

PACS: 81.40.-z

В.А. Шундалов, А.В. Шарафутдинов, В.В. Латыш,
И.Н. Михайлов, Л.О. Шестакова

РАЗВИТИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОСТРУКТУРЫ И ВЫСОКОПРОЧНОГО СОСТОЯНИЯ В ПРОЦЕССАХ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

Государственное унитарное предприятие «Научное конструкторско-технологическое бюро
«Искра» г. Уфа, Россия

Исследованы три технологические схемы интенсивной пластической деформации (ИПД): осадка с кручением, осадка–протяжка и осадка–протяжка в сочетании с прессованием. Описаны структуры и свойства образцов из молибдена и вольфрама, обработанных по этим схемам. Показано, что в исследованных образцах в результате ИПД по разным схемам формируются нанокристаллические (НК) структуры.

Получение в материалах НК-структуры привлекает пристальное внимание исследователей, конструкторов и технологов. Первых интересует взаимосвязь необычных механических, физических свойств и структурного строения материала; вторых – использование высокопрочных заготовок для изготовления деталей в авиационной, ракетной технике, медицине, машиностроении; третьих – способы получения крупных нанокристаллических заготовок и полуфабрикатов [1].

Так, например, в заготовках из технически чистого титана ВТ1-0 со средним размером микрзерна $0.15 \mu\text{m}$ предел прочности σ_b повышен с 460 МПа (исходное горячекатаное состояние, средний размер микрзерен $15 \mu\text{m}$) до 1100 МПа, при этом сохранены хорошие пластические свойства материала [2,3].

В материале с НК-структурой существенно изменяются и физические параметры: магнитные свойства, электросопротивление, теплоемкость, диффузионные свойства и т.д. [1].

Известен ряд способов получения НК-структуры в материалах: порошковая металлургия, закалка из расплава, ИПД, химический синтез и т.д. Большой интерес представляют деформационные методы, позволяющие реализовать уникальные свойства материалов в образцах малого размера и высокие свойства в достаточно массивных полуфабрикатах и заготовках.

В данной работе на примере получения НК-структуры в труднодеформируемых тугоплавких металлах (вольфраме, молибдене, титане) рассмотрена ИПД методами осадки с кручением и свободнойковки по схеме осад-

ка–протяжка в изотермических условиях с многократным изменением оси приложения деформирующего усилия.

Первый способ предполагает создание в деформируемой заготовке (как правило, небольшого размера: $\varnothing 5\text{--}20\text{ mm}$, толщиной $0.2\text{--}1.0\text{ mm}$) условий высокого квазигидростатического давления для обеспечения повышенной пластичности материала и деформации простого сдвига посредством приложения к заготовке крутящего момента. Для реализации данного метода специалистами ГУП НКТБ «Искра» в 1996 г. была спроектирована и изготовлена установка СКРУДЖ-60М (ее схема, описание работы и техническая характеристика приведены в [4]). Она позволяет получать НК-структуру в различных материалах и проводить экспериментальные работы по достижению наивысших механических и физических характеристик.

Технологическая схема ИПД осадкой–протяжкой с многократным изменением оси приложения деформирующего усилия (рис. 1) позволяет существенно повысить однородность деформации по сечению заготовки и предполагает поэтапное проведение осадки и протяжки в изотермических условиях.

