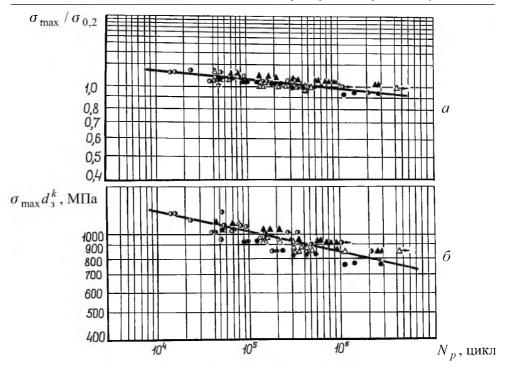


Рис. 3. Обобщенные кривые усталости молибденового сплава ЦМ-6 в координатах $\lg (\sigma_{\max}/\sigma_{0,2}) - \lg N_p$ (a) и $\lg (\sigma_{\max} d_3^k) - \lg N_p$ (б). (Обозначения те же, что на рис. 1.)

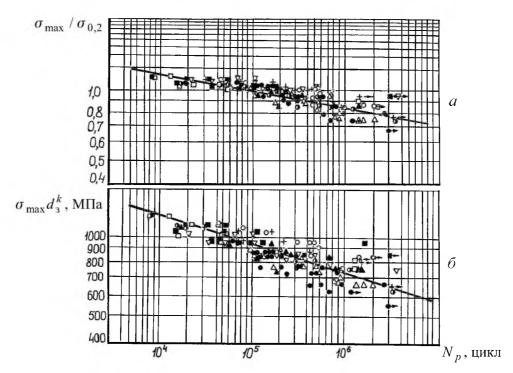


Рис. 4. Обобщенные кривые усталости молибденового сплава ЦМ-10 в координатах $\lg(\sigma_{\max}/\sigma_{0,2}) - \lg N_p$ (a) и $\lg(\sigma_{\max}d_3^k) - \lg N_p$ (б). (Обозначения те же, что на рис. 2.)

На рис. 3,a и 4,a приведены обобщенные кривые усталости сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10, построенные в логарифмических координатах в виде графиков, характеризующих зависимость циклической долговечности N_p от величины отношения максимальных напряжений цикла к условному пределу текучести материала для данного структурного состояния $\sigma_{\rm max}$ / $\sigma_{0,2}$. Анализ приведенных результатов свидетельствует о том, что все полученные экспериментальные данные по усталости молибденовых сплавов в деформированном, полигонизованном, рекристаллизованном и литом состоянии, несмотря на существенные различия в структуре и кратковременной прочности, описываются едиными уравнениями вида

$$N_{p} = B'(\sigma_{\text{max}} / \sigma_{0.2})^{-\beta'}, \tag{2}$$

где B' и β' – константы материала, не зависящие от его структурного состояния

Результаты совместной статистической обработки и регрессионного анализа экспериментальных данных по кратковременной прочности и усталости молибденовых сплавов, проведенных отдельно для сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10, содержатся в табл. 2. Достаточно высокие значения коэффициентов корреляции r' между $\lg N_p$ и $\lg (\sigma_{\max} / \sigma_{0,2})$, полученные для исследованных материалов, позволяют судить о том, что для малолегированных сплавов молибдена независимо от их структурного состояния существуют общие функциональные связи между характеристиками сопротивления усталости и условным пределом текучести при кратковременном растяжении. При этом угол наклона обобщенных кривых усталости, характеризуемый коэффициентом β' , и рассеивание экспериментальных данных для сплава ЦМ-6, легированного небольшими добавками циркония, несколько ниже по сравнению с технически чистым молибденом.

Таблица 2 Результаты совместной статистической обработки характеристик кратковременной прочности, параметров структуры и сопротивления усталости молибденовых сплавов

Сплав	Объем выборки	r'	β΄	<i>B'</i>	r"	β"	B''
ЦМ-6	65	-0,850	9,05	1036988,5	-0,815	11,30	1,336·10 ³⁹
ЦМ-10	133	-0,743	6,93	426033,6	-0,721	8,61	4,847·10 ³⁰

Примечание. Структурное состояние исследуемых сплавов: деформированное, полигонизованное, рекристаллизованное, литое; r' — коэффициент корреляции между $\lg N_p$ и $\lg(\sigma_{\max}/\sigma_{0.2})$; r'' — то же между $\lg N_p$ и $\lg(\sigma_{\max}/\sigma_{0.2})$.

Полученные зависимости позволяют проводить ускоренную оценку и прогнозирование характеристик сопротивления усталости молибденовых сплавов на основании показателей кратковременной прочности, в частности условного предела текучести материала, в рассматриваемом структурном состоянии.

Значения предела выносливости молибденовых сплавов, полученные как нижняя граница 95%-ного доверительного интервала обобщенной кривой усталости, описываемой уравнением (2), при $N_p = 2 \cdot 10^6$ цикл составляют 0,86 (для сплава ЦМ-6) и 0,72 (для сплава ЦМ-10) от условного предела текучести материала в соответствующем структурном состоянии.

Проверка предположения о принадлежности механических характеристик исследованных сплавов молибдена, представленных на рис. 3,а и 4,а, к единой генеральной совокупности показала, что гипотеза не противоречит результатам эксперимента. Однако объединять эти данные в общую экспериментальную выборку с целью их последующей совместной статистической обработки и регрессионного анализа представляется нецелесообразным ввиду снижения точности прогнозирования характеристик усталости сплавов по результатам кратковременных испытаний.

