

Влияние структуры на трещиностойкость сплавов молибдена

А. Ю. Коваль

Изучены закономерности влияния параметров структуры сплавов молибдена на вязкость разрушения в широком интервале температур с учетом микромеханизмов разрушения. Исследованы сплавы молибдена разной чистоты (ЦМ-10, МТ, МЧВП), что обусловлено разной склонностью к преимущественно транскристаллитному (ЦМ-10) и интеркристаллитному (МТ) разрушениям. Исследовано влияние температуры и размера зерна на механические свойства и микромеханизмы разрушения этих сплавов.

Исследование влияния структуры на трещиностойкость материалов относится к очень важному разделу в области механики и физики разрушения материалов. Особо следует выделить работы, где предпринята попытка синтеза представлений физиков, материаловедов и механиков с точки зрения микроструктурной механики разрушения, когда структура материала рассматривается как такая, которая наследуется поверхностью разрушения и проявляет себя в разных механизмах разрушения. Большое внимание при решении данной проблемы уделяется установлению связи микромеханизмов разрушения, структуры материалов и механических свойств. Эта проблема остаётся актуальной. В настоящее время ведущими научными школами (Оксфорд, Великобритания; Национальный Институт материаловедения, Япония; Калифорнийский университет, США) [1—5] активно выполняются работы по исследованию влияния структурных факторов и температуры на микромеханическое поведение, по моделированию вязкохрупкого перехода, нахождению термоактивационных параметров данных процессов для малопластичных материалов разной природы, предрасположенных к хрупкому разрушению.

В большинстве исследований по данной тематике, выполненных преимущественно для железа и углеродистых сталей, были предприняты попытки связать вязкость разрушения материалов со структурными параметрами и обычными механическими свойствами. Отметим среди них работы О. М. Романива, А. Я. Красовского, Ю. Я. Мешкова [6—8] и др.

В настоящей работе были выбраны сплавы молибдена, как типичного представителя ОЦК металлов, которые являются идеальным объектом для исследования смены механизмов разрушения и температурной зависимости механических свойств, поскольку они проявляют наиболее полный набор возможных механизмов разрушения в зависимости от структуры и условий испытаний. Кроме того, в сплавах молибдена наблюдается довольно широкий температурный интервал вязкохрупкого перехода.

Исследовано влияние структуры на вязкость разрушения сплавов при реализации различных механизмов процесса. В качестве исследуемых материалов выбраны сплавы молибдена, по-разному склонные к транс- и интеркристаллитному разрушениям. Сплав ЦМ-10 в интервале вязкохрупкого перехода склонен к транскристаллитному разрушению, сплав МТ —

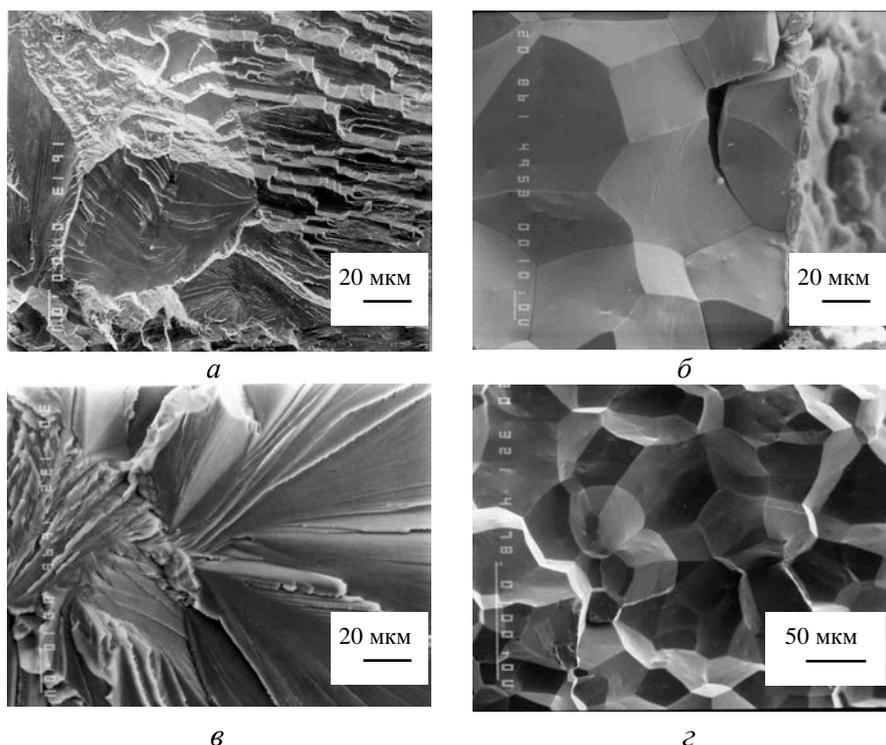


Рис. 1. Поверхность разрушения сплавов ЦМ-10 (а, б) и МТ (в, г). Т, К: а, в — 150, б, г — 293.