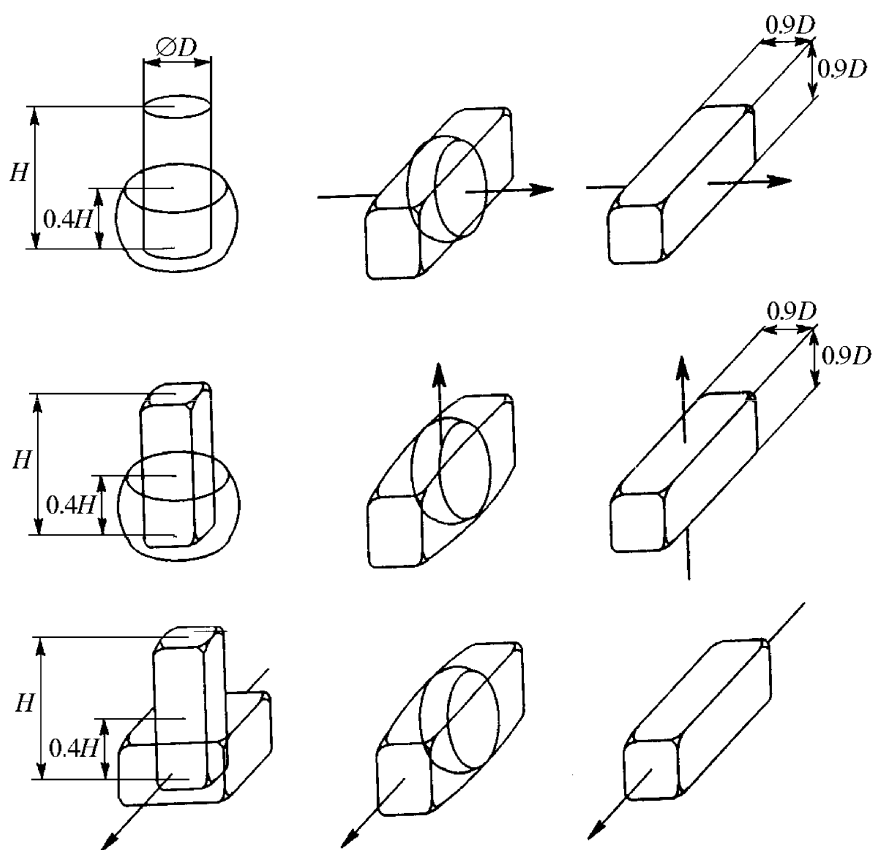


Рис. 1. Технологическая схема ИПД осадкой–протяжкой [1]

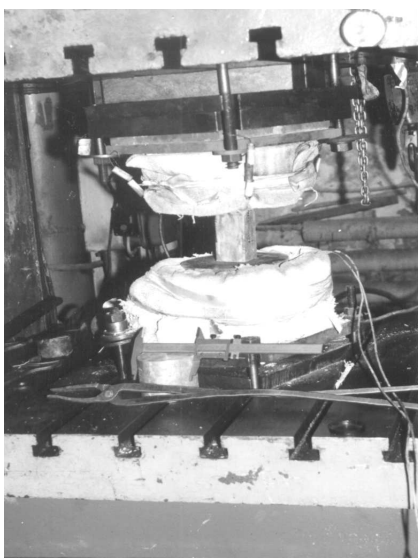


Рис. 2. Штамповая оснастка «Плоские бойки»

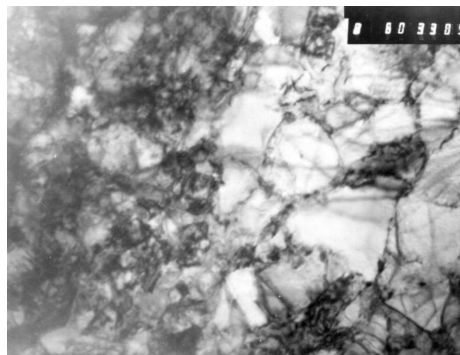
Для осуществления данной схемы разработана и изготовлена штамповая оснастка «Плоские бойки» (рис. 2). С помощью резистивного нагревателя на рабочих частях оснастки поддерживаются изотермические условия при температуре до 950°C . Оснастку монтировали в рабочей зоне прессы ДБ2434 усилием 2.5 MN.

