

Учреждение Российской академии наук
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН

На правах рукописи

Просвирнин Дмитрий Викторович

**ОСОБЕННОСТИ УСТАЛОСТНОГО РАЗРУШЕНИЯ
СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ
МАТЕРИАЛОВ**

Специальность 05.16.01.

«Металловедение и термическая обработка металлов»

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук



Москва - 2010 г.

Работа выполнена в Учреждении Российской академии наук
Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН.

Научный руководитель:

доктор технических наук,
профессор

Терентьев Владимир Федорович

Официальные оппоненты:

доктор технических наук,
профессор

Столяров Владимир Владимирович

доктор технических наук,
профессор

Рохлин Лазарь Леонович

Ведущие организации:

ИМФМ им. Г.В. Курдюмова
ФГУП ЦНИИЧМ им. И.П. Бардина

Защита состоится "03" июня 2010 г. в 14.00 на заседании Диссертационного совета Д.002.060.01 в Учреждении Российской академии наук Институте металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН по адресу: 119991, ГСП-1, Москва, Ленинский проспект, д. 49.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке
Учреждения Российской академии наук
Института металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН
Справки по телефону (499) 135-44-91

Автореферат разослан "28" апреля 2010г.

Ученый секретарь
диссертационного Совета

доктор технических наук, профессор



Блинов В.М.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. В настоящее время технологии интенсивной пластической деформации (ИПД) (равноканальное угловое прессование – РКУП, кручение под высоким гидростатическим давлением - КГД, и др.) позволяют получать металлические наноматериалы (НМ) с размером зерна менее 100 нм и субмикроструктурные (СМК) материалы с размером зерна 100 – 1000 нм.

В большинстве случаев после интенсивной пластической деформации металлических материалов статические механические свойства значительно возрастают. Однако, поведение СМК материалов в условиях циклического деформирования вызывает большой интерес, как в теоретическом, так и в практическом аспектах, поскольку часто не наблюдается однозначной зависимости между высокими механическими свойствами при статическом деформировании этих материалов и характеристиками усталости. Это связано с тем, что после интенсивной пластической деформации структура металлических материалов находится в метастабильном состоянии. В результате длительного циклического деформирования в таких материалах могут проходить процессы динамического возврата, динамической рекристаллизации, а также фазовые превращения. В связи с этим, характеристики сопротивления усталости чувствительны к структурному состоянию металлических материалов и его стабильности под длительным действием циклических нагрузок. Проведение испытаний на усталость позволяет более надежно выбрать оптимальные режимы ИПД и последующей термомеханической обработки для получения необходимых эксплуатационных свойств СМК материалов. Многие СМК металлические материалы могут быть использованы как конструкционные материалы (например, болтовые соединения из титана, нержавеющей стали, сплавов никеля), а также в качестве медицинских имплантатов в травматологии, ортопедии и стоматологии (например, протезы из титана, сплавов циркония и др.). Кроме биосовместимости такие материалы должны обладать высокими механическими свойствами, особенно под действием циклических нагрузок. Поэтому, перед использованием в практических целях СМК металлических материалов с уникальными прочностными характеристиками, полученными при статическом деформировании, необходимо в обязательном порядке проводить исследования циклической прочности, изучая особенности их усталостного разрушения.

В настоящее время имеется достаточно много работ по исследованию механических свойств СМК металлических материалов. Однако многие вопросы остаются малоизученными, такие как связь статических механических свойств с характеристиками циклического деформирования, а также особенности механизмов усталостного разрушения этих материалов.

Цель и задачи работы. Исследование связи между статическими механическими свойствами и характеристиками усталостной прочности, и установление особенностей механизмов распространения усталостных трещин в СМК металлах и сплавах. Для достижения цели были поставлены и решены следующие задачи:

1. Разработать методику проведения многоцикловых испытаний СМК металлических материалов на образцах малого размера, полученных РКУП и прессованием нанопорошка.
2. Получить экспериментальные данные по статическим механическим свойствам и усталостным характеристикам СМК металлических материалов с разным типом кристаллической решетки (нержавеющая аустенитная сталь X18H10T, никель, титан BT1-00, сплав циркония Zr – 2,5Nb, магниевый сплав MA2-1).
3. Провести систематическое изучение особенностей механизмов усталостного разрушения исследованных СМК металлических материалов с использованием растровой электронной микроскопии.
4. Рассмотреть возможности и предложить рекомендации практического применения СМК металлических материалов с учетом их статических и усталостных механических характеристик.

Научная новизна.

1. По единой методике испытаний мелкомасштабных образцов, изучены особенности усталостного разрушения широкого круга СМК металлических материалов, полученных методом РКУП и прессованием нанопорошка (нержавеющая аустенитная сталь X18H10T, никель, титан BT1-00, сплав циркония Zr – 2,5Nb, магниевый сплав MA2-1).
2. Показано, что в большинстве случаев усталостная прочность СМК металлических материалов, также как и их статическая прочность, могут быть существенно выше, по сравнению с характеристиками обычных крупнозернистых материалов, однако уровень повышения усталостных свойств ниже, чем уровень повышения прочностных статических характеристик.
3. Впервые обнаружено обратное мартенситное превращение в СМК аустенитной нержавеющей стали X18H10T, подвергнутой циклическому нагружению в области напряжений, близких к пределу выносливости, в то время как при высоких циклических нагрузках происходит увеличение количества мартенситной фазы.
4. Выявлено, что ИПД, в случае магниевого сплава MA2-1, позволяет повысить низкотемпературную деформируемость, без снижения уровня предела выносливости.
5. Систематические фрактографические исследования особенностей распространения усталостных трещин в СМК материалах показали, что в отличие от обычных крупнозернистых материалов, у которых усталостное разрушение проходит с образованием пластичного бороздчатого рельефа, у СМК материалов чаще всего наблюдается межзеренное разрушение, а также разрушение с формированием хрупкого бороздчатого рельефа и вторичного растрескивания вдоль бороздок.

Практическая значимость

1. Показано, что при практическом использовании СМК аустенитных нержавеющей сталей следует учитывать эффект обратного мартенситного превращения, который наблюдается при циклических напряжениях близких к пределу выносливости.
2. Результаты диссертационной работы используются при чтении курса лекций «Особенности строения наноматериалов» в Московском государственном техническом университете им. Н.Э.Баумана.
3. Показано, что СМК циркониевый сплав Zr-2,5Nb, наряду с титаном, по своим статическим и усталостным механическим характеристикам являются перспективными материалами для биоимплантатов.
4. Полученные результаты по повышению циклической прочности СМК металлических материалов нашли применение в ООО «ЭНДОСЕРВИС» при разработке перспективных технологий изготовления эндопротезов тазобедренного сустава, а также в ООО «Техник С» и ОАО «Автоспецоборудование» для производства изделий по профилю предприятий (ответственный крепеж).

Апробация работы. Основные результаты работы были доложены и обсуждены на:

1. I Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов DFMN-2006», г. Москва, 13-16 ноября, 2006 г;
2. IX Российско-Китайском симпозиуме «Новые материалы и технологии», г. Астрахань, 19-22 сентября, 2007 г;
3. IV Евразийской научно-практической конференции «Прочность неоднородных структур», г. Москва, 08-10 апреля, 2008 г;
4. II второй международной конференции «Деформация и разрушение материалов» DFMN-2007, г. Москва, 08-11 октября, 2007 г;
5. IV, V и VI Российских ежегодных конференциях молодых научных сотрудников и аспирантов, г. Москва, 2007, 2008, 2009 гг;
6. VI Всероссийской школе-конференции «Нелинейные процессы и проблемы самоорганизации в современном материаловедении (Индустрия наносистем и материалы)» г. Воронеж, 14-20 октября, 2007 г;
7. I Международной научной конференции «Наноструктурные материалы» НАНО-2008, г. Минск, 22-25 апреля, 2008 г;
8. III Международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов DFMN-2009», Москва, 12-15 октября, 2009 г;
9. II International symposium «Bulk nanostructured materials: from fundamentals to innovations» BNM2009 – Ufa – 22-26 September, 2009;
10. Бернштейновские Чтения по термомеханической обработке металлических материалов, Москва, МИСиС 27-29 октября, 2009 г.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 13 печатных работ, в том числе 4 статьи в рецензируемых журналах. Описания основных результатов, полученных в диссертации, включены в научные отчеты по проектам РФФИ № 06-08-00704а, программы РАН ОХНМ-03.

Объем работы. Диссертация состоит из введения, шести глав, общих выводов, списка литературы. Работа изложена на 138 странице машинописного текста, содержит 90 рисунков, 6 таблиц, список литературы из 103 наименований и 5 приложений.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении отмечена актуальность работы по изучению механизмов усталостного разрушения СМК металлических материалов, сформулированы цели и поставлены задачи, которые необходимо решить, показана научная новизна и практическая значимость исследований.

В первой главе дан аналитический обзор отечественной и зарубежной литературы, который содержит изложение современных представлений о закономерностях поведения СМК металлических материалов при усталости. Рассмотрены различные методы получения металлов и сплавов с СМК структурой. Описаны механические характеристики, механизмы деформации и разрушения при циклическом нагружении СМК и нанокристаллических металлических материалов. Показано, что выбор режимов ИПД и последующей термомеханической обработки позволяет получать оптимальные эксплуатационные свойства СМК материалов. Проведен сравнительный анализ усталостной прочности наиболее перспективных металлических СМК металлических материалов. Из анализа литературных данных сделан вывод, что на характеристики усталостной прочности СМК металлических материалов влияет много факторов: исходное структурное состояние материала, режимы обработки (например, для РКУП: маршруты, количество проходов, температура деформирования, последующая термомеханическая обработка), условия эксплуатации и т.д. Кроме того, влияют такие сугубо специфические факторы, связанные с длительным циклическим деформированием: процессы динамического возврата, динамической рекристаллизации и фазовых превращений, асимметрия цикла нагружения, вид усталостного нагружения, частота циклического деформирования и др.

Во второй главе описаны методы исследований, применяемых для решения поставленных задач:

Заготовки образцов сплавов вырезали на ультразвуковой установке ULTRASONIC DISC CUTTER (Gatan, USA) и подвергали их механической шлифовке.

Определение механических характеристик при статическом растяжении исследуемых материалов было проведено на электромеханической испытательной

10-тонной машине INSTRON 3382, со скоростью испытаний не более 1мм/мин, и точностью подсчета данных не менее 10 точек/сек.

Усталостные испытания проводились на сервогидравлической 10-тонной усталостной машине INSTRON 8801 и электромеханическом пульсаторе INSTRON ElectroPuls E3000. Испытания проводились в условиях повторного растяжения с постоянной частотой 30 Гц и постоянным минимальным напряжением - 30 МПа. Частота сбора данных не менее 3кГц.

Определение микротвердости проводилось на микротвердомере Wolpert Group Micro-Vickers, при нагрузке 100гр. и выдержкой 10сек.

