УДК 621.777

Н.И. Матросов, Е.А. Павловская, Л.Ф. Сенникова, А.Б. Дугадко

УПРОЧНЕНИЕ НИОБИЙ-ТИТАНОВОГО ВОЛОКНА И РАЗВИТИЕ СТРУКТУРЫ ПРИ БОЛЬШИХ ПЛАСТИЧЕСКИХ ДЕФОРМАЦИЯХ

Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
340114, г. Донецк, ул. Р. Люксембург, 72

Статья поступила в редакцию 30 июня 1998 года

Изучена прочность ниобий-титанового волокна диаметром 6–10 мкм, полученного многопереходной гидростатической деформацией в составе композиции медь–ниобий–титановое волокно. По данным рентгеноструктурного анализа приведены особенности развития структуры, инициированной большой пластической деформацией.

Несмотря на большие достижения в области технологии получения многоволокнистых композиций на основе тугоплавких армирующих элементов и медной матрицы, природа их механических и электрофизических свойств при высоких значениях вытяжки остается еще не вполне ясной.

Оценка несущей способности композитного материала многоволокнистой конструкции, выбор математического подхода к ее оценке с учетом статистического распределения прочности армирующих волокон требуют представления о наиболее вероятных характеристиках армирующих волокон. Структура последних и распределение дефектов неодинаковы у разных волокон многоволокнистой композиции, создаваемой совместной пластической деформацией компонент, и даже в пределах одного волокна, поэтому характеристики механических свойств должны быть определены с использованием статистических методов обработки.

Цель настоящей работы – исследовать упрочнение волокон из сплава ниобий + 50% вес. титана микронного сечения на стадиях многопереходной гидростатической деформации в составе композита от биметалла до многоволокнистой конструкции; определить коэффициент вариации временного сопротивления разрыву; изучить рентгеноструктурным методом изменения структуры волокон микронного и субмикронного сечений, инициированной большой пластической деформацией.

Проведены рентгеноструктурные исследования параметра решетки, размера блоков, величины микронапряжений, количества, размера и плотности выделений второй фазы и изменение этих величин в армирующих волокнах сплава ниобий + 50% вес. титана волокнистого композита системы медь–ниобий–титановое волокно на последовательных стадиях изготовления при увеличении суммарной холодной деформации (вытяжки) от 10^3 до 10^{12}. Изучены образцы после стравливания меди биметалла и композита, содержащего 211; 211^2; 211^3 ниобий-титановых волокон, диаметром от 350 до 0,05 мкм. Рентгеноструктурные исследования выполнялись на дифрактометре ДРОН-УМ-1. При фазовом анализе волокон учитывалось влияние на интегральную интенсивность дифракционных линий степени текстурированности волокон по методу, предложенному в работе [1]. При определении пара-

метра решетки, величины блоков и микронапряжений вводились поправки на монохроматичность излучения.

Механические испытания волокон на растяжение проведены на образцах волокон диаметром от 350 до 6 мкм (полученных после предварительного вытравливания из композита) традиционным и весовым методами при общей совокупности измерений N = 50–100 для каждого размера и статистической обработки результатов. При этом использовались разрывные машины ZM-20, ZM-10 со скоростью перемещения захватов 1–2 мм/мин и аналитические модернизированные для одноосного растяжения весы типа ВЛА-200-М.

На первоначальной стадии эксперимента сплав, изготовленный из чистых ниобия и титана дуговой с последующей электронно-лучевой плавкой, после предварительной обработки имел следующие исходные параметры: фазовое состояние – β-твердый раствор, размер ячеистой структуры ~ 1,8 мкм, микротвердость 1700–1800 МПа, временное сопротивление разрыву 500 МПа, модуль упругости $0{,}75 \cdot 10^5$ МПа.

Многопереходная пластическая деформация (технология изготовления образцов) заключалась в многократном повторении операции прессования жидкостью высокого давления при комнатной температуре (в отдельных случаях проводились промежуточные термообработки при 375°С, 1 ч). При этом количество переходов, степень деформации и другие технологические параметры определялись как технологическими ограничениями процесса гидропрессования композитных сборок и заготовок конкретной конструкции, так и необходимостью достижения оптимального комплекса физико-механических свойств деформируемого образца. Основные технологические параметры воздействия характеризуются следующим уровнем: единичные обжатия 2–20, давление жидкости 800–1500 МПа, скорость прессования 0,3–0,75 м/с, максимальная общая суммарная вытяжка 10^{12}.

