

УДК 621.78

А.В. Фролов

Комсомольский-на-Амуре государственный технический университет

ОПТИМИЗАЦИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТАЛЕЙ И СПЛАВОВ НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЕМ ИХ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ НА ГРАНИЦЕ ФАЗОВЫХ ПРЕДПРЕВРАЩЕНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДА АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

Аннотация. Исследовано влияние длительности пребывания сталей 30ХГСА и Р18, а также титанового сплава ВТ20 в условиях полиморфных предпревращений и превращений на их механические свойства. Показано, что эффекты фазовых предпревращений позволяют управлять структурой и свойствами сплавов в широком диапазоне (от свойств, характерных для закаленного состояния, до свойств, присущих отпущенному металлу). «Работа» на границе полиморфного превращения способствует выравниванию плотности дефектной структуры и обеспечивает оптимизацию механических свойств сплавов. Предложено применять метод акустической эмиссии для определения стадии фазового превращения и разработки технологий термической обработки, максимально эффективно использующей эффекты фазовых предпревращений.

Ключевые слова: бейнитное предпревращение, аустенитное предпревращение, фазовое превращение, дефектная наноструктура, механические свойства, акустическая эмиссия.

OPTIMIZATION OF MECHANICAL CHARACTERISTICS OF STEEL AND ALLOYS BY NANOSTRUCTURIZATION OF THEIR DEFECT STRUCTURE AT THE BORDER OF PHASE PRETRANSFORMATION WITH THE USE OF ACOUSTIC EMISSION METHOD

Abstract. The influence of the duration of stay of the steels 30HGSA and R18 as well as titanium alloy VT 20 in the conditions of polymorphic pretransformation and transformation conditions on the mechanical properties is investigated. It is shown that the effect of phase pretransformation allows in wide range controlling the steel defect structure and mechanical properties. The “operation” at polymorphic transformation border promotes to regulate the defect structure density and to optimize mechanical properties of alloys. It is proposed to use the acoustic emission method for phase transformation stage detection and for the development of heat treatment technology with maximize use of the phase pretransformation effects.

Keywords: bainitic pretransformation, austenitic pretransformation, phase transformation, chromansil, R18 steel, VT20 titanium alloy, defective nanostructure, mechanical properties, acoustic emission.

Широко используемые технологии управления дефектной структурой и свойствами сталей и сплавов (традиционная термическая обработка, пластическая деформация и т.д.) [1] уже практически исчерпали свой запас эффективности. В настоящее время активно разрабатываются новые технологии, работающие на наноуровне. Применительно к технологиям обработки сталей это означает измельчение зерна и «работу» с дефектной решеткой на наноуровне. Теоретические аспекты этих технологий базируются на дислокационной теории прочности, в соответствии с которой повышение прочности (σ_B) достигается за счет торможения движения дислокаций. Классическое решение этой задачи сводится к повышению плотности (ρ) дислокаций (рис. 1) или к увеличению протяженности межзеренных границ путем уменьшения размеров зерен (закон Холла–Петча) [1].

Большие успехи в области наноструктурирования сплавов достигнуты при применении технологий интенсивной пластической деформации. Указанные технологии одновременно повышают плотность дефектной структуры до величины более 10^{13} см^{-2} и измельчают

зерна вплоть до 100 нм. Эти технологии позволяют до трех раз повысить прочность отдельных сплавов по сравнению с прочностью сплавов при использовании традиционных технологий холодного деформирования. Но ценой такого повышения прочности является снижение характеристик пластичности в три и более раз, которое приводит к охрупчиванию материала [2].

