## Вплив динамічної рекристалізації на напруження плину під час деформації сплавів на основі Ti—Si—Al—Zr

## Д. М. Бродніковський

## Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України, Київ, e-mail: d.brodnikovskyi@gmail.com

На сплавах системи Ti—Si—Al—Zr досліджено вплив наявності частинок силіциду на протікання динамічної рекристалізації. Вивчено вплив умов деформації на її механізм та структуру, що формується. Показано, що наявність частинок силіциду зміцнює сплав майже у 2 рази в температурному інтервалі 20—600 °C, сприяє протіканню динамічної рекристалізації при більш високих температурах і подрібненню зеренної структури. Різке знеміцнення сплавів з частинками силіцидів вище 600 °C пояснюється зміною механізму деформації. Наявність всіх рис деформування в умовах надпластичності свідчить про зростання вкладу у деформацію зернограничного прослизання.

**Ключові слова:** динамічна рекристалізація, деформація, швидкість деформації, процеси знеміцнення, структуроутворення, розмір зерен, тверді частинки другої фази.

#### Вступ

Вперше проявлення динамічної рекристалізації (ДР) досліджено на кривих деформування [1, 2]. Закономірності цього явища вивчалися у роботах Р. Кана, Р. Хонікомба, К. Россарда, П. Блейна, Ю. Ф. Кокса, М. Л. Бернштейна, Л. М. Ларікова, С. С. Горелика, О. А. Кайбишева, Ж.-П. Пуарьє, Ю. В. Мільмана, В. О. Ліхачова, Р. З. Валієва.

Формування структури сплавів при ДР визначається в основному підбором температурно-швидкісних параметрів деформації, на значення яких впливає енергія дефекту пакування [2, 3]. Встановлено, що дрібнозеренна структура утворюється при ДР в процесі деформування внаслідок еволюції дислокаційної структури, яка приводить до створення та зростання розорієнтації границь полігональної структури або "випучення" ("bulging") великокутових границь зерен [1, 4].

Формування однорідної дрібнозеренної структури порушується в умовах, коли великі відрізки границь зерен отримують можливість рухатися і ДР проходить як результат "вимітання" дефектів деформації при русі цих відрізків границь [1, 3, 4]. В роботі [5] встановлено емпіричну залежність розміру дрібних зерен, що формуються при ДР, від зміни в деякому інтервалі параметра Зінера—Холломона. Відомими є також залежності при ДР розмірів зерна та полігонів від напруги деформації [1].

На зростання щільності дислокацій та їх розподіл по об'єму матеріалу впливає наявність частинок другої фази. На прикладі сталей Бернштейн показав [6], що дослідження впливу частинок другої фази на ДР відкриває нові можливості керування структурою та властивостями двофазних

© Д. М. Бродніковський, 2014 **138**  сплавів. Однак кількість робіт по вивченню впливу частинок другої фази на ДР обмежена, на відміну від вивчення їх впливу на статичну рекристалізацію після холодної деформації. В роботах В. І. Трефілова та С. О. Фірстова [7] досліджено вплив атмосфер Коттрелла та дисперсних виділень на стабілізацію субзеренної структури, формування якої є першою стадією ДР [1]. Але вплив на ДР великих частинок, які згідно з роботами Ю. В. Мільмана [8], впливають на розподіл дислокацій і приводять до "побічного" зміцнення, практично не вивчався. У роботі [9] досліджено залежність наявності частинок другої фази на характер деформації та руйнування сплавів на основі титану.

Метою роботи є дослідження впливу частинок силіциду  $Ti_5Si_3$  розміром 0,5—2 мкм на механічні властивості, механізм деформації та формування структури в процесі деформації при підвищеній температурі в сплавах системи Ti—Si.

#### Матеріали та методика досліджень

Для дослідження вибрано сплави системи Ti—Si—Al—Zr, які є перспективними для практичного використання та дозволяють отримати структури з виділеннями частинок силіцидів  $Ti_5Si_3$ , що не деформуються при деформації сплаву. Дані про методи одержання сплавів, їх хімічний та фазовий склад представлено у таблиці.

Структурні дослідження проведено за допомогою оптичної (Jenaphot-2000) та електронної мікроскопії на просвіт (JEM–100CX). Механічні випробування на одновісний розтяг та стиск проводили на установці виробництва НИКИМП типу 1246 у вакуумі  $2 \cdot 10^{-3}$  Па зі швидкостями деформації  $\varepsilon_1 = 1,4 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> та  $\varepsilon_2 = 1,8 \cdot 10^{-4}$  с<sup>-1</sup>. Фазовий склад визначали методами рентгенофазового аналізу та мікродифракції.