к интеркристаллитному и сплав МЧВП при комнатной температуре проявляет достаточно большой спектр механизмов разрушения, которые будут рассмотрены далее. Типичная поверхность разрушения сплавов ЦМ-10 и МТ при разных температурах испытания представлена на рис. 1.

Образцы сплава ЦМ-10 изготавливали из листа толщиной 2,25 мм и исследовали в рекристаллизованном состоянии: отжиг при 1473 К (размер зерна 25 мкм), 1673 К (35 мкм), 1873 К (90 мкм), 2073 К (150 мкм) и 2273 К (400 мкм). Образцы испытывали на одноосное растяжение в интервале температур 223—673 К. Все образцы вырезали поперек направления прокатки (90 град). Трещиностойкость сплава ЦМ-10 определяли в испытаниях на одноосное растяжение на плоских образцах с двумя боковыми надрезами в интервале температур 77—673 К. Образцы сплава МТ изготавливали из листа толщиной 2,2 мм и исследовали в рекристаллизованном состоянии: отжиг при 1573 К (размер зерна 35 мкм), 1773 К (140 мкм) и 2273 К (200 мкм). Трещиностойкость сплава МТ определяли в испытаниях на трехточечный изгиб в интервале температур 77—573 К.

Образцы сплава МЧВП получали из прутка диаметром 12 мм. Диаметр рабочей части составлял 3 мм, длина — 10 мм. Для получения различных размеров зерна образцы подвергали отжигу при температурах от 1273 до 2173 К. Размер зерна при этом составлял 14, 17, 25, 40, 65, 100, 400 и 550 мкм.

На рис. 2 представлены данные по влиянию размера зерна на предел текучести и трещиностойкость K_{Ic} сплава ЦМ-10 при разных температурах испытаний. Ход зависимости предела текучести при всех температурах

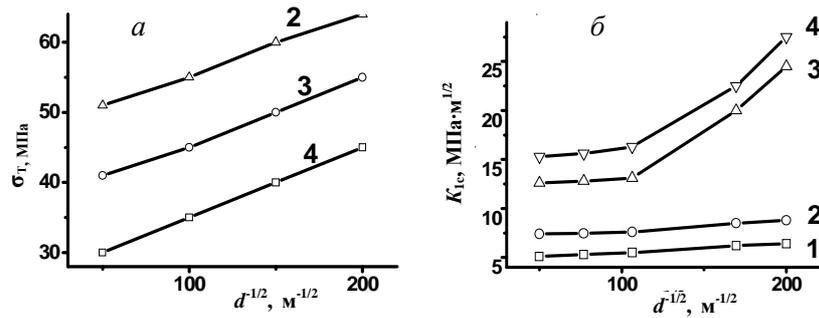


Рис. 2. Зависимость предела текучести (а) и трещиностойкости (б) от размера зерна сплава ЦМ-10 при температурах испытаний 77 (1), 150 (2), 273 (3) и 323 К (4).

описывается выражением Холла—Петча. В то же время зависимость трещиностойкости от размера зерна при низких температурах испытаний (77 и 150 К) имеет вид, подобный зависимости Холла—Петча, а с повышением температуры приобретает явно нелинейный характер. Судя по всему, данная зависимость может быть поделена на два участка. Первый — размер зерен от 400 до 150 мкм, где трещиностойкость слабо зависит от размера зерна, и второй — от 150 до 25 мкм, где наблюдается линейная зависимость от размера зерна.

