

Влияние дисперсного упрочнения на механические свойства сплава $Zr-3,2\%$ (ат.) Cr при $20-700\text{ }^{\circ}C$

Д. Н. Бродниковский, И. Ю. Окунь, Н. П. Бродниковский,
Н. А. Крапивка, Ю. Е. Зубец, С. А. Фирстов

С помощью фрактографических исследований проанализовано накопление разрушения в процессе испытания на растяжение чистого циркония и дисперсно-упрочненного интерметаллидом хрома. Установлено, что твердые частицы второй фазы облегчают протекание динамической рекристаллизации, которая повышает пластичность сплава. Несмотря на значительный SD-эффект, свидетельствующий о возникновении разрывов по межфазным границам, дисперсное упрочнение ускоряет переход от разрушения слиянием пор к вытяжке “на нож”.

Ключевые слова: динамическая рекристаллизация, дисперсное упрочнение, разрушение, деформация.

Введение

Характер разрушения металлических сплавов определяется целым рядом внешних и внутренних факторов [1, 2]. В работе [3] к внешним факторам относят схему нагружения, температуру и скорость испытания, геометрию образца и состояние поверхности, а к внутренним — размер и ориентировку зерен, субструктуру и текстуру, электронную структуру, примеси и легирующие добавки. Отмечается, что различные комбинации указанных факторов приводят к хрупкому или вязкому разрушению или к сложным формам, сочетающим элементы хрупкого и вязкого разрушений.

Удобным модельным экспериментом для изучения накопления разрушения в процессе деформации является испытание на растяжение. Этот вид испытания позволяет наблюдать различные виды разрушения. Появлению пор в процессе деформации способствует наличие больших растягивающих напряжений и возникновение сложного напряженного состояния при образовании шейки. Помимо скола [4—7] и различных форм межзеренного разрушения [7—9], особый интерес вызывает образование и слияние пор. Поры возникают по границам зерен, фаз и границам деформационного происхождения. Материал между пустотами подвергается разрыву в результате вытяжки “на нож”. Поэтому разрушение называют “вязким”. Поверхность разрушения в данном случае покрыта микроскопическими чашечками самой произвольной формы [1, 4, 10, 11]. Именно при формировании такого вида разрушения действуют сложные комбинации внутренних и внешних факторов, определяющих разрушение и обеспечивающих различные сочетания раскрытия границ разных типов и вытягивания скользящим.

Вклад в формирование разрушения в процессе деформации динамической рекристаллизации изучен мало. Особый интерес представляет исследование влияния динамической рекристаллизации в

© Д. Н. Бродниковский, И. Ю. Окунь, Н. П. Бродниковский,
Н. А. Крапивка, Ю. Е. Зубец, С. А. Фирстов, 2010

присутствии твердых частиц второй фазы. Наличие частиц приводит к повышению плотности дислокаций вокруг них и изменению температуры начала динамической рекристаллизации.

В настоящей работе на основании изучения механических свойств и фрактографических исследований анализируется влияние температуры на формирование разрушения при растяжении в чистом цирконии и в дисперсно-упрочненном интерметаллидом $ZrCr_2$.

Материалы и методика эксперимента

Для исследований сплавы получали аргонодуговой плавкой. Для выплавки сплавов использовали йодидный цирконий и электролитический хром марки ЭРХ. После выплавки сплавы подвергали деформации осадкой с разных сторон. Сплавы с хромом прокатывали. Степень вытяжки при деформации составляла около 2.

Механические испытания на растяжение проводили в вакууме в температурном интервале 20—700 °С на машине марки 1246 производства НИКИМП. Изготавливали плоские образцы с сечением 2x3 мм и длиной рабочей части 12 мм.

Структурные исследования выполняли с помощью растрового электронного микроскопа Superprobe-733. Для определения фазового состава использовали рентгенофазовый анализ.

Энергию активации пластической деформации определяли по формуле [3, 12]

$$\sigma_{02} = A \cdot \exp\left(\frac{U}{3kT}\right),$$

где σ_{02} — условный предел текучести; T — температура испытания, К; $k = 8,6167 \cdot 10^{-5}$ эВ·град⁻¹ — постоянная Больцмана; U — энергия активации пластической деформации; A — постоянная. Величину U определяли по наклону участка ломаной кривой в координатах $\ln(\sigma_{02})$ — $1/T$.