#### Результати експериментів та їх обговорення

Для дослідження впливу частинок силіциду на структуроутворення та механічні властивості отримано сплави з різним твердорозчинним зміцненням титану алюмінієм і цирконієм, нелеговані та леговані кремнієм

Номер сплаву	Хімічний склад сплаву, % (ат.)	Стан матеріалу	Фазовий склад
1	Ti—14,5Al—1Zr—	Кований	α-Ti (Al, Zr, Si),
	2,251	$(\varepsilon = 1,6; 1100 ^{\circ}\text{C})$	Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub>
2	Ti—17Al—1,5Zr—	Кований	α-Ti (Al, Zr, Si),
	1,9Si	$(\varepsilon = 1,6; 1100 \ ^{\circ}C)$	α <sub>2</sub> -Ti (Al, Zr, Si),
			β-Ti (Al, Zr, Si),
			Ti5Si3
3	Ti—14,6Al—1Zr	Осаджений	α-Ti (Al, Zr),
		$(\varepsilon = 1,6; 1100 ^{\circ}\text{C})$	α <sub>2</sub> -Ti (Al, Zr),
			β-Ti (Al, Zr)
4	Ti—16,6Al—1,5Zr	Осаджений	α-Ti (Al, Zr),
		$(\varepsilon = 1,6; 1100 \ ^{\circ}C)$	$\alpha_2$ -Ti (Al, Zr),
			β-Ti (Al, Zr)

Характеристики досліджених сплавів, отриманих індукційною плавкою

(сплави 1—4, таблиця). Визначено, що добавка кремнію приводить до збільшення границі плинності сплавів до двох разів в температурному інтервалі 20—600 °C та появи різкого знеміцнення вище температури 600 °C (рис. 1, *a*). Зменшення границі плинності при розтягуванні порівняно із стисканням (рис. 1,  $\delta$ ) пояснюють руйнуванням по міжфазних границях в результаті дії розтягуючих напружень і називають SD-ефектом [10]:

$$SD = \frac{\sigma_{0,2}^c - \sigma_{0,2}^p}{\sigma_{0,2}^c} \cdot 100\%,$$
(1)

де  $\sigma_{0,2}^c$  та  $\sigma_{0,2}^p$  — границя плинності при випробуванні на стиск та розтяг відповідно.

Згідно з рівнянням (1), SD-ефект, який спостерігається у температурному інтервалі 20—600 °С, досягає 30%.

Суттєва різниця у значеннях границі плинності сплавів без та з частинками Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> при низьких температурах (рис. 1, *a*) зумовлена не стільки дисперсним зміцненням (об'ємна доля частинок — ~0,035 та розмір їх досить великий — 0,5—2 мкм), а, скоріше за все, так званим "непрямим" дисперсним зміцненням (за термінологією Ю. В. Мільмана [8]). Частинки другої фази призводять до зменшення ефективного розміру зерен *d* та, відповідно, підвищення щільності дислокацій р при постійній величині деформації, оскільки  $\rho ~ 1/d$ )є = const, що викликає збільшення деформаційного зміцнення.



Рис. 1. Температурні залежності границі плинності сплавів системи Ti—Si—(Al—Zr) при випробуванні на стиск (*a*) та стиск і розтяг (*б*). Сплави 1, 2 — леговані, а 3, 4 — нелеговані кремнієм (таблиця).



Рис. 2. Криві навантаження в координатах істинні деформація напруження сплаву Ті—17АІ—1,5Zг—1,9Si з частинками силіцидів (*a*) та сплаву Ті—16,6АІ—1,5Zг без частинок (б) в залежності від температури та швидкості деформації: 1—700 °С,  $\xi_1$ \*; 2—700 °С,  $\xi_2$ \*; 3—800 °С,  $\xi_1$ ; 4—800 °С,  $\xi_2$ , \* $\xi_1$ =1,4·10<sup>-3</sup> c<sup>-1</sup>;  $\xi_2$ =1,8·10<sup>-4</sup> c<sup>-1</sup>.



Рис. 3. Мікроструктури сплаву Ті—17А1—1,5Zr—1,9Si у вихідному стані (*a*) та після деформації розтягуванням при 700 °С з  $\dot{\varepsilon}_2 = 1,8 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  (*б*) (ТЕМ).