Ход полученных кривых можно объяснить, привлекая модель Дагдейла—Баренблатта. Согласно этой модели, при расчетах, в которые входит длина трещины, должна учитываться не только длина трещины, но и зона процесса, в которой происходит ее развитие, то есть пластическая зона в вершине трещины. Таким образом, эффективная длина трещины увеличивается на размер пластической зоны. Доказательством справедливости данного подхода служит рис. 3. На электронномикроскопическом изображении молибденовой фольги видна трещина, в вершине которой находится скопление дислокаций, которое и является пластической зоной. Основываясь на предложенном подходе, при условии, что разрушающее напряжение в обоих случаях приблизительно одинаково, можно записать следующее выражение:

$$\sigma = \sqrt{\frac{2\gamma E}{\pi c}} \cong \sqrt{\frac{2\gamma_{\text{эфф}} E}{\pi(c + r_c)}}$$

из которого следует

$$\gamma_{\text{эфф}} = \gamma_0 \left(1 + \frac{r_c}{c}\right).$$

Зная, что

$$r_c = \frac{1}{2\pi} \frac{K_{Ic}^2}{\sigma_T^2} = \frac{\sigma_p \pi c}{2\pi \sigma_T^2}, \quad \sigma_T \approx A e^{\frac{U_0}{3KT}},$$

получаем

$$\gamma_{\text{эфф}} = \gamma_0 \left(1 + \alpha \cdot e^{-\frac{2U_0}{3KT}}\right), \quad K_{Ic} \approx K_{Ic}^0 + \beta \cdot e^{-\frac{U_0}{3KT}}.$$

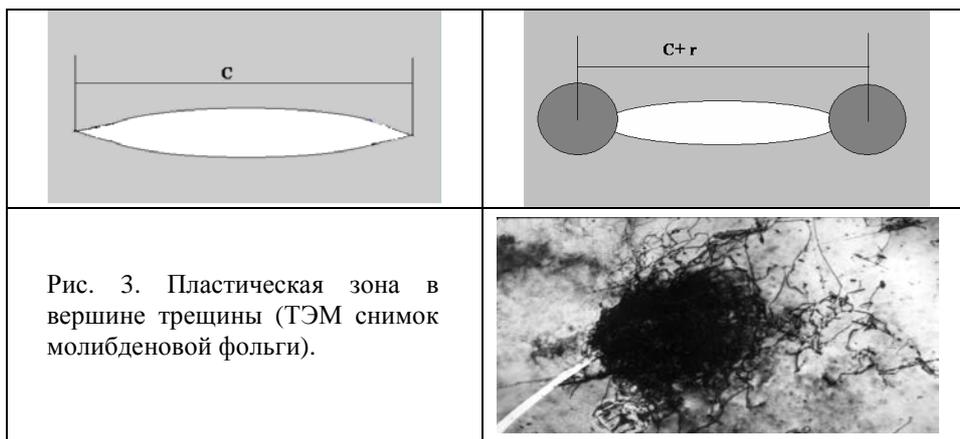


Рис. 3. Пластическая зона в вершине трещины (ТЭМ снимок молибденовой фольги).

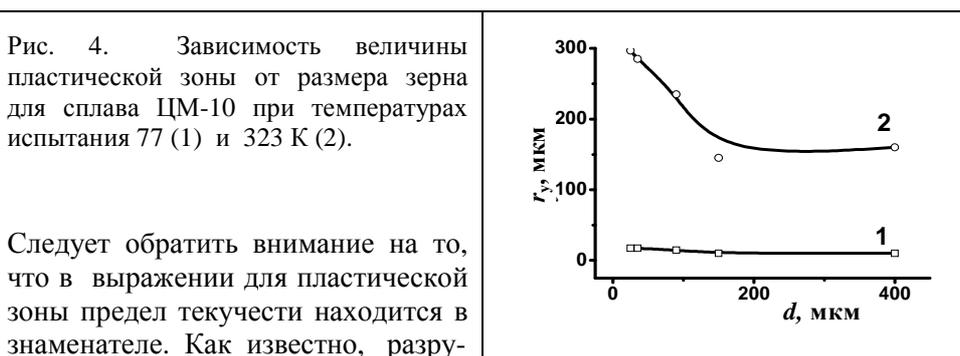


Рис. 4. Зависимость величины пластической зоны от размера зерна для сплава ЦМ-10 при температурах испытания 77 (1) и 323 К (2).

Следует обратить внимание на то, что в выражении для пластической зоны предел текучести находится в знаменателе. Как известно, разру-

шающее напряжение слабо зависит от температуры, в то же время предел текучести экспоненциально возрастает с понижением температуры, то есть при низких температурах на величину пластической зоны влияет только предел текучести и с понижением температуры размер зоны будет приблизительно экспоненциально уменьшаться. Это проиллюстрировано на рис. 4: если сравнить размеры пластической зоны при температурах 323 и 77 К, то видно, что они отличаются в зависимости от размера зерна от 7 до 20 раз.