Результаты эксперимента и их обсуждение

Диаграмма состояния системы Zr — Cr представлена на рис. 1 [13]. Для исследования упрочнения интерметаллидом $ZrCr_2$ выбраны сплавы заэвтектоидного состава. Рентгенофазовый анализ фиксирует выделение интерметаллида в заэвтектоидных сплавах в литом состоянии. В этом случае слиток остывал на водоохлаждаемой медной подине со скоростью около 200 град/с. После литья проводили гомогенизирующий отжиг в вакууме при температуре 1300 °С в течение 4 ч с последующим остыванием с печью (2—5 град/с). Затем слиток деформировали осадкой в процессе остывания от 800 до 600 °С. Далее заготовку нагревали до 750 °С и подвергали прокатке без подогрева валков. Диаграмма состояния позволяет сделать вывод, что выбранная термическая обработка приводит к более полному выделению интерметаллидов при остывании β -фазы и $\beta \rightarrow \alpha$ -превращении. Деформацию проводили в области температур существования α -фазы. Ее действие было направлено на измельчение зерен α - Zr и повышение равномерности распределения частиц интерметаллидов в области бывших границ зерен β -фазы (рис. 2, а, б). Для механических испытаний выбран сплав Zr —3,2% (ат.) Cr . Такой состав сплава обеспечивает получение частиц интерметаллида размером около ~1 мкм,

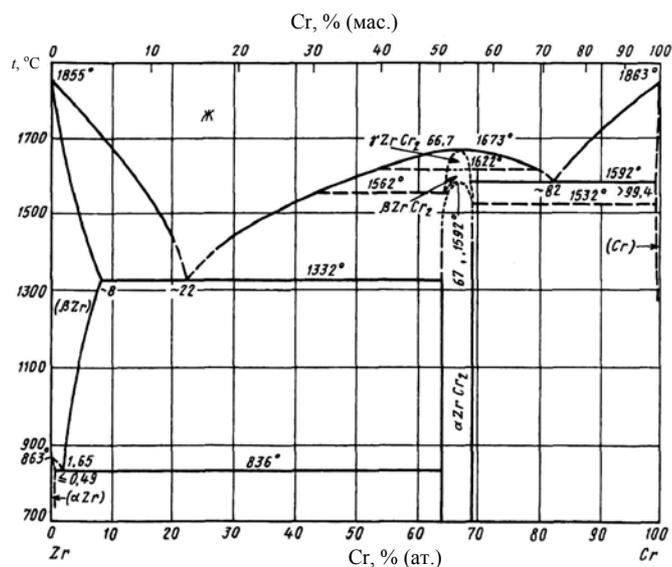


Рис. 1. Диаграмма состояния системы Zr—Cr [13].

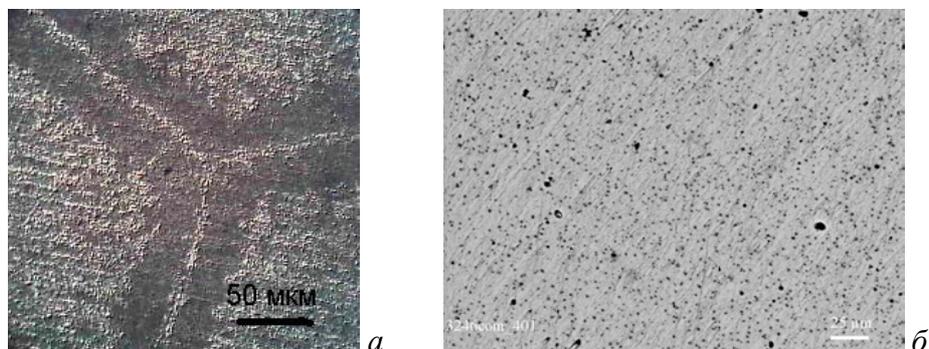


Рис. 2. Структура сплава Zr—3,2% (ат.) Cr: *a* — литой + отжиг при 1300 °С, 4 ч; *б* — литой + отжиг при 1300 °С, 4 ч + прокатка.

равномерно распределенных в матрице из α -Zr. При введении большего количества хрома выделение частиц интерметаллида из β -фазы начинается при большей температуре (рис. 1) и успевает проходить их коагуляция.

Упрочнение циркония интерметаллидами хрома привело к возрастанию прочности циркония более чем в два раза в широком интервале температур (рис. 3, *a*). На обеих кривых можно выделить по два участка, которые описываются экспоненциальными зависимостями (рис. 3, *б*). Согласно Эшби, пластическая деформация со скоростью $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ под действием напряжения не ниже $10^{-4} G$ при температурах ниже $0,5T_{пл}$ обусловлена механизмами дислокационного скольжения [14]. Для этих участков получены значения энергии активации деформации (рис. 3, *б*), которые соответствуют активации преодоления дислокациями разного типа препятствий [3, 12].