Известно, что характеристики кратковременной прочности металлов и сплавов тесно связаны с параметрами структуры материала степенной зависимостью, описываемой уравнением Холла–Петча [4]. В частности, установлено следующее соотношение между условным пределом текучести и размером зерна:

$$\sigma_{0,2} \sim d_3^{-k},\tag{3}$$

где k = 0,13 для сплава ЦМ-6 и k = 0,176 для сплава ЦМ-10.

Полученное соотношение позволяет установить непосредственную корреляционную связь между характеристиками сопротивления усталости молибденовых сплавов и структурой материала. На рис. 3,6 и 4,6 представлены кривые усталости сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10, построенные по результатам испытаний материалов в различных структурных состояниях в координатах $\lg (\sigma_{\max} d_3^k) - \lg N_p$. Видно, что указанные кривые вполне удовлетворительно могут быть описаны уравнением следующего вида:

$$N_p = B''(\sigma_{\text{max}}d_3^k)^{-\beta''},$$
 (4)

где B'' и β'' – константы материала, не зависящие от его структурного состояния.

Эмпирические значения параметров B'' и β'' , а также коэффициентов корреляции r'' между $\lg N_p$ и $\lg (\sigma_{\max} d_3^k)$, полученные на основании статистической обработки экспериментальных данных по многоцикловой прочности и структуре сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10, приведены в табл. 2.

Уравнение (4) позволяет проводить ускоренную оценку и прогнозирование характеристик сопротивления усталости молибденовых сплавов, исходя из сведений о структуре материала, в частности, о размере его зерна.

Таким образом, в результате совместного анализа и статистической обработки экспериментальных данных по усталости, кратковременной статической прочности и структуре малолегированных сплавов молибдена в деформированном, полигонизованном, рекристаллизованном и литом состо-

яниях получены эмпирические корреляционные зависимости между характеристиками сопротивления усталости, условным пределом текучести и размером зерна указанных материалов.

Резюме

Проаналізовано отримані експериментальні дані з короткочасної статичної та багатоциклової міцності тонколистового прокату низьколегованих молібденових сплавів ЦМ-6 та ЦМ-10 систем Mo–Zr–B і Mo–Al–B з урахуванням структурного стану матеріалу і технологічних факторів, що його визначають, зокрема режиму термічної обробки й зварювання. Для вказаних сплавів встановлено емпіричні кореляційні залежності між характеристиками опору утомному руйнуванню, умовною границею текучості матеріалу та розміром його зерна.

- 1. *Моргунова Н. Н., Клыпин Б. А., Бояршинов В. А. и др.* Сплавы молибдена. М.: Металлургия, 1975. 392 с.
- 2. *Гуревич С. М., Нероденко М. М., Харченко Г. К. и др.* Металлургия и технология сварки тугоплавких металлов и сплавов на их основе. Киев: Наук. думка, 1982. 304 с.
- 3. *Структура*, текстура и механические свойства деформированных сплавов молибдена / Под ред. В. И. Трефилова. Киев: Наук. думка, 1983. 230 с.
- 4. *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А.* Физические основы прочности тугоплавких материалов. Киев: Наук. думка, 1975. 315 с.
- 5. *Моргунова Н. Н., Демина Л. Н., Казакова Н. И.* Свойства сплава ЦМ-10 // Металловедение и терм. обраб. металлов. 1986. № 12. С. 31 34.
- 6. *Бухановский В. В., Картышов Н. Г., Полищук Е. П. и др.* Влияние термической обработки на механические свойства и характер разрушения листовых молибденовых сплавов // Пробл. прочности. 1987. № 8. С. 53 57.
- 7. Бухановский В. В., Харченко В. К., Касьян К. Н. и др. Механические свойства листового проката и сварных соединений молибденовых сплавов ЦМ-6 и ЦМ-10 в диапазоне температур 293...2273 К // Автомат. сварка. 1992. \mathbb{N} 4. С. 13 16.
- 8. *Трощенко В. Т., Сосновский Л. А.* Сопротивление усталости металлов и сплавов. Киев: Наук. думка, 1987. Т. 1. 505 с.
- 9. *Иванова В. С., Коган И. С., Терентьев В. Ф. и др.* Поведение деформированного молибденового сплава ЦМ-10 при циклическом нагружении // Пробл. прочности. 1978. № 10. С. 42 45.
- 10. *Терентьев В. Ф., Коган И. С., Орлов Л. Г.* О механизме усталостного разрушения молибденового сплава ЦМ-10 // Физика металлов и металловедение. 1976. **42**, вып. 6. С. 1273 1280.

- 11. *Харченко В. К.* О высокотемпературной прочности тугоплавких материалов // Пробл. прочности. 1980. N 10. C. 94 103.
- 12. *Бухановский В. В., Харченко В. К., Аснис Е. А. и др.* Сопротивление усталости листового проката и сварных соединений ниобиевого сплава 10ВМЦ // Автомат. сварка. 1989. № 3. С. 15 18.
- 13. Статистическая обработка результатов механических испытаний. М.: Машиностроение, 1972. 232 с.
- 14. *Школьник Л. М.* Методика усталостных испытаний. Справочник. М.: Металлургия, 1978. 302 с.

Поступила 01. 07. 99