Анализ экспериментальных данных по испытанию волокон на растяжение свидетельствует о том, что прочностные характеристики ниобий-титановых волокон с уменьшением размера поперечного сечения (увеличением степени деформации) растут (рис. 1). На диаметре 40 мкм среднее временное сопротивление разрыву волокон $\sigma_в$ = 1250 МПа, величина дисперсии S^2 = 7000, среднее квадратичное отклонение S = 83,6, коэффициент вариации временного сопротивления W = 6,7%. Для диаметра 10 мкм указанные величины достигают следующих значений: $\sigma_в$ = 1600 МПа, S^2 = 34600, S = 186,1, W = 11,5%.

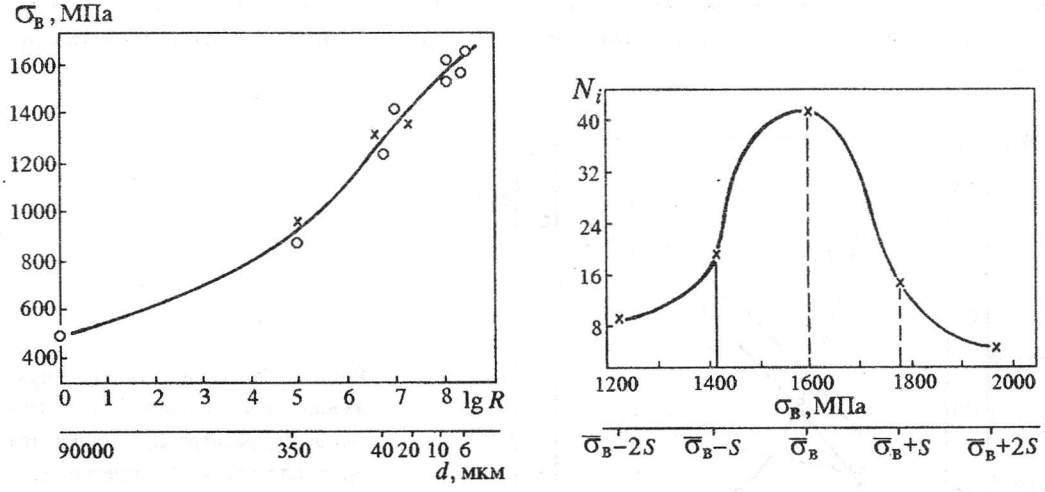

Рис. 1. Временное сопротивление разрыву волокон в зависимости от логарифма вытяжки и диаметра

Рис. 2. Характер распределения значений временного сопротивления разрыву армирующего волокна: диаметр 10 мкм; число испытаний N = 100

С уменьшением диаметра волокон величина W растет. Повышение разброса прочностной характеристики обусловлено увеличением неоднородности геометрических размеров поперечного сечения волокон при совместной деформации в составе композита с другим компонентом – медью под воздействием условий многомаршрутной технологии изготовления, неоднородности структуры отдельных волокон и распределения дефектов. За счет значительного деформационного упрочнения прочность ниобий-титанового волокна микронного и субмикронного сечений может приближаться к теоретическому значению. Так, среднее значение прочности волокна диаметром 6 мкм, полученного вытяжкой $2{,}25 \cdot 10^8$, составляет 1620 МПа. Для сравнения, исходная прочность сплава 500 МПа, а оценка теоретической прочности сплава по Котреллу, приведенная в работе [2], дает ~ 2000 МПа. Достигнутая величина прочности на волокнах 6–10 мкм из сплава ниобий + 50% вес. титана несколько больше, чем сообщалось в работе [3], что можно объяснить положительным влиянием конкретных отличающихся параметров и условий технологии обработки сплава.