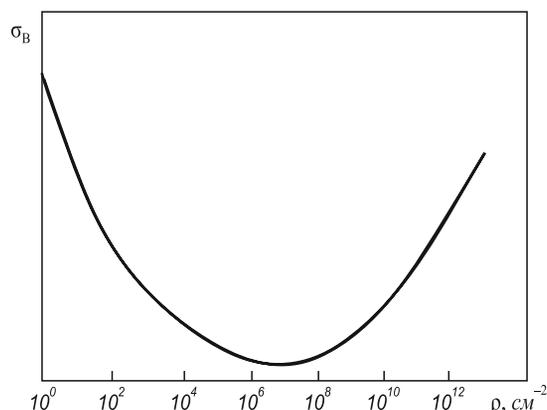


Рис. 1. Зависимость прочности сплава от плотности дислокаций

Альтернативным способом управления дефектной структурой считается термическая обработка. Этот вид обработки также позволяет управлять плотностью дефектной структуры в диапазоне порядка $10^6 - 10^{13} \text{ см}^{-2}$, при этом получаемая структура более стабильна по сравнению со структурой, формируемой в результате пластической деформации. Но получаемый размер зерен составляет 10 мкм и более.

Общим недостатком этих двух методов улучшения свойств сплавов является неравномерное распределение дефектов по объему зерен [3]. Поэтому при создании оптимальной средней плотности дислокаций примерно 10^{13} см^{-2} , обеспечивающей сочетание высокой прочности с достаточной вязкостью разрушения, в отдельных нано- и мезообъемах формируется дефектная структура с закритической плотностью дислокаций. Указанные зоны фактически являются зародышами внутризеренных трещин и концентраторами напряжений, которые охрупчивают материал. Традиционные технологии закалки и термического улучшения рассчитаны на формирование дефектной структуры с плотностью дислокаций, на порядок меньшей оптимальной, с целью исключения вышеуказанных критических зон. Но при этом не получается максимально использовать весь потенциальный запас прочности сплава.

В связи с этим представляет интерес разработка технологии создания равномерной по мезо- и нанообъемам дефектной структуры с оптимальной плотностью дислокаций. В качестве инструмента выравнивания дефектной наноструктуры можно использовать эффекты фазовых превращений [4]. Для определения эффективности указанных технологий проведены исследования влияния условий аустенитного и бейнитного превращений на структуру и свойства сталей 30ХГСА и P18, а также влияния полиморфного превращения на свойства титанового сплава BT20.

Исследования проводили на трубных образцах из стали 30ХГСА. Размеры образцов: внутренний и наружный диаметр – 8 и 10 мм, длина – 15 мм. Исследования проводили на образцах в состоянии поставки, а также после их предварительной многократной закалки с целью создания фазового наклепа и повышения плотности дефектной структуры. Предварительные многократные закалки выполняли по следующей технологии: нагрев в расплаве солей 50 % NaCl + 50 % KCl со средней скоростью 700 К/с до температуры 900 °С; выдержка в течение 2 мин; закалка в соленой воде с температурой 6 °С. Повторные закалки выполняли по вышеописанной технологии, но с выдержкой при температуре аустенитизации в течение 10 с.

Для исследования влияния бейнитного превращения и превращения на структуру и свойства стали образцы подвергали изотермической закалке с разными длительностями изотермических выдержек по следующей технологии: нагрев образцов в расплаве солей до температуры 900 °С; выдержка при температуре

аустенитизации в течение 2 мин (для холоднотемпературных образцов) и 10 с (для предварительно закаленных образцов); охлаждение в щелочном расплаве NaOH + KOH с температурой 380 °С; изотермическая выдержка в течение 5 с – 20 мин; охлаждение в соленой воде с температурой 6 °С. Выбранные изотермические выдержки соответствовали различным стадиям бейнитного превращения и превращения (рис. 2) [4].

Для исследования влияния аустенитного превращения трехкратно предварительно закаленные образцы подвергали повторной аустенитизации при следующих режимах: нагрев в расплаве солей с температурой 800 – 900 °С; выдержка при температуре аустенитизации в течение 1 – 15 с; охлаждение в проточной технической воде с температурой 6 °С [5].