Поверхностные усталостные повреждения, а также скорость роста динамической трещины были изучены с помощью микроскопа Neofot-30.

Металлографическое исследование структуры материалов проводились на оптическом микроскопе с цифровой обработкой изображения Carl Zeiss Axiovert 40 MAT

Микроструктуру и морфологию неметаллических включений исследовали на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss LEO 430i, снабженном приставкой для микрорентгеноспектрального анализа.

Для анализа фазовых превращений в процессе циклического деформирования на дифрактометре ДРОН - УМ1 (Со К α - излучение) на некоторых образцах после испытаний на усталость определялась объемная доля мартенситной фазы. Обработка экспериментальных данных производилась по комплексу КО - ИМЕТ. Качественный и количественный анализ осуществлялся с помощью программы XRAYAN и Базы данных PDF (POWDER DIFFRACTION FILE).

В третьей главе изложены результаты исследований по влиянию РКУП на усталостную прочность аустенитной нержавеющей стали X18H10T.

Заготовки из стали X18H10T (0,07C; 17,3Cr; 9,2Ni; 0,2Cu; 0,7Ti, 0,8Si; 1,4Mn; 0,003S; 0,003P, вес. %) диаметром 22 мм выдерживали при температуре 1050⁰C (1 час) и охлаждали на воздухе (исходное состояние) и затем подвергали РКУП (4 прохода: один проход с углом пересечения каналов 90⁰ и 3 прохода с углом 120⁰). Из полученных заготовок были изготовлены плоские образцы с рабочим сечением 1 x 7 мм² и длиной рабочей части 15 мм, которые использовались для статических и усталостных испытаний.

В исходном состоянии в структуре стали содержалось 95% аустенита с размером зерен ~25мкм и 5% δ - феррита (рис. 1, а). После РКУП наблюдается вытянутая в направлении оси образца зеренная структура (рис. 1, б). Структура внутри зерна представляет собой ориентированную субструктуру с размером ориентированных структурных элементов в пределах от 100 до 250 нм. В процессе РКУП в материале произошло фазовое превращение, в результате которого количество магнитной фазы после 4 –х проходов РКУП увеличилось до 45% за счет образования α - мартенсита (рис.1, в). Таким образом, после РКУП сталь стала двухфазной.

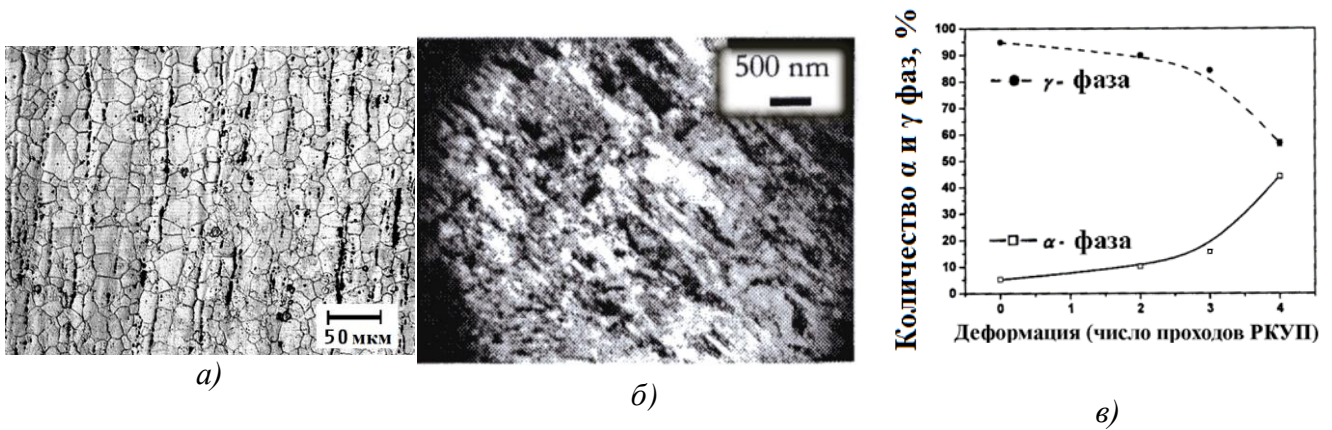


Рис. 1. Структура стали X18N10T в исходном состоянии (а), после 4 – х проходов РКУП (б) и количество α и γ фаз у стали в зависимости от числа проходов РКУП (в)

При статическом растяжении были получены следующие механические свойства: таблица 1.

Таблица 1

| Механические статические свойства X18N10T | | | | |
|---|---------------------------------------|--|------------------------------------|--------------------|
| № п/п | Относительное удлинение, δ , % | Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ (МПа) | Предел прочности, σ_B (МПа) | Примечание |
| 1 | 83,59 | 233 | 571 | Исходное состояние |
| 2 | 12,69 | 992 | 1138 | после РКУП |

Таким образом, после РКУП предел прочности возрастает в два раза по сравнению с исходным состоянием, однако резко падает пластичность. На (рис.2, а) представлены кривые усталости нержавеющей стали в исходном состоянии и после РКУП. Изменение количества магнитной фазы в процессе циклического деформирования у исследованных серий образцов рассмотрено на рис.2, б.

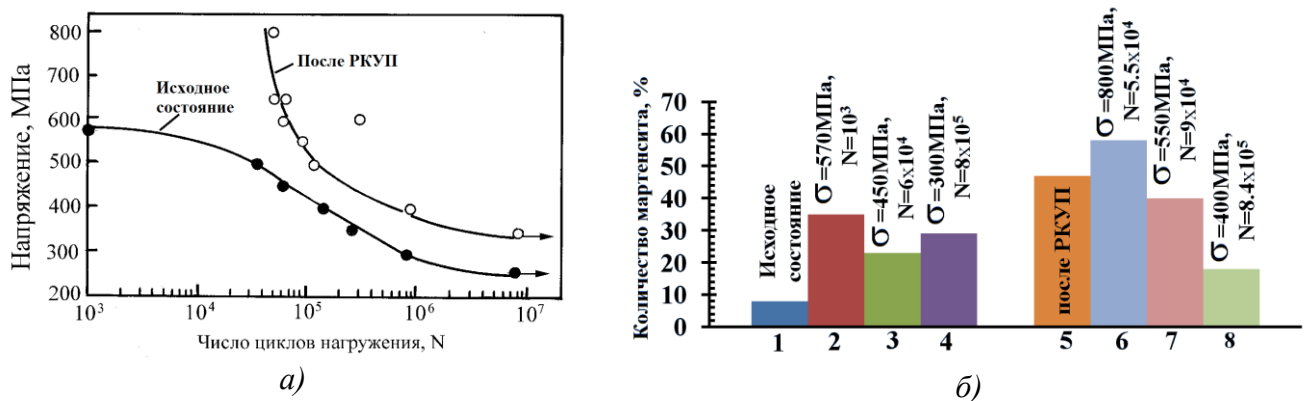


Рис. 2. а - Кривые усталости стали X18N10T; б - количество магнитной фазы в структуре до и после циклического деформирования: 1-4 – исходное состояние; 5-8 – после РКУП;

Установлено, что долговечность стали X18N10T после РКУП в интервале напряжений от 350 до 800 МПа значительно превышает долговечность аустенитной стали в исходном состоянии. Предел выносливости σ_R на базе 9×10^6 циклов также выше у стали с СМК структурой и составляет 420 МПа, т.е. увеличивается по сравнению с исходным состоянием на 30%.

Результаты рентгеноструктурного анализа показали, что после испытания на усталость исходных образцов стали X18H10T (рис. 2, б) количество магнитной фазы возросло с 5 до 35% при максимальном усталостном напряжении 570 МПа за счет образования мартенситной фазы в процессе циклического деформирования. В образцах после РКУП (рис. 2, б) исходное содержание магнитной фазы составляло 45%. Испытания в условиях усталости, при максимальном напряжении 800 МПа, привели к дополнительному увеличению магнитной фазы до 54%. Однако деформирование при значительно меньшем циклическом напряжении 400 МПа, близком к пределу выносливости, привело к обратной картине: количество магнитной фазы снизилось с 45 до 15%. Это связано с обратным мартенситным превращением, происходящим в чисто упругой области при длительных циклических нагрузках в метастабильной структуре после РКУП. Эффект обратного мартенситного превращения, по-видимому, связан с понижением температуры мартенситного превращения СМК структуры в условиях многоциклового деформирования на пределе выносливости в упругой области.

На рис. 3 представлены фрактографические картины усталостного разрушения исходных образцов. Зарождение и начальная стадия развития трещины происходили с вязким характером разрушения по смешанным модам (рис. 3, а). На стадии стабильного распространения усталостной трещины наблюдается развитый вязкий рельеф с типичными усталостными бороздками. Расстояние между бороздками составляет $\sim 0,5$ мкм (рис. 3, б).

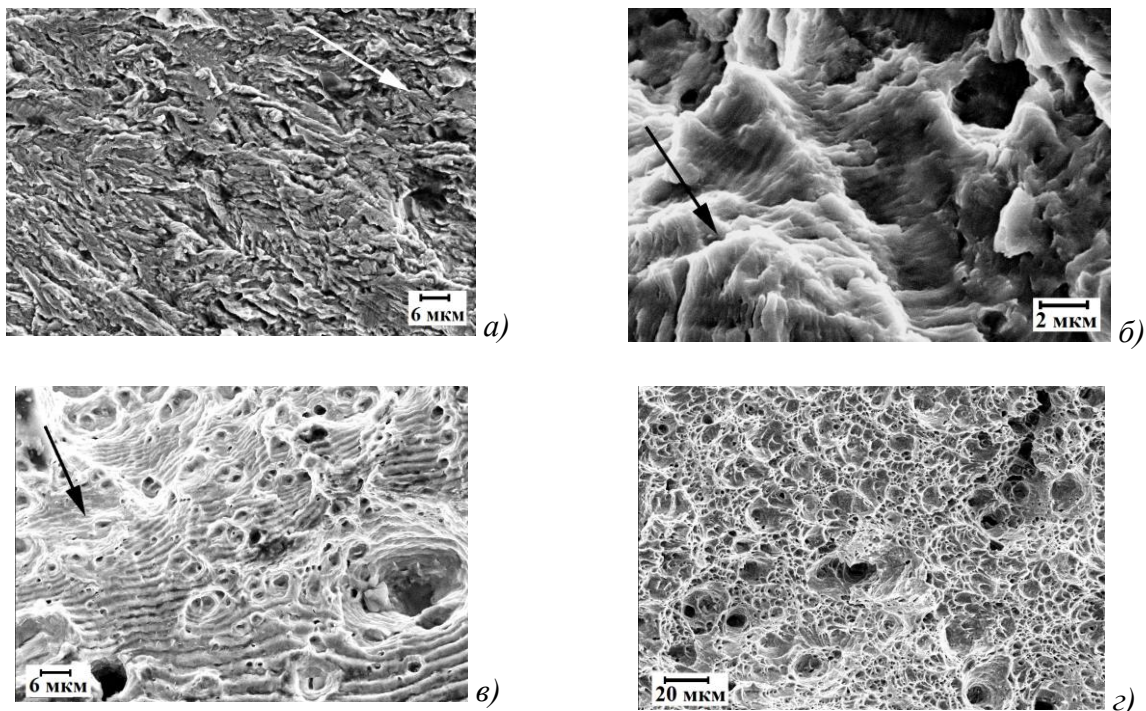


Рис. 3. Фрактограммы поверхности усталостного разрушения стали X18H10T в исходном состоянии:

а – зона зарождения трещины; б – зона вязкого стабильного распространения трещины; в – зона ускоренного распространения трещины; г – зона вязкого статического долома (а, б - напряжение : $\sigma_{\max} = 300$ МПа, число циклов до разрушения $N = 3,5 \times 10^6$ циклов; в, г - напряжение : $\sigma_{\max} = 570$ МПа, число циклов до разрушения $N = 3,5 \times 10^4$, стрелками указано направление роста трещины).

