

## ОСОБЕННОСТИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОГО ВАНАДИЯ В УСЛОВИЯХ ВСЕСТОРОННЕГО СЖАТИЯ И НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР

*А.В.Мац, Я.Д.Стародубов, П.А.Хаймович*

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,  
Украина, 61108, г.Харьков, ул.Академическая, 1*

На прикладі полікристалічного ванадію досліджено можливість обробки квазігідроекструзією при 20 К малопластичного і досить міцного при цій температурі металу з ОЦК-граткою. Виявлено, що втрата стійкості плинину заготовки крізь матрицю, яка спостерігається при певних співвідношеннях розмірів пресуємої заготовки і робочого обладнання, приводить до утворення періодично розташованих звужень («шийок») уздовж одержуваного екструдату. Показано, що у випадку виникнення в заготовці поблизу робочої зони матриці великих розтягуючих напруг, що приводять до виникнення й розвитку шийок під час протікання екструзії, гальмується утворення в металі високодисперсної дефектної структури, відповідальної за досягнення високих механічних властивостей при нормальному ході низькотемпературної квазігідроекструзії.

На примере поликристаллического ванадия исследована возможность обработки квазигидроэкструзией при 20 К малопластичного и достаточно прочного при этой температуре металла с ОЦК-решеткой. Обнаружено, что наблюдаемая при определенных соотношениях размеров прессуемой заготовки и рабочей оснастки потеря устойчивости течения заготовки через матрицу приводит к образованию периодически расположенных сужений («шеек») вдоль получаемого экструдата. Показано, что в случае возникновения в заготовке вблизи рабочей зоны матрицы больших растягивающих напряжений, приводящих к возникновению и развитию шеек во время протекания экструзии, тормозится образование в металле высокодисперсной дефектной структуры, ответственной за достижение высоких механических свойств при нормально протекающей низкотемпературной квазигидроэкструзии.

On an example of polycrystalline vanadium the capability of processing by quasihydroextrusion at 20K of volume-centered metal enough strong at this temperature is investigated. It is revealed, that observed at definite ratio of the sizes of extruded bar and working equipment the loss of stability of flow of bar through a matrix results in formation of the in batches arranged narrowing ("necks") along a received extrudate. It is noted, that in case of originating in bar near to a working area of a matrix of large tensile stresses resulting in to originating and development of necks during weep of extrude, the formation in metal of highly dispersive defective frame, accountable for achievement of high mechanical properties at normally flowing past by cold quasihydroextrusion is inhibited.

### Введение

Деформирование металлов в экстремальных условиях одновременно действующих всестороннего сжатия и низкой (криогенной) температуры открывает широкие возможности в создании структур с высокой степенью дефектности и, как следствие, обеспечивает достижение высоких механических характеристик у подвергнутых такой обработке объектов. Его осуществление связано с рядом особенностей, определяемых, в частности, противоречивостью требований к условиям такого деформирования. С одной стороны, необходимость приложения усилий всестороннего сжатия требует наличия промежуточной среды, способной передавать на деформируемый объект гидростатическое или близкое к гидростатическому давление достаточно большой величины. С другой, - жидкости, посредством которых обычно осуществляют деформирование в гидростатических условиях (гидроэкструзию), при криогенных температурах переходят в твердое состояние, механические характеристики их с понижением температуры изменяются достаточно резко, что исключает их использование в качестве гидростатической среды для осуществления пластического деформирования металлов при высоких давлениях в условиях криогенных температур. Выход из создавшегося

положения был найден применением в качестве передающей давление среды твердых материалов с высоким (по сравнению с обрабатываемыми объектами) уровнем пластичности, мало меняющимся в интересующей нас температурной области [1]. Такой вид деформирования авторами этого метода был назван низкотемпературной квазигидроэкструзией. Эксперименты подтвердили предположения о возможности создания при низкотемпературной квазигидроэкструзии необычных структур, обеспечивающих металлу высокие физико-механические характеристики [2-4]. Однако большая часть этих исследований осуществлялась на металлах с ГЦК-решеткой при температуре, как правило, 77 К и лишь в отдельных случаях при 20 К [5,6]. Информация о деформировании квазигидроэкструзией металлов с ОЦК или ГПУ-решеткой при температуре ниже 77 К вообще отсутствует.