Таким образом, процесс, происходящий в вершине трещины, в зависимости от размера зерна можно представить следующим образом (рис. 5). При низких температурах испытания пластическая зона при всех размерах зерен будет гораздо меньше размера зерна, то есть при всех размерах зерен наблюдается начальное распространение трещины в монокристалле и отсутствие зависимости трещиностойкости от размера зерна. Как только происходит касание пластической зоной границы зерна или в той же зоне размещается несколько зерен, зависимость трещиностойкости от размера зерна резко усиливается (рис. 5). На рис. 6 представлены данные, полученные для сплава МТ. Видно, что только при температуре 373 К размер пластической зоны начинает существенно превышать размер зерна. По этой причине зависимость K_{Ic} от d для температур 77 и 273 К демонстрирует слабое влияние размера зерна на трещиностойкость, а при 373 К зависимость резко усиливается из-за того, что больше зерен попадает внутрь пластической зоны.

На рис. 7 для одинаковых температур испытаний приведены зависимости трещиностойкости K_{Ic} от размера зерна для сплавов ЦМ-10 и МТ. В случае транскристаллитного разрушения при комнатной температуре

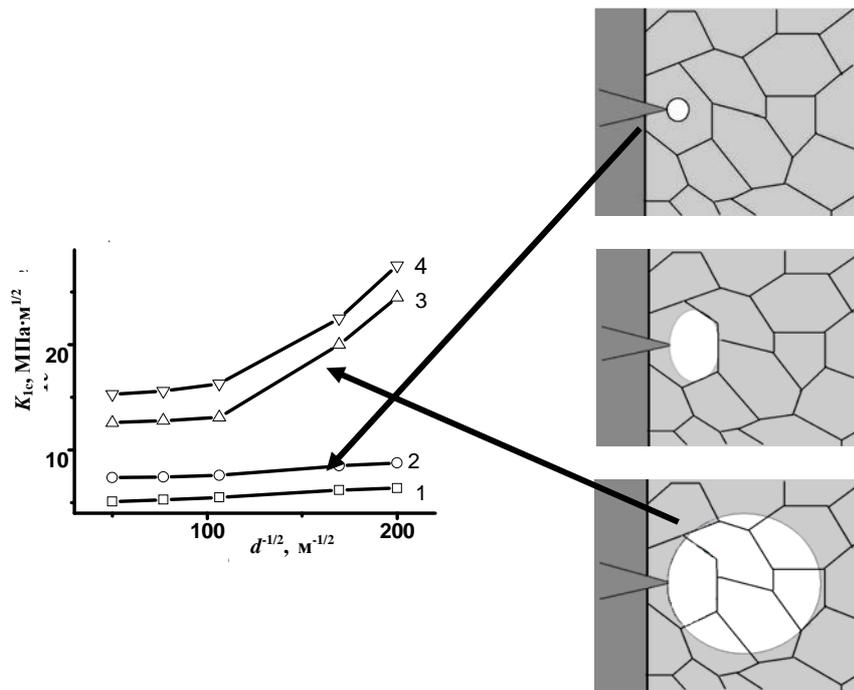


Рис. 5. Зависимость величины пластической зоны от размера зерна для сплава ЦМ-10 при температурах испытаний 77 (1), 150 (2), 273 (3) и 323 К (4).