Характер разрушения на стадии ускоренного развития трещины, при низком и высоком уровнях напряжений, связан с вязким бороздчатым рельефом, однако в случае высокого напряжения ($\sigma_{\max} = 570\text{МПа}$) на этой стадии наблюдается смешанный характер разрушения (рис. 3, в): усталостный бороздчатый и вязкий ямочный, характерный для вязкого статического долома (рис. 3, г).

Особенности усталостного разрушения образцов после РКУП связаны с тем, что на начальной стадии распространения усталостной трещины поверхностный рельеф разрушения более плоский (рис. 4, а), а бороздки развиваются по квазивязкому характеру с наличием большого числа микротрещин между отдельными бороздками (рис. 4, б). Стадия ускоренного развития усталостной трещины носит скачкообразный характер: зоны с вязким ямочным разрушением (области А на рис. 4, в) чередуются с зонами типичного бороздчатого усталостного разрушения (области Б на рис. 4, в). В работе (Forsyth P.J.E. Metals Technol., 1978, v.5, № 10, 351 – 357) показано, что скачки трещины происходят при достижении критического распределения энергии разрушения вдоль фронта трещины при условии соблюдения постоянного отношения $\sqrt{a/l}$ (а – глубина трещины, l – длина фронта трещины). Возможно скачкообразный рост трещины связан с двухфазным составом стали.

Результаты исследований, полученные в третьей главе показывают, что технология РКУП позволяет существенно повысить статические механические свойства и характеристики циклической прочности для стали X18H10T. Важным результатом также является то, что при практическом использовании данного сплава с СМК структурой, необходимо учитывать возможные фазовые превращения.

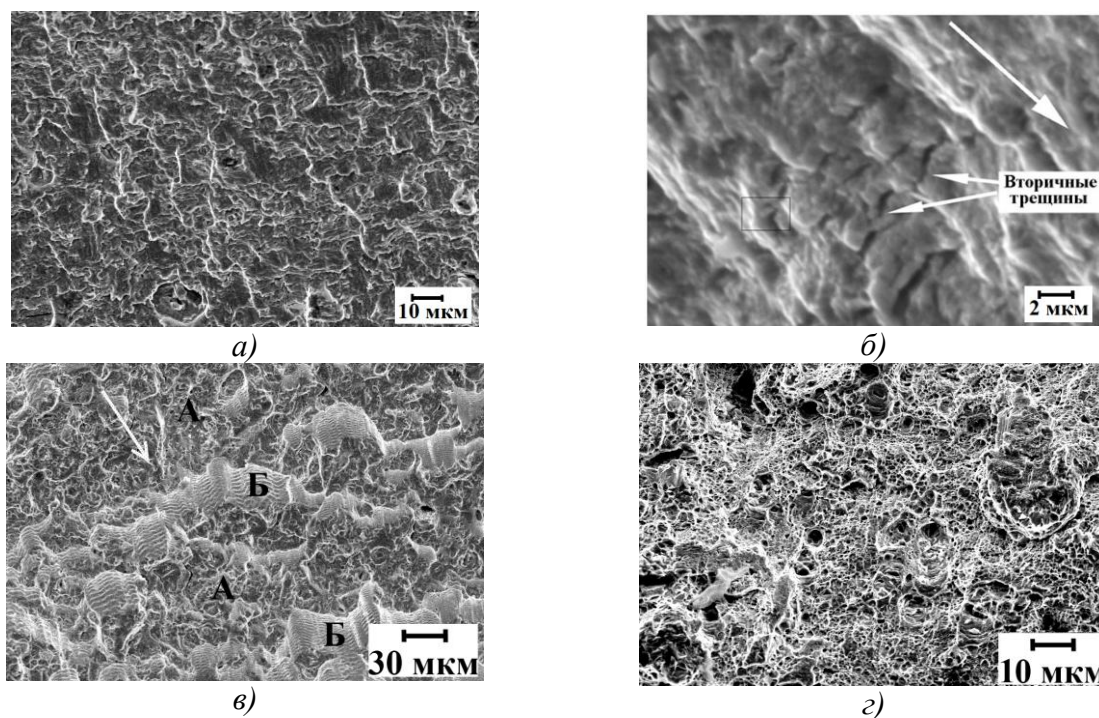


Рис. 4. Фрактограммы поверхности усталостного разрушения стали X18H10T после РКУП: а – зона зарождения трещины; б - зона стабильного распространения трещины; в – зона ускоренного распространения трещины; г – зона вязкого статического долома ($\sigma_{\max} 400\text{ МПа}$, $N = 8,4 \times 10^5$, стрелками указано направление роста трещины)

В четвертой главе.*) исследованы механические статические и усталостные свойства СМК титана и сплава циркония Zr – 2,5Nb, прошедших деформационную обработку методом РКУП. Оба материала имеют ГПУ-кристаллическую решётку и низкую гомологическую температуру T_h (отношение комнатной температуры к температуре плавления) $T_{h Ti}=0,012$, $T_{h Zr.}=0,011$. Эти материалы в исходном состоянии имеют достаточно высокий предел прочности ~ 550 МПа. Кроме широкого использования в качестве конструкционных материалов, являются перспективными материалами для биоимплантатов.

Титан.

В качестве исходного материала для исследований использовали технически чистый титан ВТ1–00 Верхнесалдинского металлургического производственного объединения (ВСМПО). Содержание примесей по ASTM B265 ($<0,20\text{Fe}$; $<0,08\text{Si}$; $<0,10\text{O}_2$; $<0,04\text{N}_2$; $<0,008\text{H}_2$, вес. %). Для снятия наклепа и внутренних напряжений заготовки под РКУ прессование предварительно отжигались при температуре 560°C (выдержка 2 ч, охлаждение с печью).

РКУ прессование осуществлялось в 6 проходов в изотермических условиях при температуре ниже температуры рекристаллизации титана (не выше 420°C). Поверхность плоских образцов, с размером рабочей части $1 \times 3,5 \times 17$ мм, полученных из заготовок после РКУП размером $20 \times 20 \times 90$ мм, подвергали механической полировке.

Микроструктура в исходном состоянии титана ВТ1 – 00, состоит из равноосных зерен со средним размером 15 мкм (рис. 5, а). Структура после РКУП представляла собой зеренно - субзеренную, но преимущественно субмикроструктуру с размером структурных элементов 50 - 300 нм (рис. 5, б). Структура имеет несколько ориентированный характер, что является следствием формирования вытянутых субзерен на стадии неустановившейся полигонизации. Трансформация ориентированной субзеренной структуры в равноосную зеренную происходит за счет пересечения двух систем структурных элементов (субзерна, полосы деформации) или образованием дислокационных переемычек в ориентированных структурных элементах с последующей коалесценцией и «скруглением» субзерен. О наличии большеугловых границ, т.е. зеренной структуры, судили по наличию кольцевой электронограммы с точечными рефлексами (рис.5 б) и полосчатому контрасту на границах.

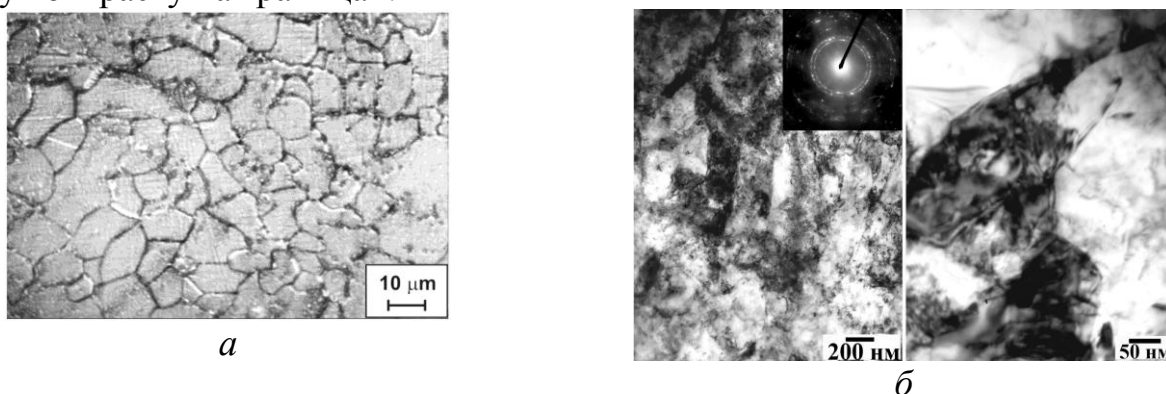


Рис. 5. Структура титана ВТ-00 а - в исходном состоянии; б - после РКУП

* РКУП проведено к.т.н. В.И. Копыловым

В исходном состоянии были получены следующие механические свойства: таблица 2, рис. 6, а. После РКУП значительно возрос предел прочности, предел текучести увеличился более чем в 2 раза, однако пластичность уменьшилась в два раза.

В результате проведения РКУП предел выносливости возрос на 41%, по сравнению с исходным состоянием, а ограниченная долговечность на сравнимых уровнях напряжений увеличилась более чем на порядок. Отношение предела выносливости к пределу прочности σ_R / σ_B после РКУП составляет 0,51, а для исходного состояния это отношение – 0,60. Таким образом, уровень повышения статических механических свойств после РКУП больше, чем уровень улучшения характеристик усталостной прочности.