Хотя появление частиц интерметаллида уменьшает пластичность циркония, она остается достаточно высокой. Относительное сужение при комнатной температуре достигает 20% (рис. 4). Наблюдается резкий рост относительного сужения в упрочненном цирконии после 300 °С. В узком температурном интервале относительное сужение возрастает более чем

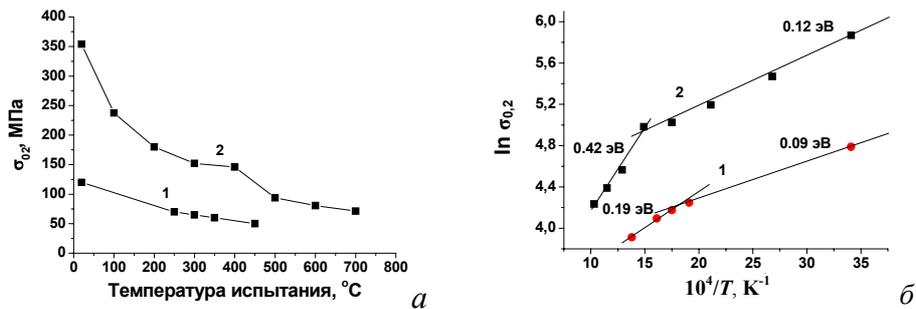


Рис. 3. Температурная зависимость предела текучести сплавов циркония при растяжении в координатах $\sigma_{0.2}-T$ (а) и в полулогарифмических координатах (б): 1 — йодидный цирконий; 2 — прокатанный сплав Zr—3,2% (ат.) Cr.

в три раза. С увеличением температуры испытания рост относительного сужения в дисперсно-упрочненном цирконии идет до больших значений, чем в переплавленном йодидном цирконии (рис. 4).

Испытания на сжатие показали, что при повышении температуры деформации с 300 до 400 °C напряжение течения на кривой сжатия в истинных координатах напряжение—деформация меняется незначительно, но деформационное упрочнение пропадает (рис. 5). Устранение деформационного упрочнения происходит в конце температурного интервала, в котором термической активацией преодолевается первый тип препятствий (рис. 3, а, б).

Фрактографический анализ позволил проследить особенности формирования разрушения в области температур резкого роста относительного сужения при испытании на растяжение. При 300 °C разрушение ямочное транскристаллитное (рис. 6, а), сопровождается малым относительным сужением (рис. 4). Это свидетельствует о быстрой локализации пластической деформации. Относительное удлинение после образования шейки составляло около 2—3%. Локализации пластической деформации способствует остающийся высокий уровень напряжения течения [1, 15]. На рис. 6, а видны области, в которых размер ямок равен 1,5—2 мкм. Это соответствует размеру ячеек, формирующихся в ходе деформации [1], и свидетельствует о зарождении разрушения по границам

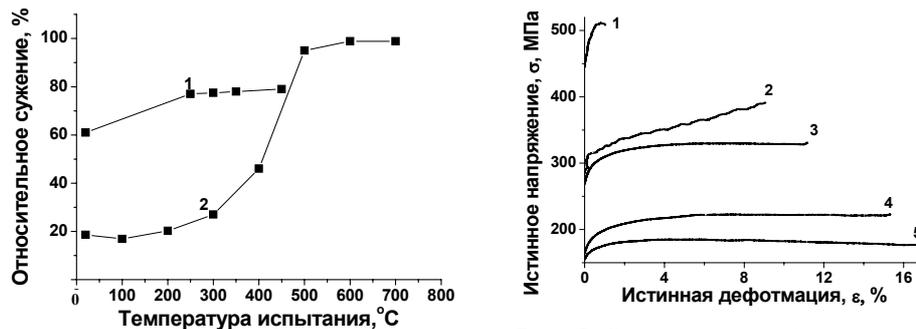


Рис. 4. Температурная зависимость относительного сужения сплавов циркония: 1 — йодидный цирконий; 2 — прокатанный сплав Zr—3,2% (ат.) Cr.

Рис. 5. Зависимость деформации в истинных координатах напряжение—деформация от температуры испытания на сжатие прокатанного сплава Zr—3,2% (ат.) Cr: 1 — 100; 2 — 300; 3 — 400; 4 — 500; 5 — 550 °C.