Анализ характера статистического распределения прочности волокон микронного сечения свидетельствует о том, что около 74% всех измеренных величин отличается от среднего значения временного сопротивления разрыву менее чем на величину среднеквадратичного отклонения S.

На рис. 2 показан характер распределения прочности для ниобий-титанового волокна диаметром 10 мкм при совокупности измерений $N = 100$. Полученные результаты статистического распределения прочности могут служить хорошим исходным ориентиром для реальной оценки несущей способности многоволокнистого композита в целом.

Упрочнение сплава происходит в результате изменения его структуры под воздействием значительной величины пластической деформации, давления и других факторов длительной многопереходной обработки. Изменения структурных составляющих деформационного упрочнения оценены по результатам рентгеноструктурного анализа (рис. 3). Пластическая деформация гидропрессованием формирует ленточную субзеренную структуру с осью текстуры [110], по характеру незначительно отличающуюся от структуры, создаваемой волочением. Поперечный размер субзерен уменьшается с увеличением вытяжки. Промежуточные отжиги (≤ 375°C), исключающие внешнюю повреждаемость волокон, вызывают полигонизацию сплава, однако размер субзерен существенно не изменяется. Размер блоков мозаики при достижении вытяжки 10^3 составляет ~ 80 нм, при вытяжке 10^8 формируются блоки размером ~ 20 нм, с дальнейшим увеличением вытяжки размер блоков стабилизируется.

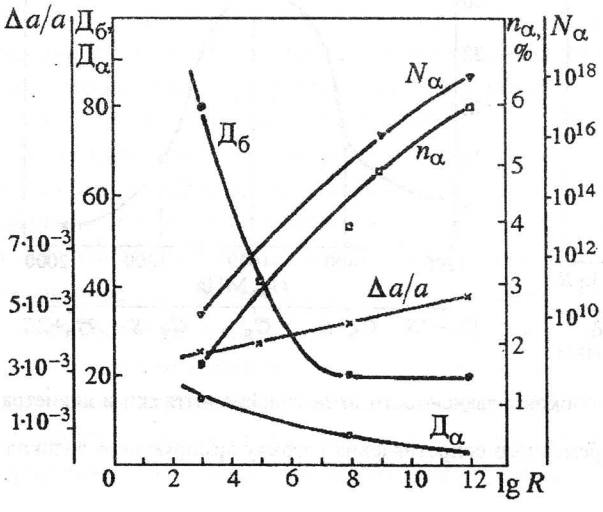

Рис. 3. Изменение микронапряжений $\Delta a/a$, размера блоков мозаики $Д_б$, размера $Д_\alpha$, количества n_α и плотности N_α выделений α-фазы в ниобий-титановых волокнах при больших пластических деформациях

По границам субзерен выделяются дисперсные частицы второй фазы (α-фаза). Объемное содержание α-фазы в волокнах субмиллиметрового сечения (вытяжка ≤ 10^5) составляет менее 3%. Волокна микронного (вытяжка ≤ 10^8) и субмикронного (вытяжка ≤ 10^{12}) сечения содержат α-фазы соответственно 5 и 6%. Таким образом, наблюдается повышение объемного содержания выделений с ростом величины пластической деформации. Кроме того, в волокне диаметром ≥ 0,1 мкм (вытяжка 10^{10}–10^{12}) обнаружена фаза высокого давления (ω-фаза). Введение на стадиях обработки промежуточных термообработок в пределах вышеуказанных температур приводит к дополнительному увеличению количества α-фазы. Плотность выделений α-фазы по мере уменьшения диаметра от 350 до 1 мкм увеличивается от 10^{10} до 10^{15}–10^{17} см$^{-2}$. Волокно диаметром ≤ 0,1 мкм характеризуется плотностью ~ 10^{18} см$^{-2}$. Размер выделений α-фазы уменьшается с 10–15 до 3,2 –5 нм.

Величина микронапряжений ($\Delta a/a$) на волокнах диаметром 350; 20 и 1 мкм составляет соответственно $3{,}6\cdot10^{-3}$; $4{,}0\cdot10^{-3}$ и $4{,}75\cdot10^{-3}$. Волокна субмикронного сечения (≤ 0,1 мкм) характеризуются микронапряжениями на уровне $5{,}6\cdot10^{-3}$.