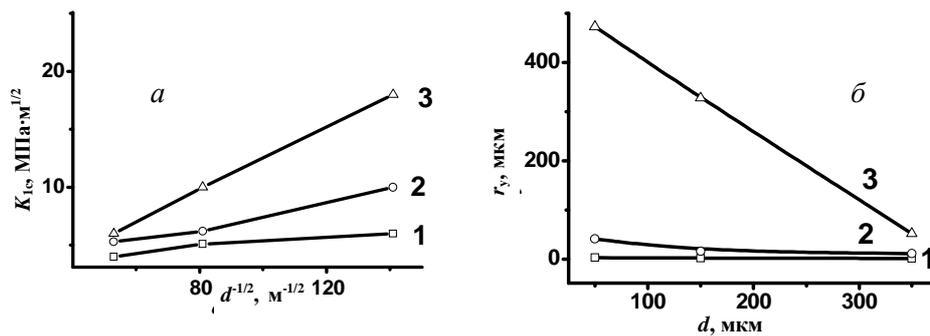
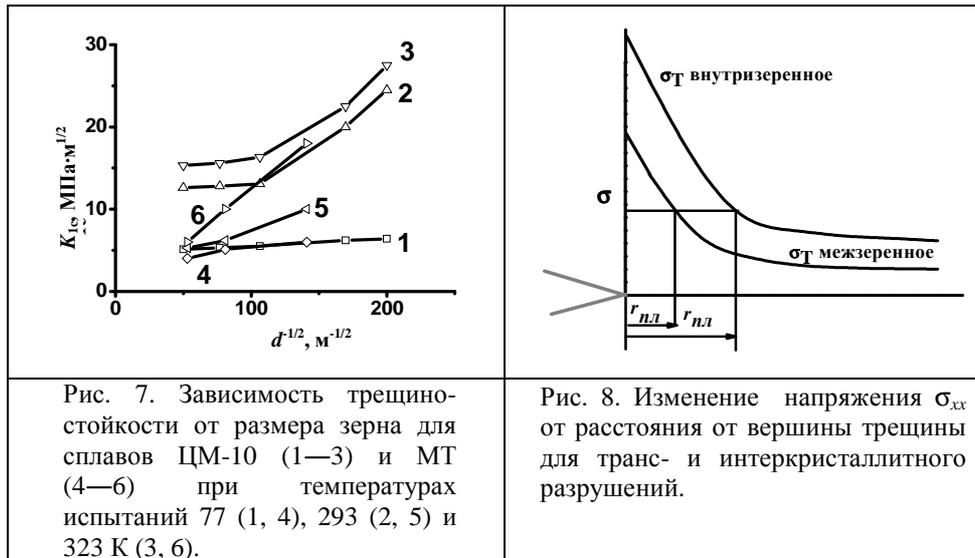


Рис. 6. Зависимость трещиностойкости (а) и размера пластической зоны (б) от размера зерна для сплава МТ при температурах испытаний 77 (1), 273 (2) и 373 К (3).

влияние размера на вязкость разрушения выражено существенно сильнее. На рис. 8 схематически показано изменение напряжения σ_{xx} от расстояния от вершины трещины для транс- и интеркристаллитного разрушений. Очевидно, что в случае острых трещин в обоих разрушениях в вершине трещины реализуется теоретическая прочность на отрыв:

$$\sigma_{xx} = \sqrt{\frac{2\gamma E}{na}}$$

Для хрупкого транскристаллитного разрушения γ представляет собой истинную поверхностную энергию. В этом случае $\sigma_{xx} = E/10 - E/30$ (точное значение зависит от типа кристаллической решетки и характера межатом-



ной связи (Келли)). В случае межзеренного разрушения теоретическая прочность на отрыв ниже на величину, по крайней мере, $1/2\gamma_f$. Действительно, поверхностная энергия еще ниже из-за сегрегации примеси на границах зерен [9]. По этой причине кривая зависимости $\sigma_{теор}$ от расстояния проходит существенно ниже. Очевидно, что, принимая одно и то же значение напряжения течения, получим разный размер пластической зоны, так что r_y транскристаллитного разрушения всегда больше r_y интеркристаллитного.

По этой причине в случае транскристаллитного разрушения внутрь пластической зоны попадает значительно большее количество зерен, чем в случае интеркристаллитного, что и обуславливает более сильную зависимость трещиностойкости от размера зерна для транскристаллитного разрушения. Относительно слабая зависимость трещиностойкости от размера зерна при низких температурах и для транс- и для интеркристаллитного разрушений объясняется тем, что пластическая зона существенно меньше размера зерна и разрушение носит полностью хрупкий характер.

Типичные изломы для сплава МЧВП при разрушении при комнатной температуре приведены на рис. 9. При фрактографических исследованиях установлено, что с уменьшением размера зерна от 550 до 14 мкм происходит смена механизма разрушения от интеркристаллитного со сколом до вязкого ямочного. Причем разрушение крупнозернистых образцов (550—400 мкм) начинается интеркристаллитно, долом происходит сколом (рис. 9, а, б). На границах зерен наблюдаются следы пластической деформации, в теле зерен обнаружены поры диаметром до 2 мкм, на поверхности зерна — выделения карбидов молибдена. Уменьшение размера зерна на порядок (65 мкм) приводит к разрушению сколом, которому предшествует интенсивное меж- и внутризеренное расслоение с формированием вязкой трещины со стадией подрастания (рис. 9, в). В мелкозернистых образцах (14—17 мкм) увеличивается количество трещин расслоения с переходом при разрушении от стадии расслоения со сколом к расслоению с ямками (рис. 9, д, е).