ячеек. Наряду с ямками малых размеров имеются ямки размером до 20 мкм. Поверхность стенок таких ямок бугристая. Размер бугорков составляет около 2 мкм и близок к размеру ячеек. В области больших ямок разрушения по границам ячеек не происходит в результате снятия напряжений в них динамической рекристаллизации. С увеличением температуры испытания до 400 °С разрушение по границам ячеек практически отсутствует (рис. 6, б). В изломе наблюдаются в основном большие поры размером 20—30 мкм, поверхность которых образуют мелкие зерна размером 2—2,5 мкм, сформировавшиеся в результате динамической рекристаллизации. И хотя при 400 °С относительное сужение несколько возрастает (рис. 4), удлинение после образования шейки практически не меняется, составляя около 3%. Уровень напряжения течения сохраняется высоким и локализация деформации происходит интенсивно.

При повышении температуры испытания до 500 °С напряжение течения значительно снижается (см. рис. 3, а). Снижение коррелирует с тем, что термической активацией преодолевается составляющая напряжения течения, которая при более низких температурах входила в атермическую его часть (рис. 3, б). В результате уменьшается склонность к локализации деформации и относительное удлинение после образования шейки возрастает до 8%. Снижаются растягивающие напряжения в шейке [6, 8, 9]. Раскрытие микротрещин замедляется и увеличивается относительное сужение вследствие уменьшения количества раскрывшихся больших ямок. При 600 °С ямки не раскрываются и деформация образца происходит “на нож”. Таким образом, можно сделать вывод, что динамическая рекристаллизация и снижение напряжения деформации тормозят развитие разрушения в образце в процессе деформации.

Сравнение относительного сужения чистого и дисперсно-упрочненного циркония (см. рис. 4) показало, что хотя чистый цирконий при комнатной температуре значительно пластичнее, при повышенной температуре в дисперсно-упрочненном цирконии относительное сужение выше. По данным работы [16], в деформированном йодидном цирконии при 500 °С относительное сужение составляет только 68%. Это свидетельствует о большей склонности чистого циркония к микроразрушению, чем дисперсно-упрочненного. Объяснить это можно тем, что в однофазных сплавах внутри зерен накапливается меньшая плотность дислокаций при одной и той же величине деформации, чем в дисперсно-упрочненных сплавах. В отсутствие дисперсного упрочнения дислокации беспрепятственно движутся внутри зерен и уходят в границы. В результате

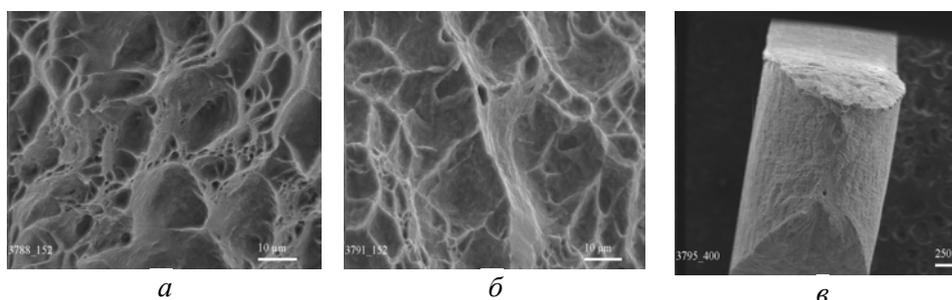


Рис. 6. Вид изломов образцов сплава Zr—3,2% (ат.) Cr в зависимости от температуры испытания на растяжение (°С): а — 300; б — 400; в — 600.

затрудняется снятие напряжений по границам зерен путем динамической рекристаллизации. При достижении критических напряжений по границам раскрываются поры, разрушение идет их слиянием и образуется не ножевидный излом, а с площадью конечной величины. Разделение образца на части с вытягиванием “на нож” (относительное сужение — 100%) становится невозможным.

Сравнение рис. 3, а и 5 показало, что в дисперсно-упрочненном сплаве наблюдается SD-эффект: напряжение течения при сжатии выше, чем при растяжении. Меньшую прочность дисперсно-упрочненных сплавов при растяжении объясняют разрушением по границам раздела частиц и матрицы [3]. Таким образом, несмотря на дополнительное развитие пор в дисперсно-упрочненном цирконии, наличие частиц в сплаве обеспечивает более быстрый переход от разрушения слиянием пор к вытяжке “на нож”, чем в случае их отсутствия.

Выводы

Наличие твердых частиц второй фазы способствует протеканию динамической рекристаллизации, которая повышает пластические свойства сплава.

Склонность к микрорастрескиванию и образованию ямочного излома с малым относительным сужением образца при растяжении пластичных сплавов увеличивается с повышением уровня напряжения течения.

Термическая активация динамической рекристаллизации и определение барьеров движению дислокаций могут быть независимыми процессами. В результате может снижаться деформационное упрочнение, а уровень напряжения течения оставаться неизменным.