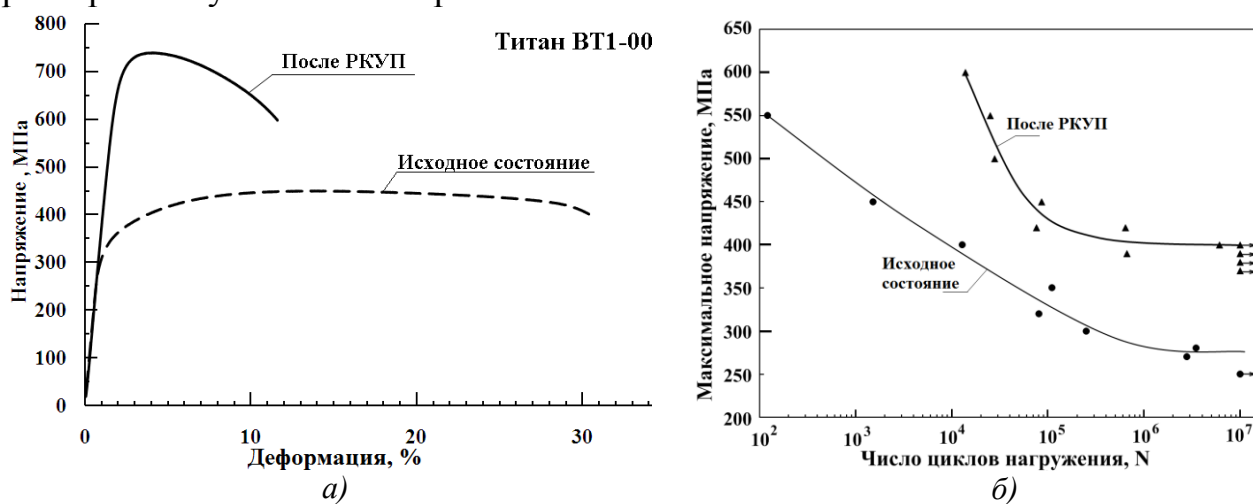
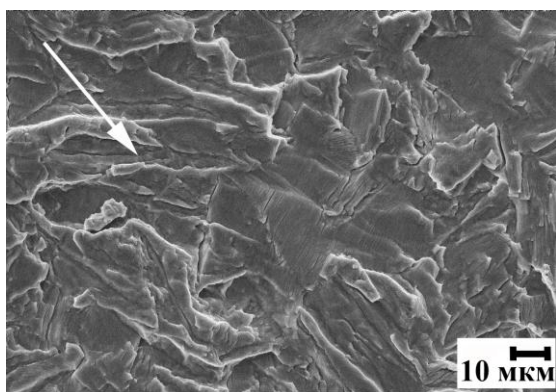


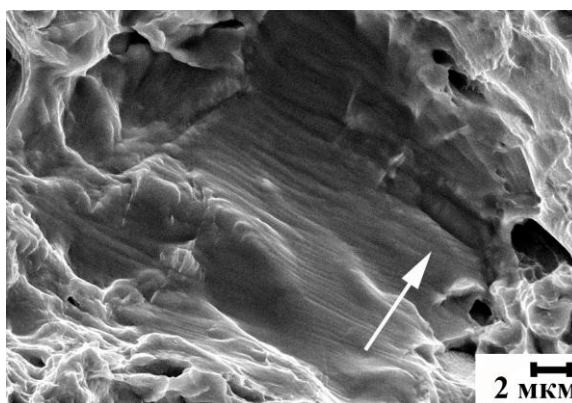
Рис. 6.

а - Кривые статического растяжения титана VT1-00 в различном структурном состоянии;
б - кривые усталости титана VT1-00 в различном структурном состоянии.

Фрактографические исследования усталостной зоны разрушения титана VT1-00 в исходном состоянии показали, что трещина в области стабильного роста развивалась с довольно плоским блочным рельефом поверхности, с типичными усталостными бороздками (рис. 7, а, в). Ускоренный рост усталостной трещины носит смешанный характер: области вязкого ямочного разрушения чередуются с областями бороздчатого рельефа (рис. 7, б). Статический долом – типичное вязкое ямочное разрушения с размером ямок 10 – 20 мкм (рис. 7, г).



а)



б)

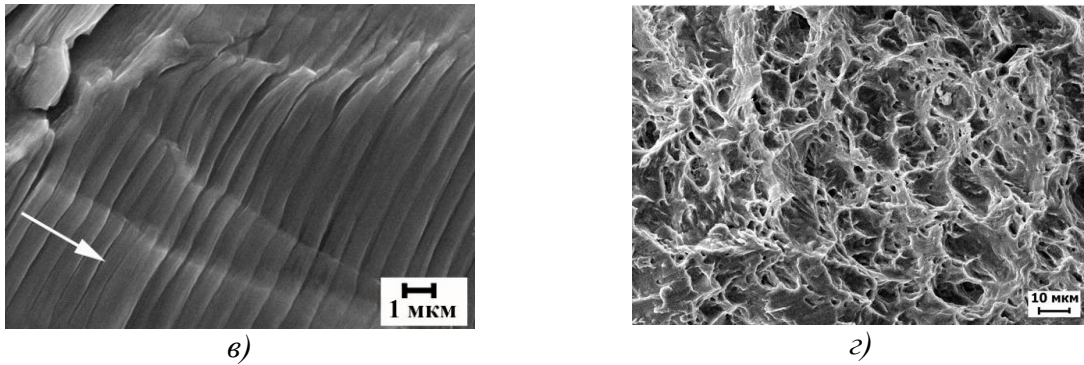


Рис. 7. Фрактограммы поверхности усталостного разрушения образца технического чистого титана ВТ1-00 в исходном состоянии (напряжение : $\sigma_{\max} = 280\text{МПа}$, $N = 3,5 \times 10^6$, стрелками указано направление роста трещины)

На стадии стабильного роста трещины, в образцах титана ВТ1-00 после РКУП, наблюдается квазихрупкий, нерегулярный макробороздчатый рельеф, со средним размером между бороздками $\sim 4 - 6 \text{ мкм}$, напоминающий чешуйчатый, (рис. 8, а). Однако в локальных объемах металла наблюдаются типичные усталостные микробороздки с расстоянием между ними меньше 1 мкм (рис. 8, б). Ускоренный рост усталостной трещины характеризуется переходом от чешуйчатого рельефа к вязкому ямочному (рис. 8, в). Статический долом – типичное вязкое ямочное разрушение с размером ямок $\sim 5 \text{ мкм}$, т.е. более чем в два раза меньшим, чем у исходных образцов (рис. 8, г).

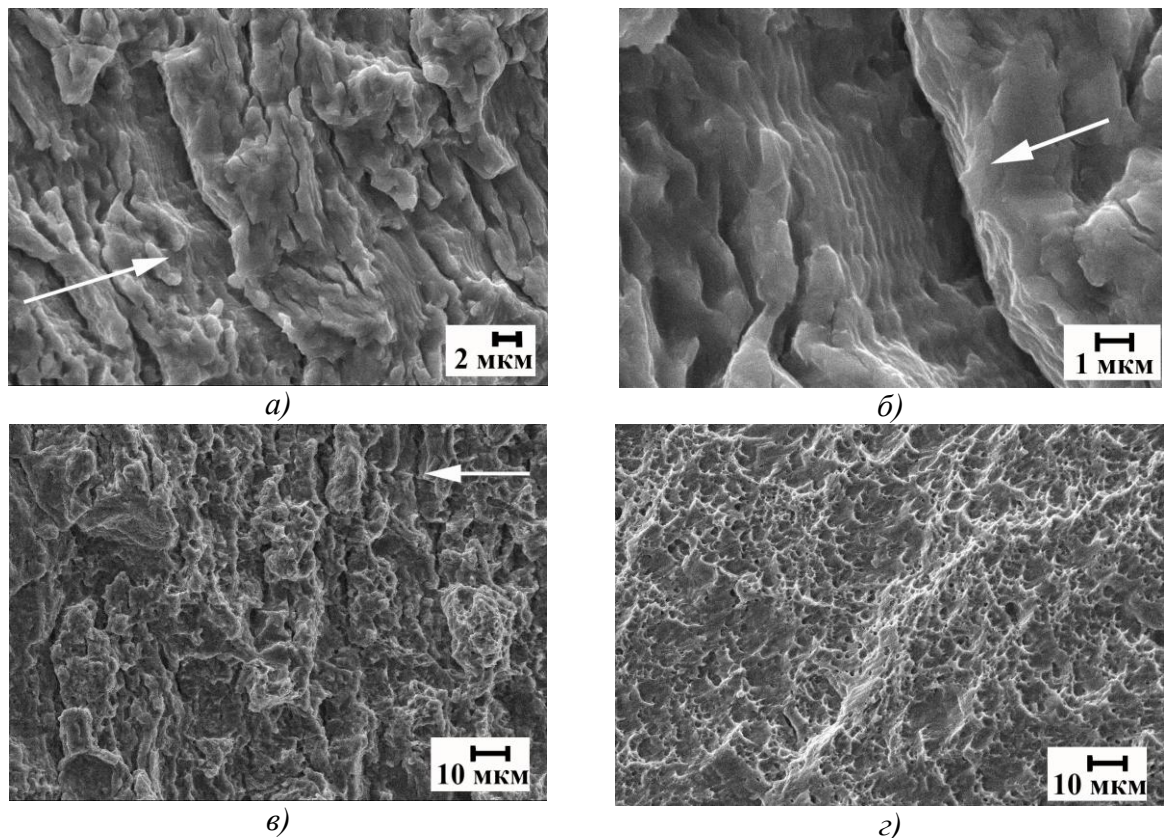


Рис. 8. Фрактограммы поверхности усталостного разрушения образца титана ВТ1-00 после РКУП ($\sigma_{\max} = 400\text{МПа}$, $N = 6,1 \times 10^6$, стрелками указано направление роста трещины)

Сплав Zr – 2,5Nb.

Цирконий и его сплавы, в отличие от титана, еще не используются в качестве биоимплантатов из-за низкой прочности, хотя обладают лучшей биосовместимостью. Поэтому очень важно сопоставить статические и усталостные механические характеристики этих двух материалов после ИПД. В качестве материала для исследования выбран сплав Zr-2,5%Nb (Zr-97,25; Nb-2,7; Fe-0,05, вес %). Его твердость в исходном состоянии после холодной прокатки и отжига 530°C (1 час) составляет $HV = 1650$ МПа. Исходный материал после отжига имеет размер зерна 3–6 мкм (рис. 9, а). Заготовки для РКУ прессования имели размер 14x14 мм. После РКУП размер зерна составлял – 200 – 300 нм. Характерная дислокационная структура представлена на рис. 9, б). Субмикроструктурная структура сплава Zr - 2,5%Nb после РКУП по своему характеру схожа со структурой титана ВТ1–00, но более однородна и несколько менее ориентирована, при том, что степень деформации при РКУП титана ВТ1 – 00 была больше, чем при РКУП сплава Zr - 2,5%Nb. Количественные параметры структуры в обоих материалах примерно одинаковы.