Получение НК-структуры в заготовках из молибдена

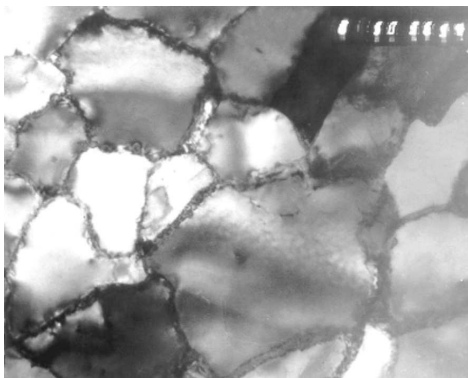
Для получения НК-структуры в молибдене использовали прутки квадратного сечения $17 \times 17 \times 300$ mm со средним размером зерен $60 \mu\text{m}$ (рис. 3, *a*). Микротвердость исходного материала составляла $HV = 1830 \text{ MPa}$.



a



б



в

Рис. 3. Микроструктура образца из молибдена (*a* – исходный пруток, $\times 20000$) после ИПД методами: *б* – осадки с кручением ($\times 80000$), *в* – осадки–протяжки в поперечном направлении ($\times 50000$)

После ИПД методом осадки с кручением (20°C, удельная нагрузка 6 GPa, угол поворота 10π rad) микротвердость образцов составила 7800 МПа. Микроструктура деформированного образца представлена на рис. 3,б.

Из прутков изготовили заготовки размером 17×17×45 mm, которые подвергли ИПД осадкой–протяжкой в изотермических условиях в интервале температур 1000–200°C.

Один цикл деформирования включал в себя осадку (со степенью деформации $\epsilon = 50\%$) и протяжку ($\epsilon = 50\%$). Образцы подвергнуты ИПД в объеме более 1000% суммарной дробной деформации. Скорость деформации составляла 10^{-4} – 10^{-3} s⁻¹. Типичная структура полученных образцов в поперечном направлении представлена на рис. 3,в. Средний размер зерен составил около 0.3 μm, микротвердость образца HV = 3900 МПа.

Получение НК-структуры в заготовках из вольфрама

В качестве исходного материала для получения образцов методами ИПД использовали прутки из вольфрама Ø 16 mm.

Структура исходного состояния образцов, наблюдаемая в просвечивающем микроскопе, характеризовалась средним размером зерен около 5 μm (рис. 4,а) и плотностью решеточных дислокаций $3 \cdot 10^9$ m⁻².

Образцы подвергали ИПД по следующим вариантам:

- 1) осадка с кручением;
- 2) осадка–протяжка (циклическое деформирование);
- 3) осадка–протяжка в сочетании с прессованием.

В связи с высокой химической активностью вольфрама при температурах выше 400°C с целью снижения газонасыщения на образцы перед деформированием наносили защитное технологическое многослойное покрытие.

Получение образцов ИПД методом осадки с кручением проводили при комнатной температуре и 300°C на установке СКРУДЖ-60М при следующих технологических параметрах: удельные нагрузки 5–6 GPa, угол поворота инструмента (нижнего бойка) 10π rad. Образцы Ø 8 mm имели толщину 0.15–0.18 mm.

После обработки при комнатной температуре внутри зерен наблюдали появление многочисленных субзерен и повышение плотности решеточных дислокаций (рис. 4,б). Средний размер зерен не изменился, что свидетельствует о слабом измельчении структуры при данном режиме обработки.

В результате обработки при температуре 300°C в структуре образцов появилась значительная разнотернистость (рис. 4,в). В частности, в ней наблюдались участки, в которых размер зерна уменьшился до 0.5 μm. В то же время были выявлены зерна с размером около 3 μm, содержащие субзерна, дислокации и контуры изгиба. Это указывает на возможность более сильного измельчения структуры образцов при повышенных температурах.