Представляет интерес то обстоятельство, что, несмотря на высокую чистоту молибдена МЧВП, при размерах зерен 560 и 400 мкм излом

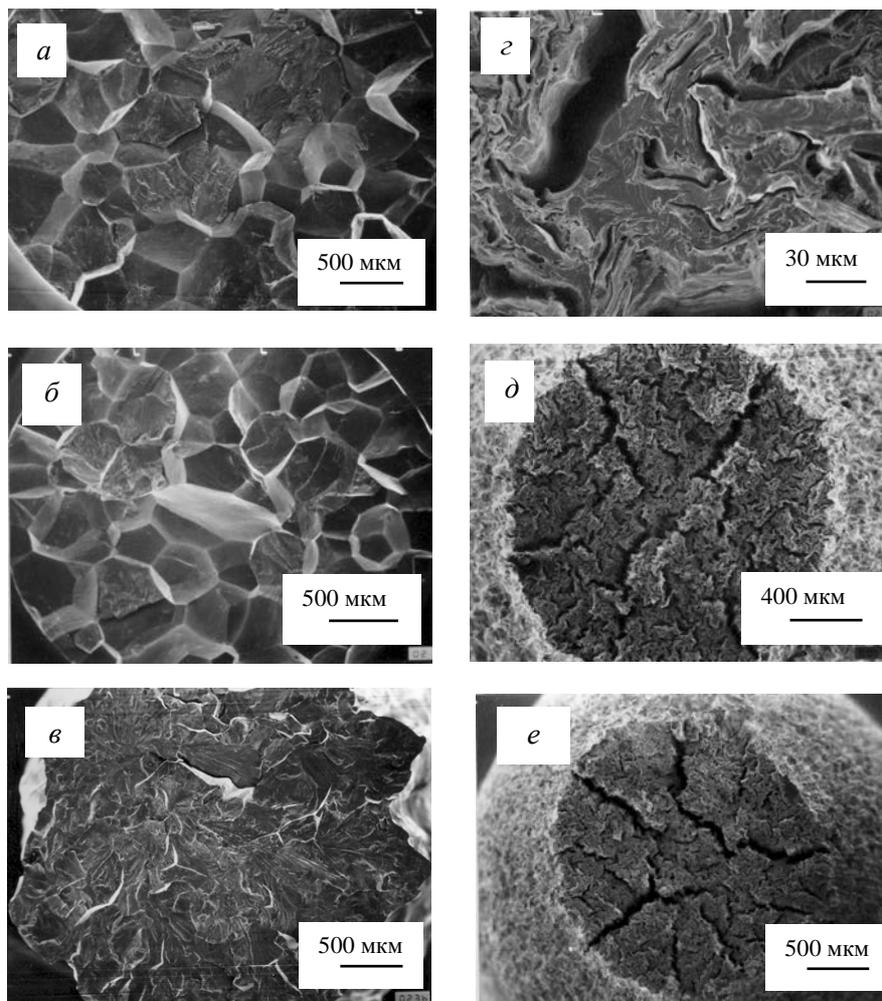


Рис. 9. Поверхность разрушения образцов сплава МЧВП с разным размером зерна, мкм: *a* — 550; *б* — 400; *в* — 145; *г* — 65; *д* — 23; *е* — 14.

полностью интеркристаллитный. Уменьшение размера зерна устраняет интеркристаллитный излом, в изломе появляются расслаивающие трещины ($d_3 = 145$ мкм), а при дальнейшем уменьшении размера зерна излом становится полностью вязким, ямочным (рис. 9, *д*, *е*). Как известно, примеси практически нерастворимы в решетке молибдена и по этой причине они в реальном сплаве находятся в виде сегрегаций или тонких выделений на границах зерен. Поэтому образцы сплава МЧВП с крупным зерном разрушаются интеркристаллитно. Поскольку при уменьшении размера зерна суммарная поверхность границ зерен увеличивается, концентрация примесей на границах уменьшается по аналогичному закону, что и приводит к устранению межзеренного разрушения. Появление вязкого ямочного излома обусловлено глубокой очисткой внутренних объемов зерен благодаря сегрегации оставшихся примесей из внутренних объемов на развитую поверхность границ раздела. Влияние размера зерна на механические свойства молибдена (предел текучести, прочность и температуру хладноломкости) детально исследовалось ранее ([9] и др.).