После термической обработки образцы подвергали механическим испытаниям на сплющивание по ГОСТ 8695 – 75 до полного разрушения. Испытания проводили на машине INSTRON 3382K7046. По диаграммам нагружения (нагрузка – деформация) определяли следующие механические характеристики образца: нагрузку в момент образования трещины ($P_{тр}$), кН; деформацию трубы (изменение внешнего диаметра) в момент появления трещины ($h_{тр}$), мм. Момент появления первой трещины определяли методом акустической эмиссии [6]. Кроме испытания на сплющивание в ходе экспериментов проводили микроструктурный анализ с использованием металлографического микроскопа Planag MICRO200; измеряли твердость образцов по методу Роквелла (HRC); микротвердость по ГОСТ 9450 – 76 с применением четырехгранной алмазной пирамидки на микротвердомере Shimadzu HNV-2T.

Исследования титанового сплава BT20 проводили на заготовках размерами 2000×600×1,5 мм. Заготовку закрепляли контактными зажимами на столе гидропресса. В ходе испытаний заготовку равномерно нагре-

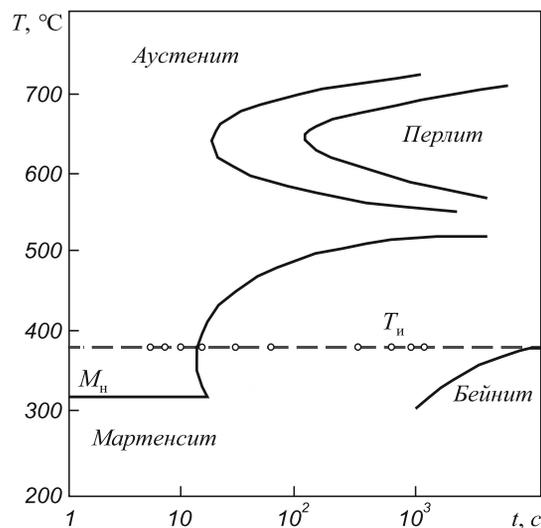


Рис. 2. Диаграмма изотермического распада переохлажденного аустенита в стали 30ХГСА с исследованными длительностями изотермических выдержек

вали электрическим током до температуры фазового превращения (900 – 1000 °С). По достижении заданной температуры производили пластическое деформирование заготовки прессом и дальнейшее ее естественное охлаждение. После завершения формообразования и остывания заготовки подвергали испытаниям на растяжение, ударный изгиб, определяли ее твердость, а также проводили малоцикловые испытания [6].

Изотермическая закалка стали 30ХГСА на границе бейнитного предпревращения обеспечивает упорядочение внутренней дефектной структуры стали, исключая зоны с закритической степенью плотности дислокаций, но с сохранением высокой плотности дефектов по всему объему материала, что обуславливает максимальные прочность и твердость при достаточной пластичности и вязкости разрушения. Предварительные закалки позволяют дополнительно повысить плотность дефектной структуры: это выражается в дополнительном повышении прочности и твердости (рис. 3). Изотермическая закалка из начальной области бейнитного превращения приводит к формированию новой бейнитной структуры и практически максимальной релаксации внутренних напряжений, что проявляется в значительном повышении свойств пластичности стали, снижении прочности и значительном снижении твердости. При этом полученная в результате предварительных закалок мелкозернистая структура после бейнитного превращения обеспечивает более высокие прочность и твердость при сопоставимых показателях пластичности по сравнению с традиционной изотермической закалкой. Закалка из области стабильного бейнитного превращения приводит к росту зерен и к повышению характеристик пластичности стали. При этом прочность и твердость снижаются практически до уровня показателей отпущенной стали [4].

Аналогичное улучшение характеристик прочности и вязкости разрушения (исследованное методом акустической эмиссии [8]) наблюдается и у стали P18 (табл. 1) при ее изотермической закалке с границы бейнитного превращения [3].