Условием деформации “на нож” при растяжении является низкий уровень напряжения деформации. Для дисперсно-упрочненного циркония снятия только деформационного упрочнения для достижения деформации “на нож” оказалось недостаточно. Потребовалось дальнейшее повышение температуры, чтобы уменьшить атермическую составляющую напряжения течения за счет увеличения возможностей термической активации деформации с повышением температуры.

Несмотря на дополнительное появление пор вследствие SD-эффекта в дисперсно-упрочненном цирконии, в нем быстрее происходит переход от ямочного излома к вытяжке “на нож”.

1. *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А.* Физические основы прочности тугоплавких металлов. — К.: Наук. думка, 1975. — 316 с.
2. *Копецкий Ч. В.* Структура и свойства тугоплавких металлов. — М.: Металлургия, 1974. — 208 с.
3. *Трефилов В. И., Моисеев В. Ф.* Дисперсные частицы в тугоплавких металлах. — К.: Наук. думка, 1978. — 238 с.
4. *Бичем К. Д.* Микропроцессы разрушения // Разрушение. — М.: Металлургия, 1973. — Т. 1. — С. 265—375.
5. *Гликман Дж. Дж.* Скол, пластичность и вязкость кристаллов // Атомный механизм разрушения. — М.: ИЛ, 1963. — С. 220—253.
6. *Макклинток Ф., Аргон А.* Деформация и разрушение материалов. — М.: Мир, 1970. — 444 с.
7. *ХониКомб Р.* Пластическая деформация металлов. — М.: Мир, 1972. — 408 с.

8. Бриджмен П. Исследование больших пластических деформаций и разрыва. — М.: ИЛ, 1955. — 444 с.
9. Екобори Т. Физика и механика разрушения и прочности твердых тел. — М.: Мир, 1971. — 264 с.
10. Крюссар Ш., Плато Ж., Тахманкар Р. и др. Сравнение вязкого и усталостного разрушения // Атомный механизм разрушения. — М.: ИЛ, 1863. — С. 535—574.
11. Garland J., Plkateau J. The mechanism of ductile rupture of metals containing inclusion // Trans. ASM. — 1963. — 56. — P. 442—454.
12. Борисенко В. А. Твердость и прочность тугоплавких материалов при высоких температурах. — К.: Наук. думка, 1984. — 211 с.
13. Диаграммы состояния двойных металлических систем: (Справ. в 3-х т.) / Под общ. ред. Н. П. Лякишева. — М.: Машиностроение, 1996.
14. Ashby M. F. First report on deformation mechanism map // Acta Metal. — 1972. — 20, No. 7. — P. 887—902.
15. Моисеев В. Ф., Бродниковский Н. П. Первичный анализ диаграмм деформации металлов // Электронная микроскопия и прочность материалов. — К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины. — 2003. — Вып. 12. — С. 115—120.
16. Миллер Г. Л. Цирконий. — М.: ИЛ, 1955. — 392 с.

Вплив дисперсного зміцнення на механічні властивості сплаву Zr—3,2% (ат.) Cr при 20—700 °C

Д. М. Бродніковський, І. Ю. Окунь, М. П. Бродніковський,
М. О. Крапівка, Ю. Ю. Зубець, С. О. Фірстов

За допомогою фрактографічних досліджень аналізується накопичення руйнування в процесі випробування на розтяг чистого цирконію та дисперсно-зміцненого інтерметалідом хрому. Встановлено, що тверді частинки другої фази полегшують проходження динамічної рекристалізації, яка підвищує пластичність сплаву. Незважаючи на значний SD-ефект, який свідчить про виникнення розривів по межах фаз, наявність частинок другої фази прискорює перехід від руйнування з'єднанням пор до витягування "на ніж".

Ключові слова: динамічна рекристалізація, дисперсне зміцнення, руйнування, деформація.

Effect of dispersion strengthening on the mechanical properties of the Zr—3,2% (at.) Cr alloy at 20—700 °C

D. M. Brodnikovskiy, I. Ju. Okun, M. P. Brodnikovskiy,
N. A. Krapivka, Ju. Ju. Zubets, S. A. Firstov

With the help of fractographic studies, the accumulation of damage during tensile testing of pure and dispersion-strengthened by intermetallics of chromium zirconium is analyzed. It is concluded that hard second-phase particles facilitate the onset of dynamic recrystallization, which increases the plasticity of the alloy. Despite presence of the SD-effect, which indicating the occurrence of breaks at the interphase boundaries, the presence of second phase particles accelerates the transition from the destruction by fusion of pores to the stretching "into a knife".

Keywords: dynamical recrystallization, dispersion strengtheniny, fracture, deformation.