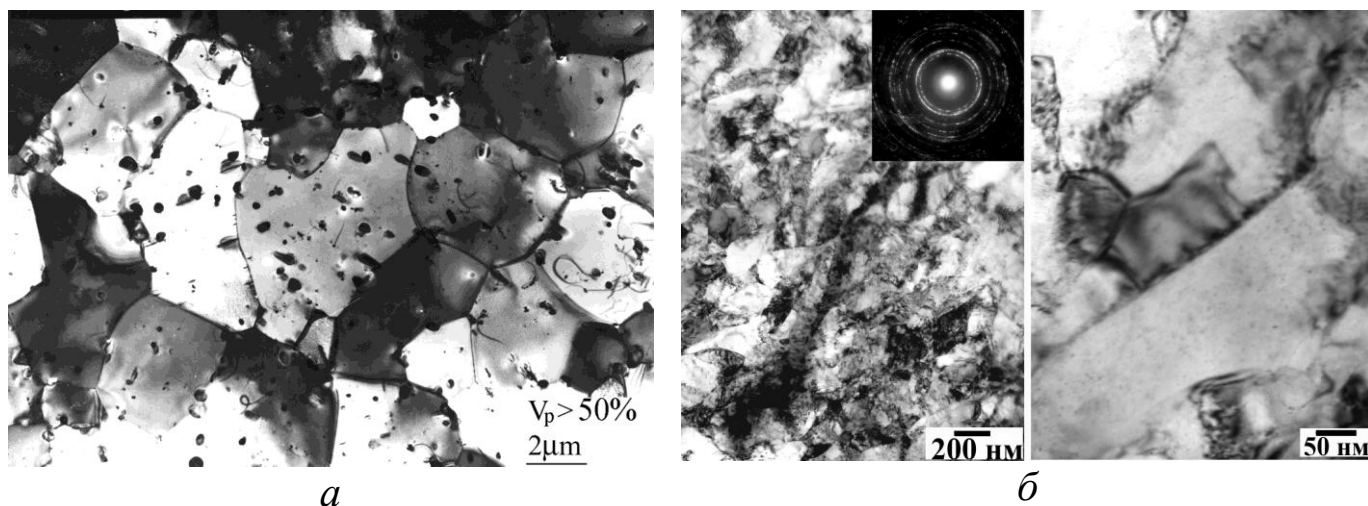


Рис. 9. Структура сплава Zr – 2,5Nb в исходном состоянии (а) и после РКУП (б)

Из заготовок, полученных после РКУП, в продольном направлении вырезали плоские образцы с размером рабочей части 3x1x15мм и подвергали их механической полировке.

На рис. 10 приведены кривые статического растяжения сплава до и после РКУП. Прочностные характеристики сплава Zr-2,5%Nb после РКУП значительно повышаются по сравнению с исходным состоянием: предел прочности σ_B в исходном состоянии составляет 569МПа, а после РКУП - 771МПа (увеличение на 36 %); условный предел текучести $\sigma_{0,2}=377$ МПа, а после РКУП 622МПа (увеличение на 65 %); относительное удлинение δ - 26,1%, а после РКУП 9,65%. Улучшение прочностных свойств после РКУП связано с уменьшением размера зерна и повышением плотности дислокаций.

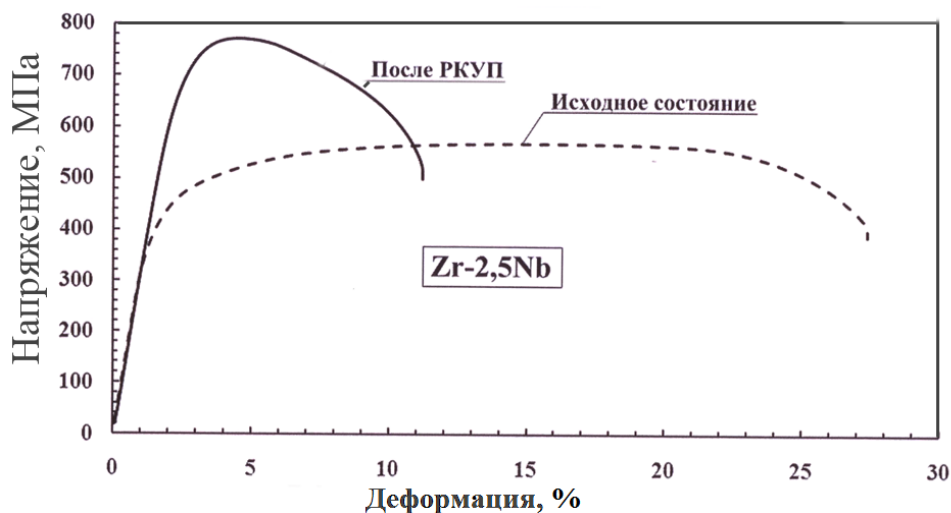


Рис. 10. Кривые статического растяжения сплава Zr – 2,5Nb в различном структурном состоянии.

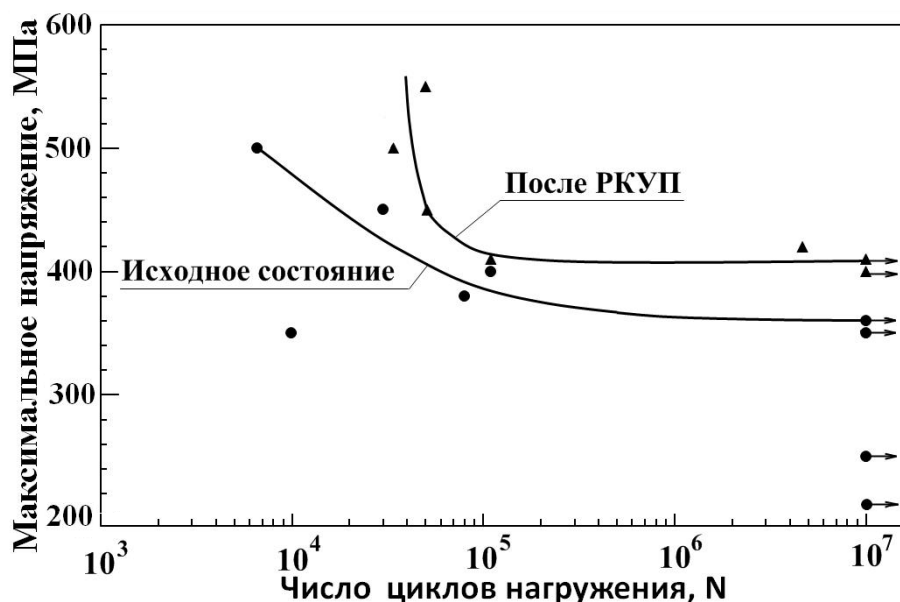


Рис. 11. Кривые усталости сплава Zr-2,5%Nb

На рис. 11 представлены кривые усталости сплава Zr – 2,5Nb в различном структурном состоянии. Долговечность образцов сплава Zr - 2,5%Nb после РКУП на порядок выше исходных образцов, а предел выносливости возрос с 360МПа до 400МПа. Отношение предела выносливости к пределу прочности σ_R/σ_B у материала после РКУП составляет 0,52, а для исходного состояния это отношение – 0,63.

На рис. 12 приведены фрактографические картины усталостного разрушения образцов в исходном состоянии и после РКУП. Фрактограммы поверхности усталостного разрушения в обоих случаях состоят из двух четко выраженных областей: плоской поверхности усталостного разрушения и вязкого статического долома. В начальной зоне распространения усталостной трещины наблюдается межзеренное разрушение размером зерен $\sim 2-3$ мкм (рис. 12, а и б).

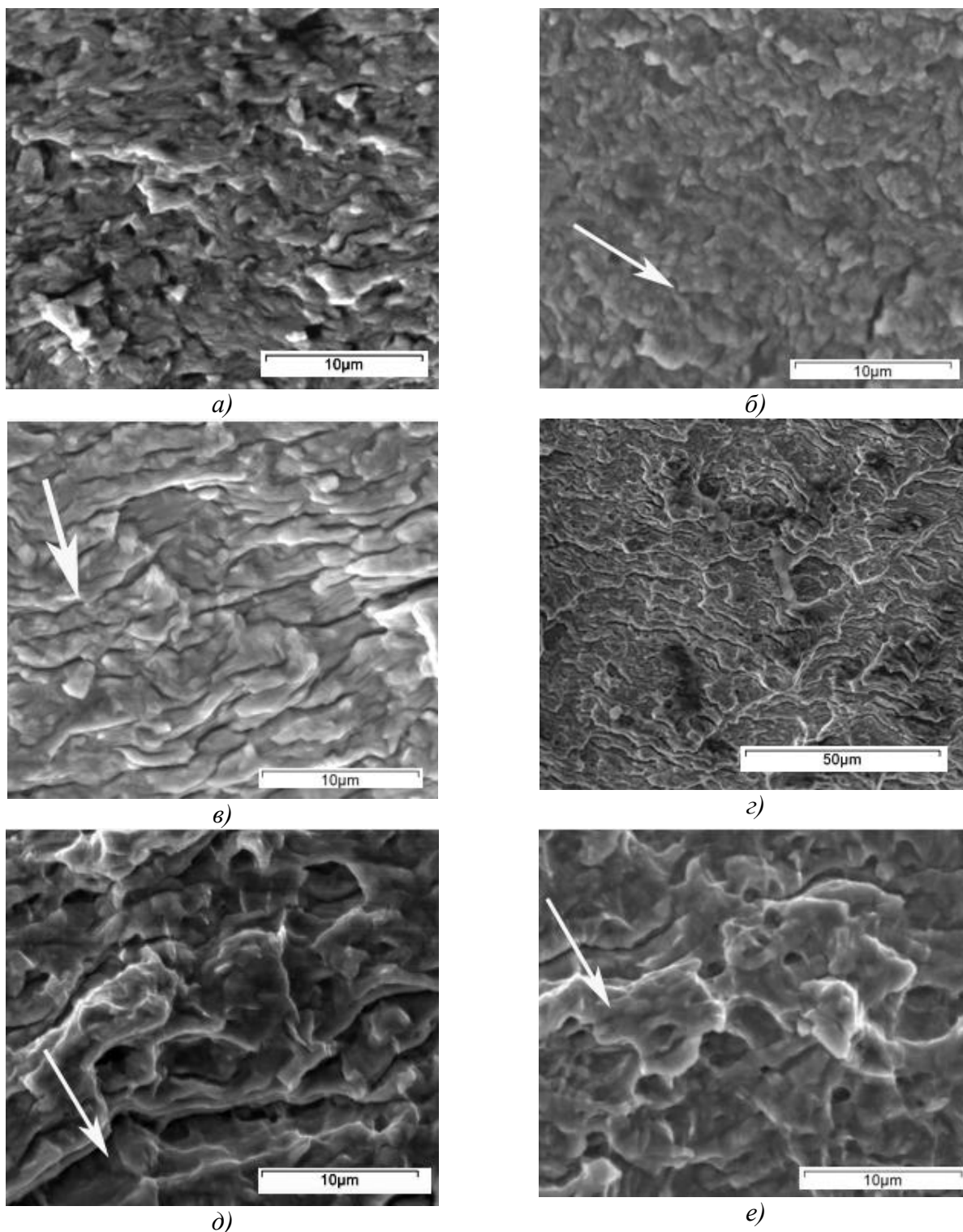


Рис. 12. Фрактограммы поверхности усталостного разрушения образцов из сплава $Zr - 2,5Nb$ в исходном состоянии (а, в, д). ($\sigma_{max} = 400\text{МПа}$, $N = 1,1 \times 10^5$) и после РКУП (г, д, е). (напряжение : $\sigma_{max} = 420\text{МПа}$, $N = 4,66 \times 10^6$), стрелками указано направление роста трещины

В исходном состоянии рельеф поверхности разрушения более грубый. И при большом увеличении просматриваются усталостные микробороздки, расстояние между которыми составляет доли микрона. На стадии стабильного распространения усталостной трещины как в исходном материале, так и в образцах, подвергнутых РКУП, наблюдается квазихрупкий бороздчатый рельеф с вторичным растрескиванием по фронту продвижения трещины (рис. 12, в и г). В случае после

РКУП рельеф более плоский (рис. 12, *з*). Ускоренный рост усталостной трещины связан с квазихрупким разрушением (рис. 12, *д* и *е*), однако, в случае разрушения образцов, подвергнутых РКУП поверхность рельефа более плоская. Статический долом образцов обеих серий проходит с типичным вязким ямочным разрушением, однако средний размер ямок в случае образцов, подвергнутых РКУП, примерно в два раза меньше.