В отношении повторной закалки стали 30ХГСА с границы аустенитного превращения можно сказать

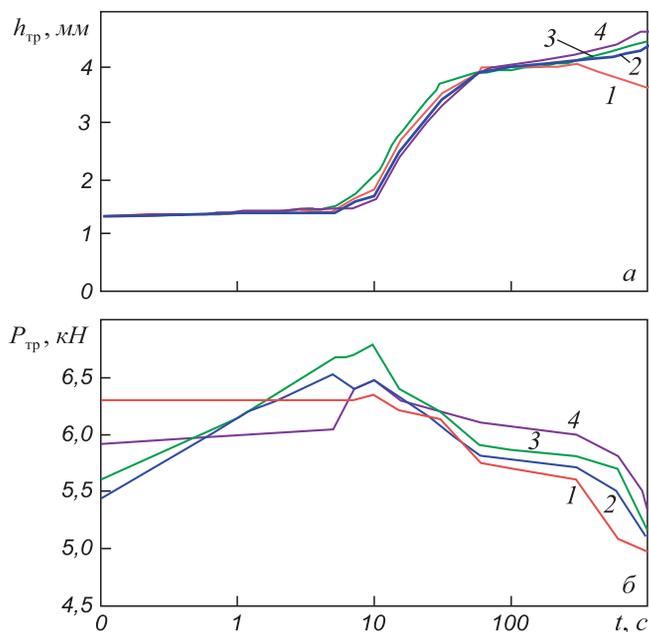


Рис. 3. Зависимость механических характеристик стали 30ХГСА от длительности изотермической выдержки при температуре бейнитного предпревращения: 1 – традиционная изотермическая закалка; 2, 3 и 4 – изотермическая закалка после двух-, трех- и четырехкратной закалки

следующее. Изотермические выдержки, соответствующие начальным фазам аустенитного предпревращения, сохраняют мартенситную структуру. Но в стали начинаются процессы первичной рекристаллизации с образованием новых зерен и процессы растворения карбидов. Кроме того, к рассматриваемому моменту времени уже происходит упорядочение нано- и мезодефектной структуры, снимаются критические степени искажения кристаллической решетки при сохранении высокой степени плотности дефектов. Рассматриваемая стадия сопровождается значительным повышением свойств пластичности (рис. 4) при сохранении достаточно высоких прочностных показателей. Следующая стадия – развитие аустенитного предпревращения: повышается диффузионная подвижность атомов, увеличивается активность границ зерен, продолжается первичная рекристаллизация, активно протекают процессы упорядоче-

Таблица 1

Влияние режимов изотермической закалки на механические свойства и ресурс режущего инструмента из стали P18

| Показатель | Значение показателя при закалке | | |
|--|---------------------------------|--|--|
| | непрерывной | изотермической с выдержкой в течение 5 мин | изотермической с выдержкой в течение 1 ч |
| σ_v , МПа | 1980 | 2868 | 2565 |
| HRC (при 640 °С) | 54 | 59 | 53 |
| Относительное изменение ресурса инструмента, % | – | 66,6 | –10,5 |
| Количество хрупкого разрушения инструмента, % | 25 | 0 | 0 |