При этом было четко показано, что уменьшение размера приводит к понижению нижней температуры хладноломкости T_x^H :

$$T_x^H = \frac{U_0}{3k \left\{ \ln \left[\left(\frac{\beta G \gamma_0}{K_y} - K_y \right) d_{эфф}^{-1/2} - \sum_i \sigma_i \right] - \ln C_1 \cdot \sqrt[3]{\epsilon} \right\}}$$

В то же время в этих работах исследования влияния структуры, в частности размера зерна, на верхнюю T_x^B не проводилось. Из данных, приведенных на рис. 10, следует, что если для размеров зерен 560 и 400 мкм верхняя температура хладноломкости находится выше $T_{комн}$, то для размеров зерен 24 и 17 мкм — ниже. Недостаточное количество материала не позволило провести испытания в широком интервале температур. Также не были проведены испытания на трещиностойкость на образцах с надрезом.

Вместе с тем данные, полученные нами по механическим свойствам и изломам, позволяют оценить вязкость разрушения как для малых размеров зерен, так и для больших. Полагая в случае вязкого разрушения, что $\gamma_{эфф} = \sigma_T \cdot h$, где h — глубина ямки, и принимая во внимание, что глубина ямки примерно равна диаметру ямок на поверхности разрушения, K_c рассчитывали по формуле $K_c = \sqrt{\gamma_{эфф} \cdot E}$. В случае хрупких изломов вязкость разрушения определяли по формуле $K_c = \sigma_p \sqrt{\pi \cdot c}$, где c — размер зерна. По полученным данным определяли коэффициент K_y , который оказался равен 3. Ранее [9] было найдено, что в молибдене обычной чистоты K_y равен 4—5,7 и существенно понижается до 2—3, если дополнительно легировать молибден элементами, которые вытесняют примеси внедрения с границ зерен.

Таким образом, смена механизма разрушения происходит вследствие как повышения прочности межзеренного сцепления за счет очистки границ зерен, так и пластифицирования тела зерен также за счет очистки, то есть более однородного протекания пластической деформации и невозможности создания достаточных напряжений для раскрытия межзеренных трещин при уменьшении размера зерна. Зависимость вязкости разрушения от размера зерна можно объяснить, исходя из энергетических соображений. Как показано в работе [10], зависимость вязкости разрушения от

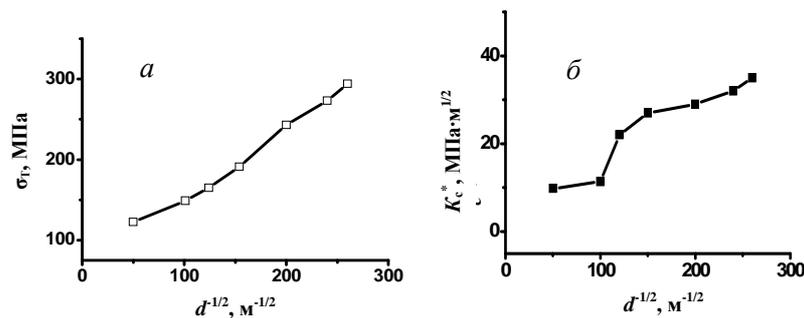


Рис. 10. Зависимость предела текучести (а) и вязкости разрушения (б) от размера зерна для сплава МЧВП.

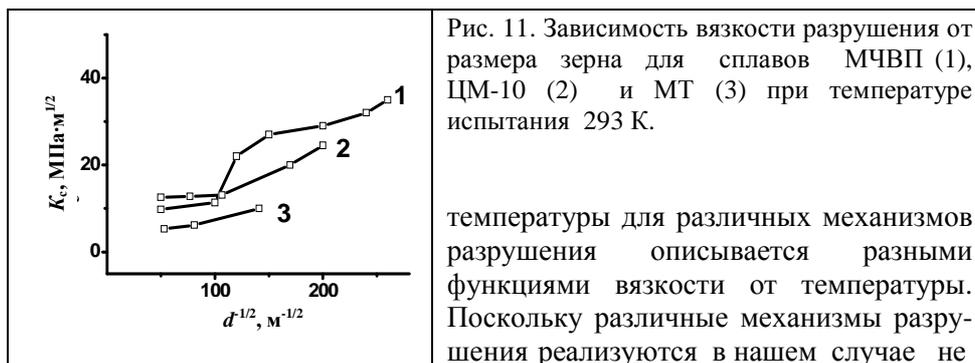


Рис. 11. Зависимость вязкости разрушения от размера зерна для сплавов МЧВП (1), ЦМ-10 (2) и МТ (3) при температуре испытания 293 К.