Таким образом, интенсивная пластическая деформация сплава Zr-2,5%Nb с использованием РКУП приводит к созданию мелкозернистой структуры, с размером зерен в интервале 50 - 300 нм и повышению плотности дислокаций. Следствием является значительное повышение прочностных механических характеристик: предел прочности возрастает с 569 МПа (исходное состояние) до 771 МПа после РКУП, а предел текучести с 377 МПа до 622 МПа соответственно. Однако, относительное удлинение снижается более чем в два раза. Показано, что РКУП приводит к значительному увеличению циклической прочности циркониевого сплава Zr - 2,5%Nb: долговечность образцов сплава Zr - 2,5%Nb после РКУП на порядок выше, исходных образцов, предел выносливости возрастает на 10% и составляет 400 МПа (таблица 2). Фрактографические исследования показали, что в исходном состоянии и после РКУП на начальных стадиях усталостного разрушения наблюдается межзеренный механизм распространения усталостной трещины. В обоих случаях стабильный рост усталостной трещины связан с бороздчатым квазихрупким разрушением и вторичным растрескиванием вдоль бороздок.

Таблица 2

Механические свойства титана BT1-00 и циркониевого сплава Zr-2,5Nb

| Материал | Структурное состояние | σ_B , МПа | $\sigma_{0,2}$, МПа | δ , % | σ_R , МПа | σ_R/σ_B |
|----------------|-----------------------|------------------|----------------------|--------------|------------------|---------------------|
| Титан BT1-00 | Исходное состояние | 450 | 310 | 30,5 | 270 | 0,6 |
| | После РКУП | 739 | 641 | 11,4 | 380 | 0,51 |
| Сплав Zr-2,5Nb | Исходное состояние | 569 | 377 | 26,1 | 360 | 0,63 |
| | После РКУП | 771 | 622 | 9,65 | 400 | 0,52 |

Сравнение механических характеристик титана и циркониевого сплава Zr – 2,5%Nb

В таблице 2 приведены механические свойства технически чистого титана ВТ1– 00 и сплава циркония Zr – 2,5%Nb в исходном состоянии и после РКУП, а на рис. 13 кривые усталости этих материалов в различном структурном состоянии. Видно, что ИПД этих материалов привела к существенному повышению механических свойств при статическом деформировании. Характеристики усталостной прочности (долговечность, предел выносливости) также существенно возросли после РКУП. Пределы выносливости, а также отношение σ_R/σ_B после РКУП у этих материалов практически одинаковые, хотя в исходном состоянии прочностные характеристики механических свойств были выше у сплава Zr – 2,5%Nb. Таким образом, по уровню механических характеристик, как возможные материалы для биоимплантатов, сравниваемые материалы не имеют между собой каких либо преимуществ. Однако, по литературным данным, циркониевый сплав обладает лучшей биосовместимостью, поэтому наряду с титаном является перспективным материалом для медицинской промышленности.

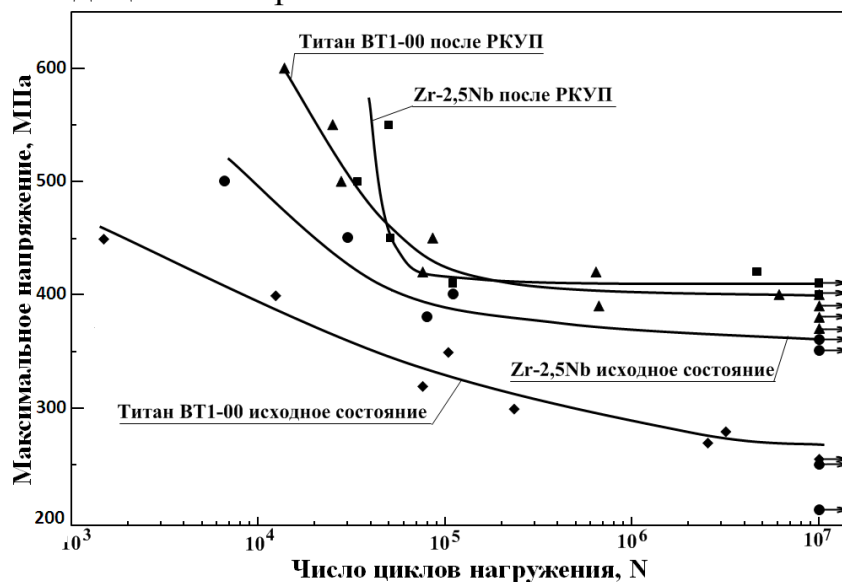


Рис. 13. Кривые усталости титана ВТ1 -00 и циркониевого сплава Zr – 2,5Nb

В пятой главе исследовано влияние РКУП на усталостную прочность магниевого сплава МА2-1, который также как титан ВТ1-00 и сплав Zr – 2,5 Nb имеет ГПУ кристаллическую решетку. По сравнению с этими материалами, сплав МА2-1 имеет более высокую гомологическую температуру $T_h=0,031$, поэтому, этот материал менее стабилен в условиях циклического деформирования при комнатной температуре. Анализ литературных данных показал, что после РКУП в магниевых сплавах, в зависимости от химического состава, исходного структурного состояния перед РКУП, режимов РКУП и возможной последующей термомеханической обработки может наблюдаться как повышение предела выносливости, так и его понижение. Поэтому получение дополнительных экспериментальных данных по влиянию РКУП на механические свойства сплава МА2-1 представляет большой интерес.

В качестве исходного материала для исследований использовали прессованный и отожженный при 345°C (в течение 1 часа с охлаждением на воздухе)

пруток диаметром 30 мм сплава МА2-1 (Mg – основа; Al-4,5; Zn-1,3; Mn-0,5; Cu-0,025; Ni-0,002; Si-0,05; Be-0,001; Fe-0,02; вес. %).

Микроструктура прессованного и отожженного прутка сплава МА2-1 (перед РКУП) характеризуется тем, что значительный объем материала занят нерекристаллизованными остатками исходных деформированных зерен, т.е. значительная доля объема занята полигонизованной структурой, сформированной при горячем прессовании и последующем нагреве. (рис. 14, а). Электронномикроскопический анализ структуры выявил после РКУП достаточно однородную УМЗ структуру с размером зерна 1,5-3,5 мкм. Произошла трансформация субзеренной полигонизованной структуры, значительная часть которой сохранялась перед РКУП, в зеренную рекристаллизованную структуру. Увеличились размеры рекристаллизованных в ходе РКУП зерен по сравнению с субзернами в исходной полигонизованной структуре, а также значительно возросла доля большеугловых границ. (рис. 14, б).

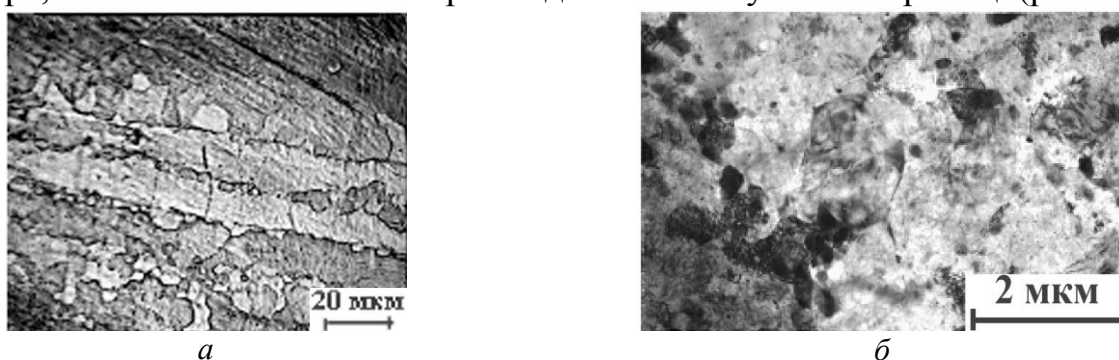


Рис. 14. Структура сплава МА2-1: а - после горячего прессования и отжига при 345° С б - дислокационная структура после РКУП (б)

Средний размер больших зерен составляет 1 – 3 мкм, а мелких от 500 до 800 нм. Встречаются также отдельные зерна размером ~ 100 нм.

Для определения механических свойств сплава МА2-1 при статическом растяжении и циклическом деформировании использовались плоские образцы с размером рабочей части 22x10x1 мм, которые вырезались методом электроэрозионной резки в продольном направлении.

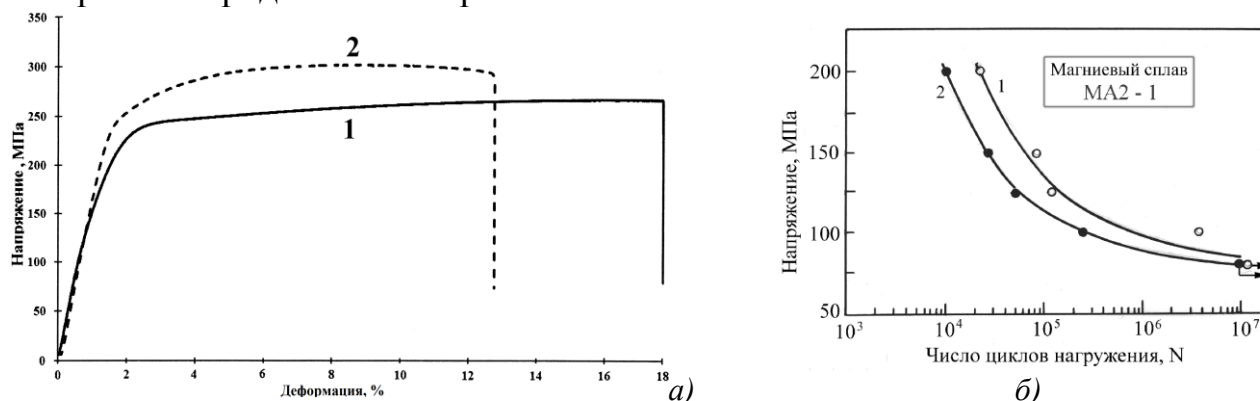


Рис. 15. а - Кривые статического растяжения магниевого сплава МА2-1: 1 – после РКУП; 2 – исходное состояние;

б - кривые усталости магниевого сплава МА2-1: 1 – после РКУП; 2 – горячекатаное состояние.