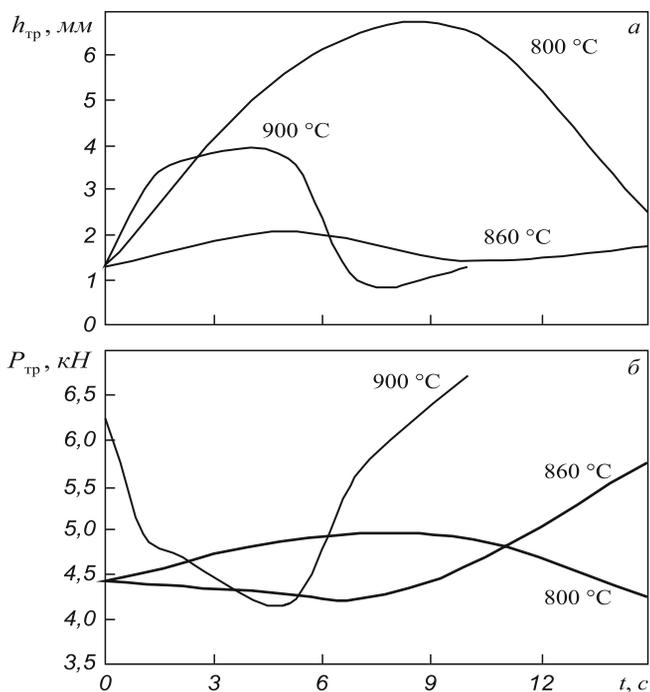


Рис. 4. Зависимость механических характеристик стали 30ХГСА от температурно-временных условий ее повторной аустенитизации

ния дефектной структуры, в особенности на границах зерен; и в результате полной многоуровневой релаксации дефектов на всех масштабных уровнях снижается концентрация дефектов. Кроме того, на этой стадии активно протекают процессы распада мартенсита. Эти процессы приводят к значительному росту характеристик пластичности и снижению прочности. Максимум характеристик пластичности и минимум показателей прочности приходится на окончание этого интервала, при этом степень разупрочнения материала превышает разупрочнение, получаемое при отпуске. Дальнейшее увеличение изотермической выдержки при повторной аустенитизации приводит к полиморфному аустенитно-му превращению [5].

Применение интенсивной пластической деформации на границе полиморфного превращения для титанового сплава ВТ20 приводит к раздроблению зерен, формированию направленной волокнисто-глобулярной структуры α-фазы, а также к одновременному повышению прочности и пластичности сплава (табл. 2) [6].

Выявленные эффекты вызваны следующим. Первой стадией полиморфного превращения считается «инкубационный период» или стадия предпревращения. На этой стадии получаемая металлом тепловая энергия ослабляет межатомные связи, готовит кристаллическую решетку к изменению, но диффузионные процессы еще не протекают и изменения типа кристаллической решетки не наблюдается. Наиболее известным проявлением этих процессов можно считать эффект субкритической сверхпластичности [1]. Известно, что дислокации создают вокруг себя поля упругих напряжений, благодаря которым происходит взаимодействие дисло-

каций между собой (дислокации одного знака отталкиваются, разных знаков – притягиваются). Благодаря ослаблению межатомных связей происходит повышение подвижности дислокаций. Дислокации под действием градиента их концентрации перераспределяются по объему кристалла; при этом, чем выше плотность дислокаций, тем больше суммарное значение их полей напряжений, и тем большие силы воздействуют на них. То есть процесс перераспределения плотности дефектов начинается и более активно протекает в областях с повышенной концентрацией дислокаций. В результате взаимодействия дислокаций они перераспределяются по объему зерен, обуславливая тем самым выравнивание плотности дефектов на наноуровне.

Исследуемые материалы предварительно подвергали фазовому или механическому наклепу, приводящему к максимальному повышению плотности дефектной структуры и, следовательно, к повышению прочности. Но в соответствии с положениями статистического металловедения распределение дефектов по объему материала описывается нормальным законом распределения: при «безопасной» средней плотности дефектов в объеме сплава в локальных нанозонах концентрация дислокаций превышает критическое значение; эти области фактически являются концентраторами напряжений и зародышами нанотрещин. Кроме того, исследуемые материалы после их предварительной обработки характеризуются высокими внутренними напряжениями. В результате повышается хрупкость эти сплавов, зачастую снижается предел прочности в зону упругой деформации.