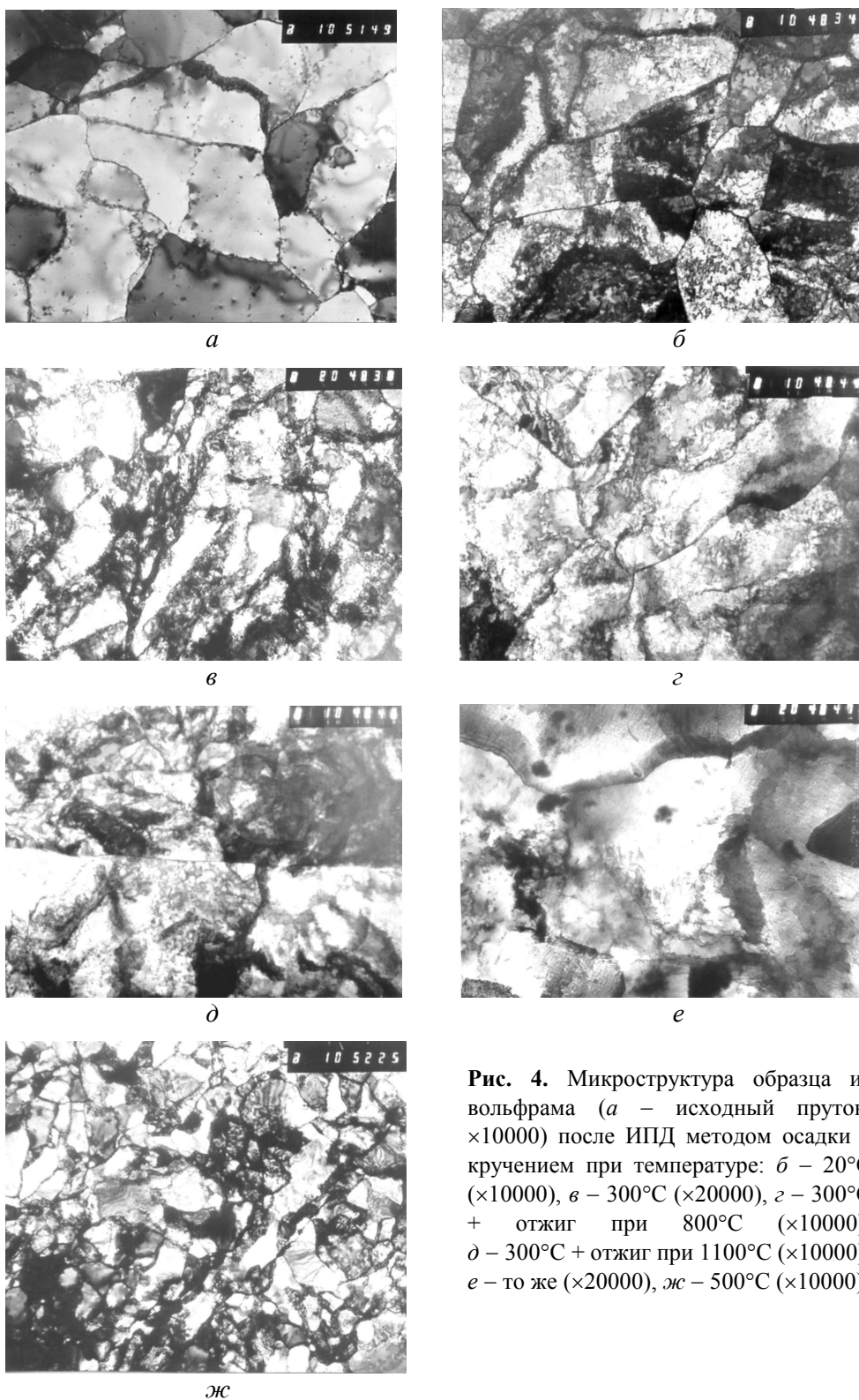


Рис. 4. Микроструктура образца из вольфрама (*a* – исходный пруток, $\times 10000$) после ИПД методом осадки с кручением при температуре: *б* – 20°C ($\times 10000$), *в* – 300°C ($\times 20000$), *г* – 300°C + отжиг при 800°C ($\times 10000$), *д* – 300°C + отжиг при 1100°C ($\times 10000$), *e* – то же ($\times 20000$), *ж* – 500°C ($\times 10000$)

С целью исследования термостабильности структуры образец, деформированный при температуре 300°C, подвергли вакуумному отжигу при 800 и 1100°C. Изучение структуры показало, что после отжига при 800°C наблюдался рост среднего размера зерна до величины 5 μm и более. Вместе с тем внутри зерен сохранились субзерна и повышенная плотность решеточных дислокаций (рис. 4,з). Отжиг при температуре 1100°C привел к еще большему росту среднего размера зерен при сохранении субзеренной структуры (рис. 4,д,е).