При температурі вище 600 °С різниця у міцності сплавів з частинками та без них починає зникати. Криві навантаження в координатах істинні деформація—напруження при стисканні вище 600 °С демонструють також падіння напруження плину із зростанням деформації у сплавах з силіцидами (рис. 2, a). Знеміцнення відсутнє у сплавах без силіцидів при таких самих умовах випробування (рис. 2,  $\delta$ ).

Електронно-мікроскопічними дослідженнями на просвіт встановлено протікання явища динамічної рекристалізації з подрібненням зерен у сплаві 4 після випробування на розтяг при 700 °C зі швидкістю деформації  $1,8\cdot10^{-4}$  с<sup>-1</sup> (рис. 3). Навколо скупчення частинок силіцидів має місце подрібнення зеренної структури (рис. 3,  $\delta$ ). Це свідчить, що знеміцнення супроводжується протіканням ДР.

При постійній швидкості руху захвату істинні деформація та напруження розраховані з використанням експериментальної кривої навантаження зразків за формулами

$$\sigma_i = \frac{P_i}{F_i}; \quad F_i = \frac{h_0 F_0}{h_0 - \Delta h_i}; \quad \varepsilon_i = \operatorname{Ln}\left(\frac{h_0}{h_0 - \Delta h_i}\right), \tag{2}$$

де  $\sigma_i$ ,  $\varepsilon_i$  та  $F_i$  — поточні значення істинного напруження, деформації та площі перетину зразка;  $P_i$  та  $\Delta h_i$  — поточні значення навантаження та вкорочення висоти зразка, визначені з кривої навантаження;  $F_0$  та  $h_0$  вихідні значення площі перетину та висоти зразка.

Криві деформації при розтягуванні побудовані по даним кривої навантаження тільки до початку формування шийки. Остання точка на них визначається з використанням значень навантаження та площі перетину зразка у момент руйнування. При цьому падіння напруження із зростанням деформації спостерігається тільки у випадку випробування при 700 °C та  $\varepsilon_2 = 1,8 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$  (рис. 4, крива 2).

Особливістю випробування в цих умовах є відсутність утворення шийки, що свідчить про підвищення сталості деформації. Підвищення сталості деформування при 700 °С та  $\dot{\epsilon}_2 = 1,8\cdot10^{-4}$  с<sup>-1</sup> також проявляється у зростанні рівномірного відносного подовження до 40% (рис. 5, *a*) та до 0,4 — показника швидкісної чутливості напруження плину *m* (рис. 5, *б*), який розраховували за рівнянням

$$\sigma = K \acute{\epsilon}^m, \tag{3}$$

де σ — напруження плину; *К* — стала; є́ — швидкість деформації; *m* — показник швидкісної чутливості.

При цьому напруження плину і при стисканні і при розтягуванні зменшується більш ніж у 1,5 рази (рис. 2, *a* та 4, криві 2).

141



Рис. 5. Температурні залежності рівномірного відносного подовження (*a*) та показника швидкісної чутливості напруження плину ( $\delta$ ) сплавів на основі титану при випробуванні на розтягування зі швидкістю деформації  $\dot{\varepsilon} = 1,8 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ :  $\Delta$  — Ti—16,6Al—1,5Zr;  $\blacksquare$  — Ti—17Al—1,5Zr—1,9Si.



Рис. 6. Мікроструктури зразків сплаву Ті—17АІ—1,5Zг—1,9Si у вихідному стані (*a*) та деформованому на 40% ( $\delta$ ) при випробуванні на розтягування при T = 700 °C та  $\epsilon_1 = 1,4 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> (CEM).

Таким чином, викликана наявністю частинок силіцидів динамічна рекристалізація обумовлює появу у сплаві всіх характерних складових структурної надпластичності: дрібного зерна, значної деформації без утворення шийки, значного зниження напруження плину та високої його чутливості до швидкості деформації. Дослідження структури при розвитку ДР виявляє пори на границях зерен (рис. 6). Це свідчить про внесок у деформацію механізму прослизання по границях зерен, який діє при реалізації структурної надпластичності.

#### Висновки

На прикладі сплавів системи Ті—Si показано, що наявність твердих частинок силіцидів Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> розміром 0,5—2 мкм сприяє протіканню

динамічної рекристалізації. Вплив частинок пояснюється підвищенням навколо них щільності дислокацій.