Термическая обработка сплавов с границы фазового превращения обуславливает равномерное перераспределение дефектной структуры и залечивание нанотрещин с сохранением требуемой структуры металла и необходимой высокой плотности дислокаций. Следствием этого является сохранение максимальной прочности с одновременным повышением пластичности и вязкости

Т а б л и ц а 2

Механические характеристики титанового сплава ВТ20 после различных режимов их пластической деформации

| Режим формообразования | | Механические характеристики | | |
|------------------------|------|-----------------------------|-----------|---------------------|
| T, °C | t, c | σ _в , МПа | δ, % | угол изгиба, градус |
| Исходное состояние | | 1130/1100 | 11,0/10,0 | 51/45 |
| 920 | 98 | 1050/1040 | 16,3/16,5 | 45/48 |
| 960 | 126 | 1230/1190 | 15,0/16,0 | 45/57 |
| 995 | 176 | 1080/1060 | 13,0/13,0 | 49/51 |

П р и м е ч а н и е. В числителе и знаменателе приведены значения показателей для поверхности в окисленном и травленном состоянии (для исходного состояния – показатели в состоянии поставки и химического травления).

разрушения. Но при длительном протекании указанных процессов кроме упорядочения дефектной структуры происходит снижение плотности дислокаций за счет аннигиляции дислокаций разных знаков и выхода на границы зерен дислокаций одного знака, что приводит к резкому снижению прочностных характеристик. Кроме того, стадия предпревращения легко переходит в стадию непосредственно фазового превращения, скорость которого на начальном этапе резко возрастает.

Таким образом, эффективность использования фазовых предпревращений тесно связана с приближением условий термической обработки сплавов к границе фазового перехода. При этом переход за границу недопустим, так как приводит к процессам рекристаллизации сплава. Отдаление от границы в другую сторону резко снижает активность дислокаций и сводит на «нет» указанные эффекты упорядочения структурной неоднородности. Поэтому основным условием использования эффектов фазовых предпревращений является разработка методики точного определения условий полиморфной трансформации.

Основной сложностью разработки указанной методики является чувствительность условий фазового превращения к большому количеству факторов, в том числе к химическому составу сплава, его исходной структуре, температуре нагрева, скорости нагрева или охлаждения, к форме и размерам детали и т.д. Поэтому методы определения условий фазовых превращений, использующих лабораторные образцы (дилатометрический, дюриметрический, структурный и др.), в настоящей задаче не применимы. Магнитометрический метод в принципе позволяет проводить исследования непосредственно на обрабатываемой детали, но при температурах выше точки Кюри он также неприменим. Также известны методы определения фазовых превращений по изменению механических [9] и физических [10] свойств металла. Наиболее перспективным методом определения стадии полиморфного превращения следует считать

метод, основанный на регистрации и анализе сигналов акустической эмиссии, излучаемых деталью в процессе ее термической обработки. Результаты исследований на различных сталях и сплавах [11 – 13] показывают, что разные фазы характеризуются различными спектрами сигналов акустической эмиссии. Спектральные характеристики можно использовать в качестве «визитной карточки» присутствующих в сплаве фаз, сами фазовые превращения сопровождаются хорошо различимым изменением спектра сигналов (рис. 5) и изменением некоторых других характеристик акустико-эмиссионного излучения.

Выводы. Оптимизация дефектной структуры сталей и сплавов на наноуровне представляется важной и перспективной задачей современного материаловедения, позволяющей повысить надежность изделий за счет комплексного улучшения их механических свойств. Пластическая деформация и закалка являются эффективными инструментами управления дефектной структурой сплавов. Получаемая в результате традиционных режимов механической и термической обработки дефектная структура характеризуется значительной неравномерностью. Термическая обработка с использованием эффектов фазовых предпревращений позволяет упорядочить дефектную наноструктуру с сохранением высокой плотности дислокаций, обуславливая одновременное повышение прочности и пластичности. «Работа» в интервале фазовых превращений позволяет управлять дефектной структурой металлов в широких пределах. Для управления структурой и свойствами сталей и сплавов могут быть использованы как эффекты аустенитного, так и бейнитного предпревращения и превращения. Эффективность технологий термического упорядочения дефектной наноструктуры с использованием эффектов фазовых предпревращений зависит от степени приближения внешних условий к границе полиморфного перехода, что обуславливает необходимость разработки методов точного и оперативного