Представляло интерес проверить применимость обработки квазигидроэкструзией при столь низкой (20 К) температуре металла с ОЦК-решеткой, достаточно прочного в исходном состоянии, получить информацию о формирующейся при этом дефектной структуре и о влиянии этой обработки на механические свойства. В настоящей работе такие исследования были проведены на поликристаллическом ванадии.

## Материал и методика

Исследованиям подвергался поликристаллический ванадий со следующим процентным (по весу) содержанием примесей: С – 0,02; N < 0,005; O – 0,01; H < 0,001; Fe – 0,06; Si – 0,07; Al – 0,1. Были изготовлены заготовки диаметром 4,5 мм и длиной 20 мм. Их предварительно отжигали при 1273 К в течение двух часов в вакууме  $1,33 \cdot 10^{-4}$  Па (средний размер зерна 300 мкм), а затем подвергали однократному квазигидроэкструдированию при 20 К в специальной установке по описанной ранее методике [1], диаметр канала контейнера высокого давления составлял 7 мм. В качестве передающей среды был использован индий. Степень деформации при экструдировании вычисляли по обычной формуле  $\delta = [(d_0^2 - d_k^2) / d_0^2] \cdot 100\%$ , где  $d_0$  – и  $d_k$  – соответственно начальный диаметр заготовки и диаметр экструдата.

Структуру экструдированного ванадия исследовали на электронном микроскопе ЭМВ – 100БР, изменения механических характеристик контролировали измерениями микротвердости  $H_u$  на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке на инденторе 50 г. Образцы для электронной микроскопии и для измерений микротвердости вырезали электроискровым методом в продольном осевом сечении экструдатов. Поверхность их затем шлифовалась и подвергалась электролитической полировке в водном растворе серной кислоты.

## Результаты исследования и их обсуждение

При квазигидроэкструдировании заготовок вплоть до  $\delta = 20\%$  каких-либо особенностей в характере их деформирования не наблюдалось, получаемый экструдат имел постоянный диаметр по длине, соответствующий диаметру очага применяемой матрицы. При более высоких степенях деформации наблюдалась периодическая потеря устойчивости пластического течения при прохождении заготовки через матрицу, что проявлялось в образовании ряда сужений (шеек) по длине получаемого экструдата. Такое явление при гидроэкструзии известно, объясняется оно особенностью распределения сил, действующих на заготовку в условиях конкретного эксперимента, когда в силу тех или иных причин нарушаются условия гидростатичности. Так, авторы [7] наблюдали даже полное перекусывание заготовки в контейнере высокого давления при обычной (жидкостной) гидроэкструзии, когда диаметр заготовки был близок к диаметру канала высокого давления, и проникновение жидкости между телом заготовки и стенкой контейнера было затруднено. В нашем случае объяснением может служить снижение «гидростатичности» нашей среды – индия – в условиях столь глубокого охлаждения. Материал заготовки при этом выходит толчками, причем в период пауз силы, действующие со стороны среды нормально к боковой поверхности находящейся в контейнере высокого давления заготовки, неодинаковы вдоль ее длины, причем наибольшую величину имеют вблизи входа в рабочую зону матрицы. Это вызывает мощные растягивающие напряжения, действующие

вдоль оси заготовки, что приводит к пластической деформации (растяжению) заготовки в этом месте, следовательно, к ее сужению, вслед за чем эта область заготовки с обволакивающей ее средой устремляется в рабочую зону матрицы.