В умовах подрібнення зерен при ДР спостерігається надпластичність, яка проявляється у підвищенні стабільності деформації: відсутнє утворення шийки при розтягуванні та зростає рівномірне відносне подовження, збільшується швидкісна залежність напруження плину і його величина знижується більш ніж у 1,5 рази, з'являються признаки деформації прослизанням по границях зерен.

- 1. *Пуарье Ж.-П*. Ползучесть кристаллов. Механизмы деформации металлов, керамики и минералов при высоких температурах. М. : Мир, 1988. 287 с.
- 2. Горелик С. С. Рекристаллизация металлов и сплавов. М. : Металлургия, 1978. 568 с.
- 3. Беляев С. П. Динамическая рекристаллизация алюминия / [С. П. Беляев, В. А. Лихачев, М. М. Мышляев, О. Н. Сеньков] // Физика металлов и металловедение. 1981. 52, № 3. С. 617—626.
- Montheillet F. Dynamic recrystallization of low stacking fault energy metals / F. Montheillet, J.-Ph. Thomas // Proc. of the NATO Advanced Research Working on Metallic Materials with High Structural Efficiency, Kyiv, Ukraine: 7–13 september 2003. – 146. – P. 357–368.
- 5. Юркова А. И. Структура и механические свойства железа после поверхностной интенсивной пластической деформации трением. 1. Особенности формирования структуры / А. И. Юркова, Ю. В. Мильман, А. В. Бякова // Деформация и разрушение материалов. 2009. № 1. С. 2—11.
- 6. Диаграммы горячей деформации, структура и свойства сталей / Под редакцией М. Л. Бернштейна. М. : Металлургия, 1989. 544 с.
- Трефилов В. И., Фирстов С. А. Физика прочности и некоторые проблемы создания новых материалов // Фазовые и структурные превращения и метастабильные состояния в металлах / Под ред. В. Н. Гриднева, В. И. Трефилов — К. : Наук. думка, 1988. — 281 с.
- 8. *Трефилов В. И.* Физические основы прочности тугоплавких металлов / В. И. Трефилов, Ю. В. Мильман, С. А. Фирстов. — К. : Наук. думка, 1975. — 316 с.
- Бродниковский Д. Н. Влияние недеформируемых частиц силицида на характер деформации сплавов на основе титана при повышенных температурах / [Д. Н. Бродниковский, А. В. Головаш, С. В. Ткаченко и др.] // Металлофизика и новейшие технологии. — 2006. — № 28. — С. 165—174.
- Olsen R. J. The strength differential in two-phase alloys / R. J. Olsen, G. S. Ansell // Trans. ASM. — 1969. — 69. — P. 711—719.

## Влияние динамической рекристаллизации на напряжение течения при деформации сплавов на основе Ti—Si—Al—Zr

#### Д. Н. Бродниковский

На сплавах системы Ti—Si—Al—Zr исследовано влияние наличия частиц силицида на протекание динамической рекристаллизации. Изучено влияние условий деформации на ее механизм и формирование структуры. Показано, что наличие частиц силицида упрочняет сплав почти в 2 раза в температурном интервале 20—600 °C, способствует протеканию динамической рекристаллизации при более высоких температурах и измельчению зеренной структуры. Резкое разупрочнение сплавов с частицами силицидов выше 600 °C объясняется изменением механизма деформации. Наличие всех черт *деформирования в условиях сверхпластичности свидетельствует о росте вклада в деформацию механизма проскальзывания по границам зерен.* 

**Ключевые слова**: динамическая рекристаллизация, деформация, скорость деформации, процессы разупрочнения, структурообразование, размер зерен, твердые частицы второй фазы.

# The influence of dynamic recrystallization on flow stress during deformation based alloys Ti—Si—Al—Zr

## Dmytro Brodnikovsky

On the alloys of the Ti—Si—Al—Zr studied the effect of the presence of particles of silicide on the course of dynamic recrystallization. Studied the effect of deformation conditions on the deformation mechanism and the formation of structure. It is shown that the presence of particles of the silicide alloy hardens almost in two times in the temperature interval 20—600 ° C, promotes the dynamic recrystallization at higher temperatures, and grinding grain structure. The sharp weakening of alloys with particles above 600 °C silicides explained by a change in the deformation mechanism. Having all the features of a superplastic deformation indicates a growing contribution to the deformation mechanism of grain boundary sliding.

*Keywords*: *dynamic recrystallization, strain, strain rate, softening processes, structure, grain size of the solid particles of the second phase.*