Изменение параметра кристаллической решетки сплава при больших пластических деформациях происходит не столько за счет микронапряжений II рода, сколько вследствие перераспределения элементов в сплаве. Это заключение вытекает из результатов, полученных при исследовании поведения микронапряжений II рода и параметра решетки на образцах волокон субмикронного и микронного сечений до термообработки и после нее. При этом замечено, что с увеличением времени термообработки напряжения II рода продолжают уменьшаться, а параметр решетки не изменяется. Для равновесного состояния сплава параметр решетки β-фазы a = 3,285 Å, после деформации величиной 10^8 параметр a = 3,2808 Å, при деформации 10^{12} – a = 3,2768 Å, что указывает на тесную взаимосвязь с изменением фазового состава при выделении α- и ω-фаз.

Зависимость прочности от размера зерна (закон Петча–Холла) является важнейшей в теории упрочнения. Известно, что границы зерен служат эффективными барьерами для движущихся дислокаций. Следовательно, чем мельче зерно, тем чаще встречаются эти барьеры на пути скользящих дислокаций и тем большие напряжения требуются для продолжения пластической деформации. В результате по мере измельчения зерна прочность возрастает. Однако прочностные характеристики сплава волокон микронного и субмикронного сечений в полной мере не соответствуют эмпирическому соотношению Петча–Холла. Необходимо учитывать вклад других микромеханизмов упрочнения [4].

Известно также, что выделения когерентных и некогерентных частиц вторых фаз, поля упругих искажений вокруг них, межфазные границы могут обеспечить увеличение прочности. Частицы фаз имеют большую твердость, чем основной матричный сплав. С увеличением объемной доли твердой фазы прочностные свойства сплава волокон растут, а пластичность – падает. Наибольшего упрочнения можно ожидать, когда вторая фаза дисперсна, равномерно распределена в объеме сплава, а расстояние между ее частицами мало. По-видимому, эти закономерности подтверждаются в наших экспериментах.

Приведенные выше и другие наблюдаемые особенности развития структуры сплава волокон при больших деформациях гидропрессованием подтверждают вывод о наличии совокупности микромеханизмов упрочнения, вносящих вклад в общий результат упрочнения. Эти микромеханизмы обусловлены размером зерна, барьерной ролью их границ и субграниц, выделений дисперсных α- и ω-фаз и межфазных границ, искажениями кристаллической решетки, напряженным состоянием и (наконец следует предположить) более сильным влиянием барьерной роли поверхности как высокомодульного препятствия на волокнах микронного и субмикронного сечений.

1. *R. Gullberg, R. Lagneborg*, Trans. Met. Soc. AIME **236**, 1482 (1966).
2. *Н.Ф. Андриевская, О.В. Черный, Г.Ф. Тихинский*, в сб.: Физика прочности композиционных материалов, Москва (1980).
3. *Е.М. Савицкий, Ю.В. Ефимов и др.*, Физико-химические основы получения сверхпроводящих материалов, Металлургия, Москва (1981).
4. *В.И. Трефилов*, Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических материалов, Наукова думка, Киев (1987).

N.I. Matrosov, E.A. Pavlovskaya, L.F. Sennikova, A.B. Dugadko

STRENGTHENING OF Nb-Ti FIBRES AND STRUCTURE DEVELOPMENT AT HIGH PLASTIC DEFORMATIONS

Strength of Nb-Ti fibres of 6–10 μm diameter produced by multi-reduction hydrostatic deformation in composition of Cu-Nb-Ti fibres is investigated. According to X-ray analysis data specific features of structure development initiated by high plastic deformation are represented.

Fig. 1. Time resistance to fibre breakage depending on logarithm of drawing and fibre diameter

Fig. 2. Distribution pattern of time resistance to breakage of reinforced fibres: diameter 10 μm; number of tests $N = 100$

Fig. 3. Variation of microstresses $\Delta a/a$, of size of mosaic units $Д_б$, of size $Д_\alpha$, of quantity n_α and density N_α of α-phase extractions in Nb-Ti fibres at high plastic deformations