После каждого образования шейки режим равномерного истечения образца восстанавливался автоматически, и так вплоть до полного прохождения заготовки через матрицу. Относительное сужение, достигаемое в шейках, оказывалось при этом примерно одинаковым, составляющим 52...54%, во всем диапазоне тех степеней деформации 25...45% квазигидроэкструдированием, при которых обнаруживалась множественность шеек по длине экструдата. Устранить явление такой «многочисленности» можно различными способами, в частности, например, изменением соотношения размеров заготовки и канала контейнера высокого давления. Однако представило интерес подробно исследовать именно экструдаты с шейками, где один и тот же образец включал в себя как зоны равномерной деформации, обусловленной прохождением экструдатом матрицы под действием шарового тензора напряжений, так и зоны, подвергавшиеся одновременно и большим растягивающим напряжениям, т.е. зоны шеек.

На рис.1 показаны зависимости микротвердости от степени деформации при квазигидроэкструзии для областей, претерпевших равномерную деформацию, и от определяемой по той же формуле величины поперечного сужения для зон шеек. В согласии с результатами, полученными при низкотемпературной квазигидроэкструзии широкого круга металлов и сплавов, в зонах равномерной деформации величина  $H_u$  монотонно возрастает с ростом степени деформации (в нашем случае до 30%), а затем рост несколько замедляется. Совсем иная картина обнаружилась в области шеек. Измерения микротвердости экструдата в шейке проводили вплоть до области максимального сужения, чему можно сопоставить различную степень деформации  $\psi$ , определяемую по приведенной выше формуле для  $\delta$ . Как следует из данных, приведенных на рис.1, в этом случае, чем больше сужение, т.е. чем больше степень деформации, тем микротвердость оказалась меньше. Объяснить это можно принципиальным различием условий деформирования материала в случае его равномерного истечения через матрицу, определяемого действием на заготовку сил всестороннего сжатия, и в случае образования шейки, когда на материал в этой зоне действуют мощные растягивающие напряжения, и сужение заготовки определяется именно ими, а не силами всестороннего сжатия, заставляющими заготовку прогрессовываться через фильеру при нормальной квазигидроэкструзии.

При равномерной деформации чем меньше диаметр рабочей части матрицы, тем большей деформации подвергается заготовка, истекающая через матрицу под действием действующих на нее сил всестороннего сжатия, и тем большее упрочнение при этом достигается. В области же шеек степень сужения заготовки определяется не диаметром очага матрицы, а дополнительными большими растягивающими

напряжениями. Очевидно, что они препятствуют развитию мелкодисперсных структур, которые обуславливают высокое упрочнение при нормально протекающей низкотемпературной квазигидроэкструзии. Чем выше эти растягивающие напряжения, тем больше степень деформации растяжением, определяющая рост величины сужения, тем ниже в этой области микротвердость.

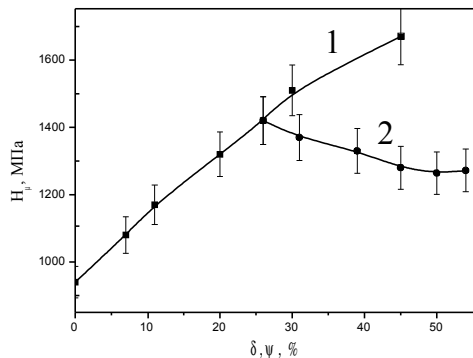


Рис.1. Зависимость величины микротвердости квазигидроэкструдированного при 20 К ванадия от степени деформации при нормально протекающей экструзии (1) и от степени сужения в области шейки (на заготовке, подвергнутой экструдированию на 26%) (2)