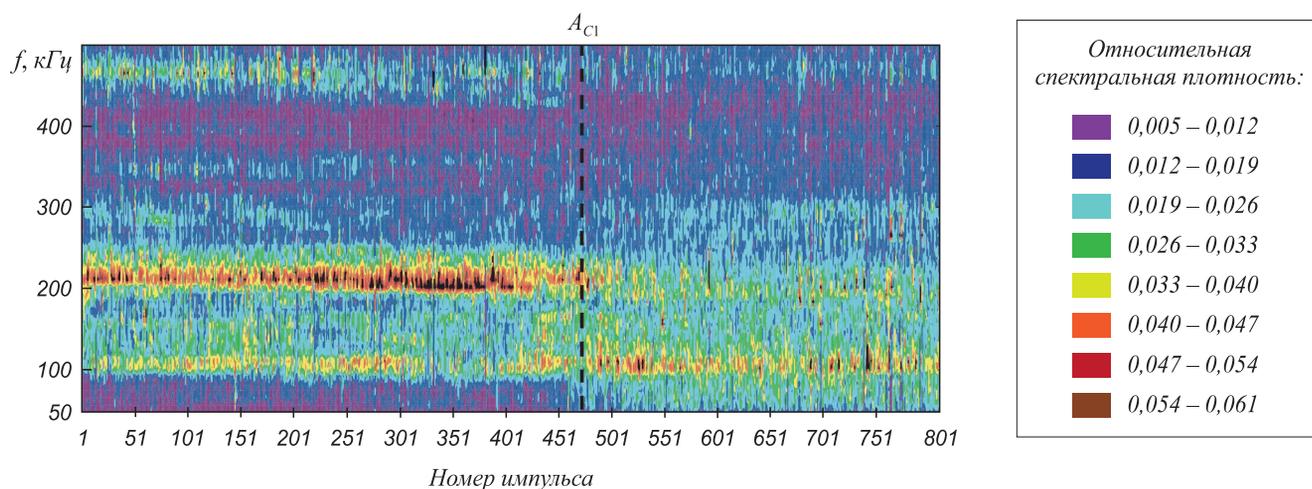


Рис. 5. Диаграмма относительной спектральной плотности сигналов акустической эмиссии во время исследования аустенитного превращения в стали 30ХГСА при нагреве

контроля кинетики процессов фазовой трансформации. Метод акустической эмиссии представляется перспективным инструментом контроля процессов полиморфного превращения.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Гуляев А.П. Металловедение. – М.: Металлургия, 1986. – 544 с.
2. Терентьев В.Ф. // МиТОМ. 2007. № 10. С. 21 – 28.
3. Муравьев В.И., Фролов А.В., Злыгостев А.М. и др. // Металлообработка. 2009. № 2. С. 50 – 57.
4. Муравьев В.И., Фролов А.В., Башков О.В. и др. // Фундаментальные и прикладные проблемы техники и технологии. 2011. № 6 – 3. С. 94 – 100.
5. Муравьев В.И., Фролов А.В., Башков О.В. и др. // Металлургия машиностроения. 2012. № 1. С. 32 – 36.
6. Муравьев В.И., Фролов А.В., Кузнецов А.А. и др. // Ползуновский альманах. 2010. № 1. С. 61 – 62.
7. Семашко Н.А., Муравьев В.И., Фролов А.В. и др. // Авиационная промышленность. 2004. № 2. С. 85 – 89.
8. Семашко Н.А., Фролов А.В., Муравьев В.И. и др. // Контроль. Диагностика. 2002. № 12. С. 24 – 27.
9. Муравьев В.И., Якимов А.В., Семашко Н.А., Фролов А.В. // Металлургия машиностроения. 2003. № 3. С. 10 – 12.
10. Семашко Н.А., Лановенко Е.В., Лановенко В.В. и др. // МиТОМ. 2002. № 2. С. 8, 9.
11. Муравьев В.И., Ким В.А., Фролов А.В. и др. // Заводская лаборатория. Диагностика материалов. 2010. № 1. С. 33 – 36.
12. Муравьев В.И., Ким В.А., Фролов А.В. и др. // Технология металлов. 2011. № 10. С. 24 – 32.
13. Муравьев В.И., Ким В.А., Дмитриев Э.А. и др. // Ученые записки КНАГТУ. 2010. № 1. С. 110 – 117.