температуры для различных механизмов разрушения описывается разными функциями вязкости от температуры. Поскольку различные механизмы разрушения реализуются в нашем случае не

при одном размере зерна, а в интервале значений, то можно, аналогично работе [10], представить зависимость вязкости разрушения от размера зерна как некую обобщенную кривую, состоящую из участков, которые описываются зависимостью вязкости разрушения от размера зерна для конкретного механизма разрушения. На рис. 10 на начальном участке от 550 до 90 мкм зависимость вязкости разрушения от размера зерна описывается зависимостью межзеренного разрушения сколом, на участке от 90 до 65 мкм — зависимостью для скола, от 65 до 25 мкм — зависимостью расслоения со сколом и от 25 до 14 мкм — зависимостью расслоения с ямками.

На рис. 11 представлена зависимость K_c от размера зерна для сплавов МЧВП, ЦМ-10 и МТ при комнатной температуре. Очевидно, что в крупнозернистом состоянии сплав ЦМ-10 по трещиностойкости превосходит сплавы МЧВП и МТ, разрушающиеся интеркристаллитно, а в мелкозернистом — сплав МЧВП благодаря вязкому разрушению проявляет наивысшую вязкость разрушения.

Таким образом, из представленных результатов можно сделать следующие выводы.

Обнаружено, что зависимость трещиностойкости от размера зерна для сплава ЦМ-10 не подчиняется уравнению Холла—Петча. При повышении температуры наблюдается усиление зависимости трещиностойкости от размера зерна. Это обусловлено влиянием температуры на соотношение размера пластической зоны в вершине трещины r_y и размера зерна d . При низких температурах $r_y/d < 1$ и трещиностойкость слабо зависит от размера зерна. Резкое усиление зависимости трещиностойкости от размера зерна наблюдается при $r_y/d \geq 1$.

Показано, что при межзеренном характере разрушения, в отличие от транскристаллитного, в изученном диапазоне размеров зерен и температур зависимость трещиностойкости от размера зерна подчиняется уравнению типа Холла—Петча в связи с тем, что размер пластической зоны существенно меньше размера зерна и эффект “касания” пластической зоны границы зерна не имеет места.

Уменьшение размера пластической зоны обусловлено снижением истинной поверхностной энергии разрушения при переходе от транскристаллитного разрушения к интеркристаллитному и, соответственно, уровня максимально возможных растягивающих напряжений в вершине трещины.

Установлено, что в поликристаллическом молибдене высокой чистоты при уменьшении размера зерна происходит смена механизмов разрушения

от хрупкого межзеренного к транскристаллитному сколом и к вязкому, ямочному. Таким образом, уменьшение размера зерна приводит к снижению не только нижней границы температурного интервала вязкохрупкого перехода в соответствии с представлениями Стро, Трефилова и Мильмана, но и верхней границы интервала хладноломкости.

1. *Roberts S. G.* Modelling brittle-ductile transitions // *Multiscale Phenomena in Plasticity*. — Kluwer Academic Press, 2000. — P. 349—364.
2. *Roberts S. G.* Modelling the upper yield point and the brittle-to-ductile transitions of silicon wafers in three-point bend tests // *Phil. Mag.* — 2006. — **86**. — P. 4099—4116.
3. *Giannattasio A., Tanaka M.* An empirical correlation between temperature and activation energy for brittle-to-ductile transitions in single-phase materials // *Phys. Scripta*. — 2007. — **128**. — P. 87—90.
4. *Tanaka M., Wilkinson A. J. and Roberts S. G.* Brittle-to-ductile transition of polycrystalline iron-chromium // *J. Nucl. Mater.* — 2007. — No. 3. — P. 524—527.
5. *Noronha S. J., Roberts S. G.* Modeling the initiation of cleavage fracture of ferritic // *Acta Mater.* — 2002. — **50**. — P. 1229—1244.
6. *Романив О. Н.* Вязкость разрушения конструкционных сталей. — М.: Металлургия, 1979. — 176 с.
7. *Красовский А. Я.* Физические основы прочности. — К.: Наук. думка, 1977. — 140 с.
8. *Мешков Ю. Я., Пахаренко Г. А.* Структура металла и хрупкость стальных изделий. — К.: Наук. думка, 1985. — 265 с.
9. *Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А.* Физические основы прочности и пластичности. — К.: Наук. думка, 1975. — 315 с.
10. *Трефилов В. И., Фирстов С. А., Васильев А. Д.* Механизмы и вязкость разрушения объемно центрированных кубических металлов // *Докл. АН СССР*. — 1988. — **300**, № 4. — С. 862—865.