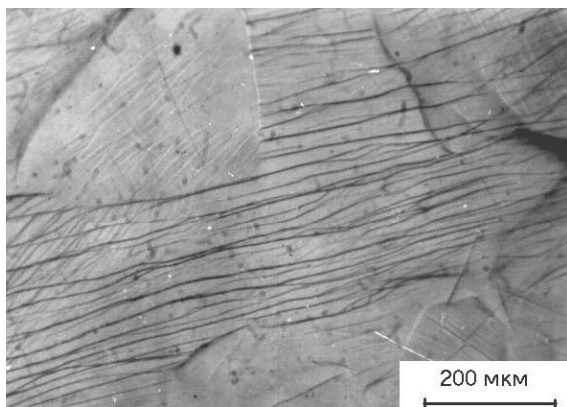


Рис.2. Структура ванадия, экструдированного на 7% при 20 К

Структурные исследования экструдированных образцов проводили как в области равномерной деформации, так и в области шейки. Уже на ранних стадиях деформирования (4...7%) обнаруживается резкая зависимость эволюции дефектной структуры от кристаллографической ориентации микрообъемов (например, зерен) по отношению к оси продавливания. Сформированная структура отличается как типом дефектов, так и характером их распределения. В одних зернах, как следует из рис.2 и рис.3, а, скольжение практически не прошло, в других (см. рис. 3,б) наблюдаются ансамбли равномерно распределенных дислокаций с плотностью (N) до  $3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$  либо доминируют процессы поляризации дислокаций, о чем свидетельствует высокая плотность изгибных контуров ( $D=5 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ ); для некоторых зерен характерным является наличие оборванных границ (начальные стадии фрагментации)

(см. рис.3, в). Кроме того, существуют зерна со сформированной фрагментированной структурой.

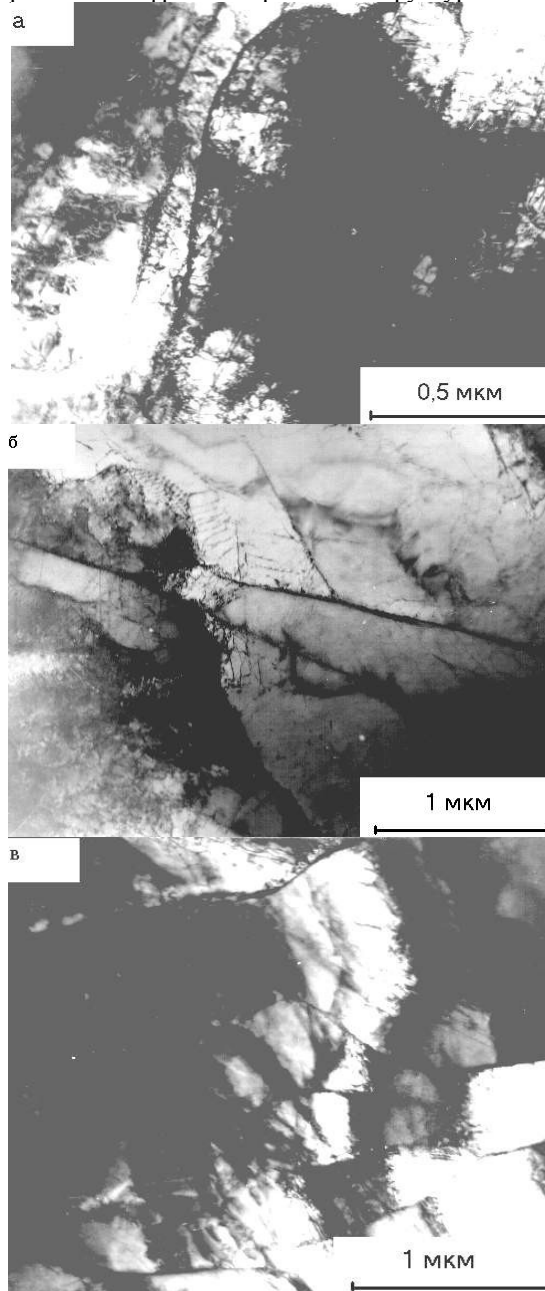


Рис.3. Дефектная структура квазигидроэкструдированного ванадия (а -  $\delta=4\%$ ; б, в -  $\delta=7\%$ )

С увеличением степени обжатия уровень дефектности резко повышается. Это проявляется в росте плотности равномерно распределенных дислокаций там, где пластическое течение реализуется путем трансляции (например, при  $\delta=12\%$ ,  $N=7 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ ), а также в развитии поворотных мод, т.е. в увеличении количества деформационных границ. Резкая градация тонкой структуры и высокая интенсивность накопления дефектов в применяемых нами температурно-силовых условиях нагружения обусловлена не только ориентационной зависимостью, но и высоким квазигидростатическим давлением и очень малым уровнем термической активации.