Кривые статического растяжения исследованного материала представлены на рис. 15, а. Предел прочности материала после РКУП составляет 270МПа, что на 10% ниже, чем у образцов в исходном состоянии, однако относительное удли-

нение возрастает с 12 до 18%. Некоторое снижение предела прочности после РКУП можно объяснить трансформацией субзеренной полигонизованной структуры, значительная часть которой сохранилась перед РКУП, в зеренную рекристаллизованную структуру в ходе деформации. Понижение прочности происходит за счет увеличения размера рекристаллизованных в ходе РКУП зерен по сравнению с размерами субзерен в полигонизованной структуре, а увеличение пластичности обусловлено значительным увеличением доли большеугловых границ и вовлечением в процесс пластической деформации дополнительных систем скольжения. Все эти факторы способствуют повышению низкотемпературной деформируемости данного сплава.

На рис. 15, б представлены кривые усталости исследованных серий сплава МА2-1. Предел выносливости исходных прессованных и отожженных образцов, а также образцов после РКУП практически одинаков и составляет ≈ 75 МПа, однако ограниченная долговечность во всем интервале циклических напряжений от 200 МПа до 75 МПа у образцов после РКУП меньше. Таким образом, наблюдается такая же тенденция изменения характеристик усталостной прочности у образцов после РКУП, что и в случае механических свойств при статическом деформировании.

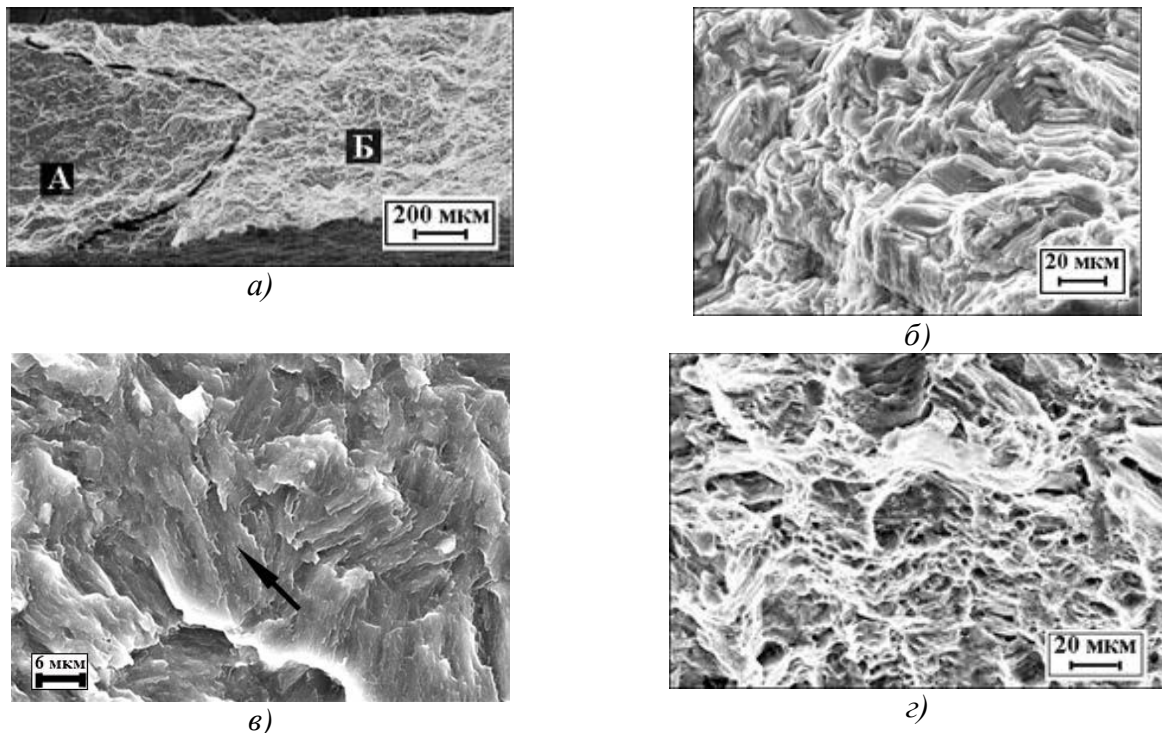


Рис. 16. Фрактограммы поверхности усталостного излома сплава МА2-1 в исходном состоянии ($\sigma_{\max} = 100$ МПа, $N = 2,6 \times 10^5$, стрелками указано направление роста трещины)

На рис. 16 представлена фрактография поверхности усталостного разрушения исходного образца. Отчетливо наблюдаются (рис. 16, а) зона стабильного распространения усталостной трещины (зона А) и зону ускоренного роста трещины и статического долома (зона Б). В зоне стабильного роста трещины наблюдается грубый вязкий характер разрушения (рис. 16, б), а при большом увеличении наблюдаются усталостные бороздки, расположенные друг от друга на расстоянии $\sim 0,2$ мкм (рис. 16, в). На стадии ускоренного роста трещины, ближе к зоне стати-

ческого долома, рельеф поверхности разрушения становится более грубым, а расстояние между бороздками составляет ~ 2 мкм. Статический долом развивается с типичным вязким ямочным характером разрушения (рис. 16, з).

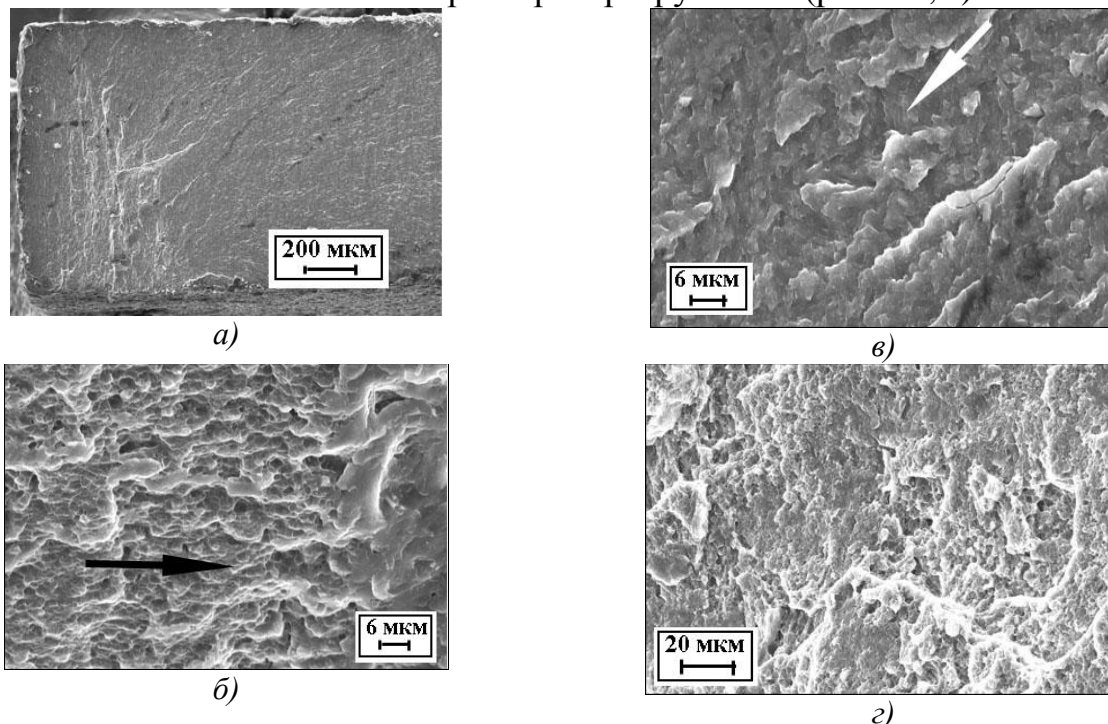


Рис. 17. Фрактограммы поверхности усталостного излома сплава МА2-1 после РКУП ($\sigma_{\max} = 100$ МПа, $N = 4 \times 10^6$, стрелками указано направление роста трещины)

Фрактографические особенности механизма усталостного разрушения образца, подвергнутого РКУП при $\sigma_{\max} = 100$ МПа, представлены на рис. 17. В зоне зарождения и стабильного роста трещины в отличие от материала в исходном состоянии наблюдается плоский рельеф поверхности разрушения (рис. 17, а). При большом увеличении наблюдается в основном межзеренное развитие трещины с наличием гребенчатого рельефа, вытянутого вдоль направления роста трещины (рис. 17, б). На стадии ускоренного роста усталостной трещины наблюдается смешанный характер разрушения: переход от межзеренного разрушения к вязкому статическому разрушению (рис. 17, в). Рельеф поверхности в зоне статического долома связан с вязким ямочным разрушением. В этом случае ямки по размеру почти на порядок меньше, чем в материале исходных образцов. Их размер составляет от 1 до 4 мкм (рис. 17, з).

Таким образом, проведение РКУП на образцах из сплава МА2-1 способствует повышению деформируемости, однако усталостная долговечность снижается при сохранении исходного уровня предела выносливости.

В шестой главе изложены результаты исследований статических и усталостных механических свойств СМК никеля. Субмикроструктурная структура в никеле получена методом спекания нанопорошка под давлением. Для изготовления компакта был использован нанопорошок никеля со средним размером зерен ~ 70 нм. В результате последовательных операций: прессование; предварительное подспекание; спекание под давлением, были получены плоские заготовки для изготовления образцов из нанопорошка никеля - с СМК структурой и размером зе-

рен ~ 700 нм. Полученный СМК никель имел следующие механические прочностные свойства: предел прочности 623МПа, условный предел текучести 242МПа, относительное удлинение 26%. Испытания на усталость проводились в условиях повторного растяжения с постоянным минимальным напряжением цикла 30МПа и частотой нагружения 30 Гц.

На рис. 18 приведена кривая усталости СМК никеля (размер зерна 700 нм), полученная в нашей работе, совмещенная с данными работы Т. Hanlon и др. (Scripta Mater. V.49, 2003, p. 675 -680) по анализу усталостной прочности нанокристаллического никеля (размер зерна 40 и 300 нм) и крупнозернистого материала. Максимальное значение предела выносливости никеля (400МПа) наблюдается в наноструктурном состоянии (размер зерна 40 нм), а у исследованного в настоящей работе СМК никеля усталостная прочность несколько выше крупнозернистого никеля, но меньше СМК никеля с размером зерна 300нм.