Деформацию образцов \varnothing 15 mm и толщиной 0.5 mm осуществляли при температуре 500°C со скоростью 1 min^{-1} , удельной нагрузке 6 GPa и угле поворота 10 rad . Микротвердость вольфрама после этого повысилась до величины 6145 МПа. Исследование методом просвечивающей электронной микроскопии подтвердило измельчение субзеренной структуры (рис. 4,ж).

После деформации средний размер субзерен составил 0.5–0.6 μm . Изменилась тонкая структура металла. По фотографиям видно, что повысилась плотность внутризеренных и граничных дислокаций. При больших увеличениях можно наблюдать формирование ячеистой структуры с размером ячеек 0.15–0.3 μm , разделенных малоугловыми дислокационными границами.

ИПД осадкой–протяжкой проводили в интервале температур 1100–550°C в оболочке из конструкционной стали 45. На образцах (\varnothing 8.5 mm, длина 35 mm), подвергнутых такой циклической обработке с суммарной степенью деформации более 600% и последующему прессованию при температуре 550°C, получен средний размер микрочерен 0.8 μm .

ИПД осадкой–протяжкой с прессованием осуществляли в интервале температур 1100–530°C. Степень деформации при осадке составила 50–60% за один цикл. Прессование проводили со сменой оси приложения нагрузки на 90°. Образец после тройного цикла осадка–прессование имел \varnothing 9 mm, длину 120 mm и средний размер микрочерена 0.6–0.7 μm . Образцы из вольфрама после ИПД представлены на рис. 5.



Рис. 5. Внешний вид образцов из вольфрама после ИПД

Можно отметить, что вольфрам обладает удовлетворительной пластичностью в интервале температур 1100–530°C, но для его обработки давлением желательно использовать технологические схемы, обеспечивающие в образце условия всестороннего объемного сжатия.

Получение НК-структуры в образцах из титанового сплава ВТ1-0

Для получения НК-структуры использовались ИПД методом осадки с кручением и осадки–протяжки. В качестве исходного материала применяли горячекатаный пруток $\varnothing 50$ mm с размером микрзерна 50–80 μm и исходной микротвердостью $\text{HV} = 1600$ МПа. Микроструктура прутка из сплава ВТ1-0 представлена на рис. 6.

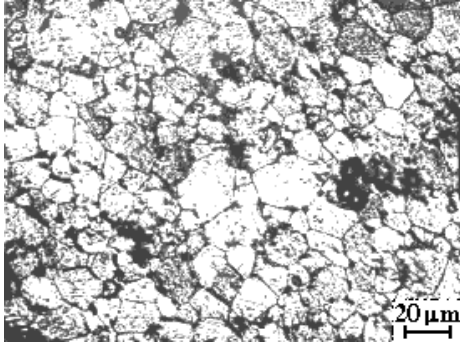


Рис. 6. Микроструктура прутка $\varnothing 50$ mm

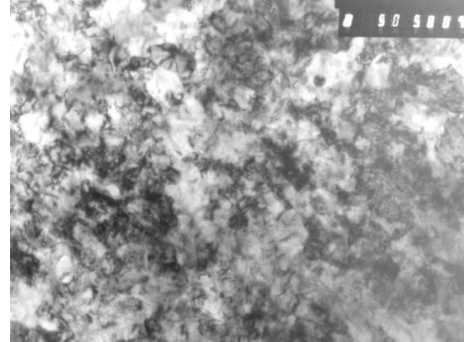


Рис. 7. Микроструктура образца из сплава ВТ1-0 после ИПД методом осадки с кручением

После проведения ИПД осадкой с кручением при комнатной температуре, удельных давлениях 6 ГПа и угле поворота 10π рад средний размер микрзерен уменьшился до 0.1–0.15 μm (рис. 7), а микротвердость возросла до значения $\text{HV} = 4000$ МПа.