© 2013 г. А.В. Фролов
Поступила 21 ноября 2012 г.

УДК 669.046:532.6

Г.В. Шляхова^{1,2}, С.А. Баранникова^{1,3,4}, Л.Б. Зуев^{1,3}

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск)

² Северский технологический институт НИЯУ МИФИ

³ Национальный исследовательский Томский государственный университет

⁴ Томский государственный архитектурно-строительный университет

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКТУРЫХ ЭЛЕМЕНТОВ КАБЕЛЯ ТЕХНИЧЕСКИХ СВЕРХПРОВОДНИКОВ Nb – Ti*

Аннотация. Методами атомно-силовой, электронной и оптической микроскопии исследована эволюция структуры на промежуточной стадии волочения при переходе к диам. 1,3 – 1,2 мм сверхпроводящего кабеля на основе сплава Nb – Ti, содержащего 47,5 % Ti (по массе) (63,7 % Ti (атом.)), который используется в качестве токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора. Исследованы микроструктура, фазовый состав и их влияние на свойства сверхпроводящего сплава Nb – Ti после холодного волочения и промежуточного отжига. Выявлены зоны локализации пластической деформации в местах обрывов сверхпроводника. Обнаружено изменение формы и химического состава волокон Nb – Ti в бездефектной области и в зоне разрыва кабеля. Выявлен диффузионный ниобиевый барьер вокруг волокон Nb – Ti, размещенных в медной матрице.

Ключевые слова: сверхпроводники, дефекты, микроструктура, локализация пластической деформации, волочение.

THE STUDY OF NANOSTRUCTURAL ELEMENTS OF SUPERCONDUCTIVE CABLE Nb – Ti

Abstract. Microstructural evolution in superconductive cable made of Nb + 47,5 % Ti alloy and drafted to obtain intermediate reduction from 1,3 to 1, 2 mm has been characterized using atomic force, optical and electron microscopies. This alloy is used for making current-carrying elements in the magnetic system of International Thermonuclear Experimental Reactor. The microstructure and phase composition have been examined as well as the effect they have on the properties of superconductive Nb – Ti alloy after cold drawing and intermediate annealing. Strain localization zones in the fractured zones of the cable have been revealed. The changes in chemical composition and shape of Nb – Ti wires in defect-free break zones have been detected. It has been found out that a diffusion Nb barrier is formed in the copper binder surrounding the Nb – Ti wire.

Keywords: superconductors, defects, microstructure, plastic deformation localization, cold drawing.

Среди различных сверхпроводящих материалов [1] сплав Nb – Ti, используемый для изготовления токонесущих элементов в магнитной системе Международного термоядерного экспериментального реактора,

занимает особое положение. Конструкция сверхпроводящего кабеля состоит из нескольких тысяч сверхпроводящих жил диам. 2 – 5 мкм, фиксируемых медной матрицей [2]. К таким кабелям предъявляются высокие требования; наиболее важными являются величина и стабильность критических параметров, стабильность токовых характеристик, безобрывность сверхпроводя-

* Работа выполнена при частичной поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований по проекту 11-08-00237-а.