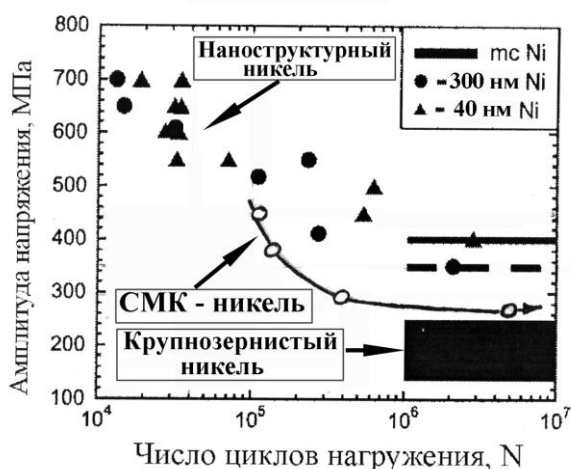


Рис. 18. Кривые усталости никеля с различным размером зерна

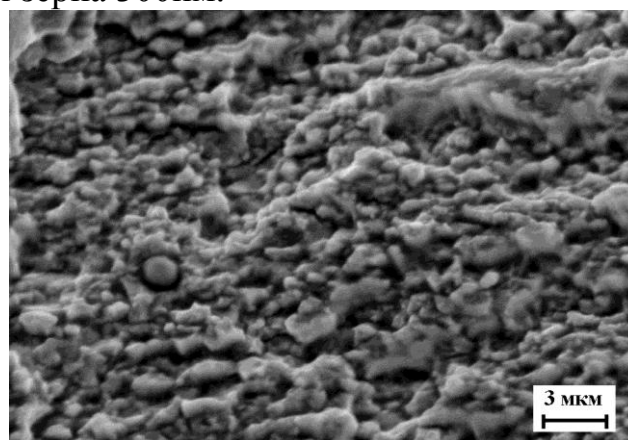


Рис. 19. Поверхность усталостного разрушения СМК никеля (размер зерна 700 нм).

Фрактографические исследования поверхности усталостного разрушения показали, что в СМК никеле, полученном методом спекания нанопорошка, стабильное распространение усталостной трещины связано с межзеренным механизмом разрушения (рис. 19), в то время как в крупнозернистом никеле усталостное разрушение связано с вязкими усталостными бороздками. В СМК никеле межзеренное разрушение происходит за счет сегрегации или межкристаллитной внутренней адсорбции примесных элементов, приводящих к зернограничному сдвигу и образованию пустот на тройных стыках зерен. Статический долом СМК никеля связан с типичным вязким ямочным разрушением.

Таким образом, показана перспективность получения СМК никеля, с высокими механическими свойствами при статическом и циклическом деформировании, методом прессования нанопорошка.

ОБЩИЕ ВЫВОДЫ

1. Установлено, что интенсивная пластическая деформация РКУ прессованием при комнатной температуре, аустенитной нержавеющей стали X18H10T, приводит к более чем двукратному повышению прочностных механических характеристик: за счет уменьшения на порядок параметров структуры, повышения плотности дислокаций и существенного увеличения содержания более прочной мартенситной фазы. При этом пластичность существенно снижается. Усталостная прочность образцов из стали X18H10T после РКУП значительно выше, чем в исходном состоянии: предел выносливости на базе 8×10^6 циклов нагружения возрастает на 100 МПа и составляет 350 МПа, а ограниченная долговечность в сравнимом диапазоне напряжений увеличивается в 5 - 10 раз.

2. Впервые обнаружен эффект обратного мартенситного превращения в стали X18H10T с СМК структурой, в образцах после РКУП, испытанных при напряжениях близких к пределу выносливости, в то время как при высоких циклических напряжениях происходит увеличение мартенситной фазы. Предположено, что эффект связан с понижением температуры $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения СМК структуры за счет многоциклового деформирования на пределе выносливости в упругой области. Установлен факт скачкообразного распространения усталостной трещины в СМК стали X18H10T на стадии ускоренного ее развития.

3. Равноканальное угловое прессование титана VT1 – 00 и сплава циркония Zr- 2,5 Nb, материалов с ГПУ – кристаллической решеткой и низкой гомологической температурой T_h ($T_{h Ti} = 0,012$, $T_{h Zr-2,5Nb} = 0,011$) приводит к повышению предела прочности и усталостной долговечности на порядок, при сравнимых уровнях напряжений и повышает предел выносливости до 400 МПа. СМК сплав Zr-2,5Nb, наряду с титаном, по уровню прочности и усталостных характеристик может быть рекомендован для биоимплантатов.

4. Установлено, что в случае магниевого сплава МА2-1 с высокой $T_h=0,031$ после РКУП предел прочности несколько снижается, пластичность возрастает, а долговечность до разрушения уменьшается при неизменном уровне предела выносливости. Некоторое снижение предела прочности и характеристик усталости после РКУП можно объяснить трансформацией субзеренной полигонизованной структуры, в зеренную рекристаллизованную структуру со значительным увеличением доли большеугловых границ и вовлечением в процесс пластической деформации дополнительных систем скольжения. Таким образом, путем интенсивной пластической деформации можно повысить низкотемпературную деформируемость магниевого сплава МА2-1.

5. Показано, что прессование нанопорошка никеля (размером 70 нм) позволяет получать массивные образцы СМК никеля с размером зерна около 700 нм, при этом усталостная прочность такого материала выше усталостной прочности крупнокристаллического никеля, несмотря на межзеренный характер усталостного разрушения.

6. Систематические исследования особенностей механизмов распространения усталостной трещины в исследованных СМК материалах показали: в отличие от крупнозернистых металлических материалов, в которых микрорельеф

поверхности разрушения в зоне стабильного распространения усталостной трещины связан с пластичным бороздчатым рельефом, в случае СМК материалов наблюдается межзеренное разрушение, а также разрушение по механизму хрупкого бороздчатого рельефа и вторичного растрескивание вдоль бороздок.

7. Разработана и впервые опробована на широком круге СМК металлических материалах (никель, титан, сплавы циркония и магния, нержавеющая сталь) методика проведения многоцикловых испытаний на образцах малого размера.

8. Полученные результаты по повышению циклической прочности СМК металлических материалов нашли применение в ООО «ЭНДОСЕРВИС» при разработке перспективных технологий изготовления эндопротезов тазобедренного сустава, а также в ООО «Техник С» и ОАО «Автоспецоборудование» для производства изделий по профилю предприятий (ответственный крепеж).

9. Результаты диссертационной работы используются при чтении курса лекций «Особенности строения наноматериалов» в МГТУ им. Н.Э. Баумана.

Основные результаты диссертации освещены в следующих работах:

1. Терентьев В.Ф., Колмаков А.Г., Просвирнин Д.В. Усталостная прочность субмикро – и нанокристаллических сплавов железа, титана и никеля // Деформация и разрушение материалов, 2007, № 9, с. 2 - 11.
2. Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Просвирнин Д.В., Банных И.О., Рыбальченко О.В., Рааб Г.И. и др. Усталостная прочность аустенитной стали X18H10T после равноканального углового прессования // Деформация и разрушение материалов, 2008, № 10, с. 30 -38
3. Терентьев В.Ф., Алымов М.И., Колмаков А.Г., Просвирнин Д.В., Анкудинов А.Б., Банных И.О., Бедов С.С., Циклическая прочность субмикрокристаллического никеля, полученного методом спекания нанопорошка // Российские нанотехнологии. Статьи. Том 3, №5 - 6, 2008 г., С. 164-169
4. Terentiev V., Dobatkin S., Prosvirnin D., Bannykh I., Raab G., Rybalchenko O. Cyclic strength of 0.07%С-17.3%Cr-9.2%Ni austenitic steel after equal channel angular pressing// Second international symposium «Bulk nanostructured materials: from fundamentals to innovations» BNM2009 – Ufa – 2009. – 317-318 s.
5. Terentiev V., Dobatkin S., Prosvirnin D., Bannykh I., Kopylov V., Serebryany V. Fatigue of the Mg-3.0%Al-0.8%Zn-0.5%Mn alloy after equal channel angular pressing// Second international symposium «Bulk nanostructured materials: from fundamentals to innovations» BNM2009 – Ufa – 2009. – 319-320 s.
6. Просвирнин Д.В., Деформация и разрушение порошкового субмикрокристаллического никеля в условиях усталостного нагружения // Материалы IV Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов, Специальный выпуск журнала «Перспективные материалы», 2007 г., С. 89-92, ISSN 1028-978X
7. Просвирнин Д.В., Исследование механических свойств стали X18H10T после равноканального углового прессования (РКУП) // Материалы V Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов, Специальный выпуск журнала «Перспективные материалы», 2008 г., С. 88-92, ISSN 1028-978X
8. Терентьев В.Ф., Просвирнин Д.В., Колмаков А.Г., Усталостные характеристики сплавов с субмикро- и нанокристаллической структурой // Материалы IX Российско-Китайского симпозиума «Новые материалы и технологии», Специальный выпуск журнала «Перспективные материалы», 2007 г., Том I, С. 563-564, ISSN 1028-978X.
9. Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Просвирнин Д.В., Банных И.О., Копылов В.И., Серебряный В.Н., Статическая и циклическая прочность магниевого сплава МА 2-1 после равноканального углового прессования// Сборник материалов Третьей международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 12-15 октября 2009/ Под общей редакцией академика О.А.Банных. — М: Интерконтакт Наука, 2009, том 1, 527 с. (в 2-х томах) с. 240-241
10. Просвирнин Д.В., Терентьев В.Ф., Журавлева К.Ю., Анкудинов А.Б, Тихомиров С.А., Банных И.О., Алымов М.И. Усталостное разрушение образцов субмикрокристаллического никеля при наличии острого надреза // Сборник материалов Третьей международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов», Москва, 12-15 октября 2009/ Под общей редакцией академика О.А.Банных. — М: Интерконтакт Наука, 2009, том 1, 527с. (в 2-х томах) с. 415-416
11. Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Просвирнин Д.В. и др. Усталостная прочность циркониевого сплава после равноканального углового прессования // Сборник тезисов конференции ”Бернштейновские Чтения по термомеханической обработке металлических материалов”, М.: МИСиС, 2009, с. 75.
12. Просвирнин Д.В. Усталостная прочность магниевого сплава после равноканального углового прессования // Материалы VI Российской ежегодной конференции молодых научных сотрудников и аспирантов, Специальный выпуск журнала «Перспективные материалы», 2009 г., С.
13. Терентьев В.Ф., Добаткин С.В., Просвирнин Д.В. и др. Усталостная прочность магниевого сплава МА2-1 после равноканального углового прессования // Металлы, 2010. Принято к печати.