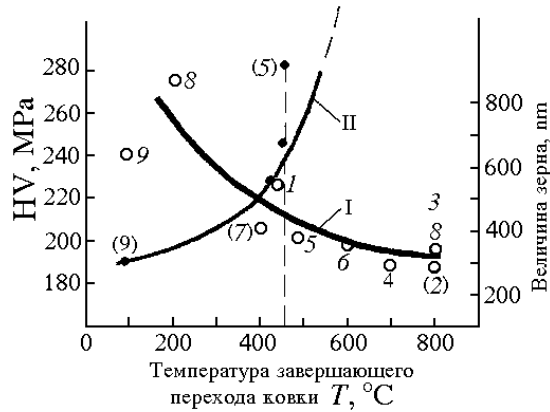


Рис. 8. График зависимости микротвердости (I, —●—) и размера микрзерен (II, —○—) от температуры завершающего перехода: 1–9 – порядковый номер образца

Циклическую ИПД осадкой–протяжкой проводили на цилиндрических заготовках ($\varnothing 45$ mm, длина 60 mm) в интервале температур 800–100°C в изотермических условиях. С уменьшением температуры обработки существенно уменьшались размеры микрзерен и повышалась микротвердость заготовок (рис. 8).

1. *Р.З. Валиев, И.В. Александров*, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
2. *В.В. Латыш, Ф.Ф. Мухаметов, Г.И. Рааб, Р.З. Валиев*, в сб.: Актуальные вопросы ортопедии и травматологии, Уфа (1997), с. 74.
3. *V.S. Zhernakov, V.V. Latysh, V.V. Stolyarov, A.J. Zharikov, R.Z. Valiev*, in: Proc. of the Fourth Conference on Nanostructural Materials (NANO-98), Stockholm (1998), p. 609.
4. *А.В. Шарафутдинов, В.А. Шундалов, В.В. Латыш, Р.З. Валиев, И.Н. Михайлов*, ФТВД 12, 1 4, 76 (2002).

*V.A. Shundalov, A.V. Sharafutdinov, V.V. Latysh,
I.N. Mikhailov, L.O. Shestakova*

DEVELOPMENT OF TECHNOLOGICAL METHODS FOR THE FORMATION OF NANOSTRUCTURE AND HIGH-STRENGTH STATE DURING SEVERE PLASTIC DEFORMATION PROCESSES

Three technological schemes of severe plastic deformation (SPD), such as torsional upsetting, upsetting–broaching and upsetting–broaching combined with extrusion have been investigated. Structure and properties of molybdenum and tungsten specimens treated according to the above schemes are described. It is shown that in the investigated specimens the nanocrystalline (NC) structures are formed as a result of SPD schemes.

Fig. 1. Technological scheme of upsetting–broaching [1]

Fig. 2. Die attachments «Flat block heads»

Fig. 3. Microstructure of molybdenum specimen (*a* – initial rod, $\times 20000$) after SPD by: *b* – torsional upsetting ($\times 80000$), *в* – upsetting–broaching in transverse direction ($\times 50000$)

Fig. 4. Microstructure of tungsten specimen (*a* – initial rod, $\times 10000$) after SPD by torsional upsetting at temperature: *b* – 20°C ($\times 10000$), *в* – 300°C ($\times 20000$), *г* – 300°C + annealing at 800°C ($\times 10000$), *д* – 300°C + annealing at 1100°C ($\times 10000$), *е* – the same ($\times 20000$), *ж* – 500°C ($\times 10000$)

Fig. 5. Appearance of tungsten specimens after SPD

Fig. 6. Microstructure of \varnothing 50 mm rod

Fig. 7. Microstructure of BT1-0 alloy specimen after SPD by torsional upsetting

Fig. 8. Microhardness (I, –●–) and micrograin size (II, –○–) versus temperature of final transition: *1–9* – ordinal number of specimen