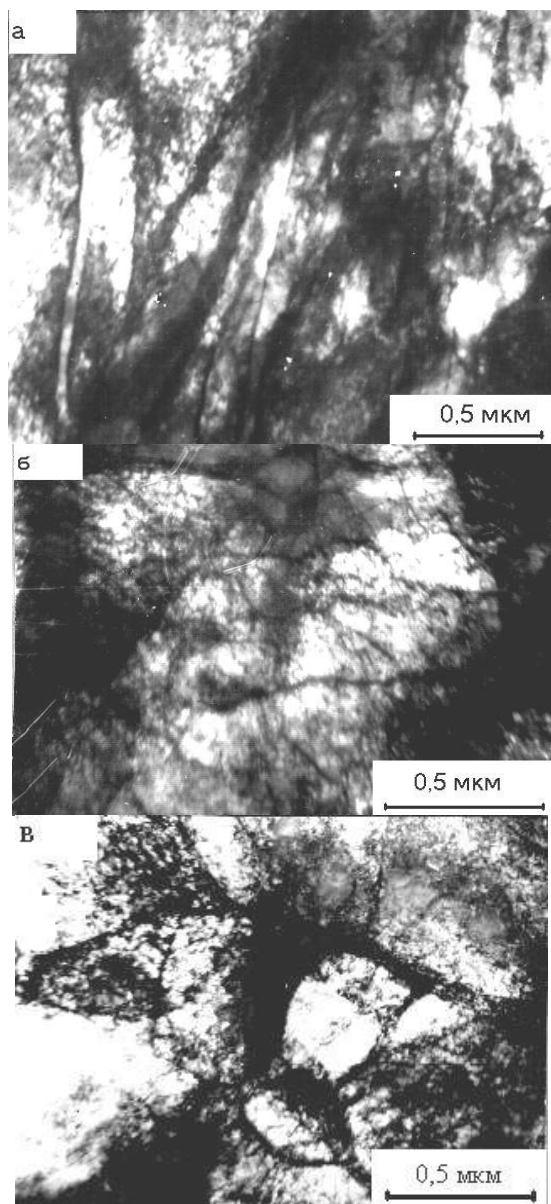


Рис.4. Структура ванадия, квазигидроэкструдированного на 26%: а - равномерная деформация -  $\delta=26\%$ , б - и в - области шейки  $\psi=45\%$  и  $54\%$

При  $\delta=26\%$  уже сформирована ярко выраженная полосчатая структура (рис.4, а). В местах шеек на этом же образце трансформация структуры происходит путем эволюции плоских дефектов дисклинационного характера. Плотность границ при этом ниже, чем при деформации, определяемой чистой квазигидроэкструзией. Если при  $\psi=\delta=26\%$  (к началу образования шейки)  $\rho_{гп}=1 \cdot 10^4 \text{ см}^{-1}$ , то в дальнейшем при  $\psi=45\%$   $\rho_{гп}=3 \cdot 10^3 \text{ см}^{-1}$ . При этом наблюдается появление мультисферических элементов, отдельных оборванных границ, свободных дислокаций (см. рис. 4, б). Это показательно для ротационной неустойчивости, возникающей при создании в очаге деформации неоднородно-напряженного состояния, когда реализуется наложение на шаровой тензор мощной растягивающей компоненты напряжения. Изменение геометрии нагружения материала оказывает сильное воздействие на характер формирующейся при этом деформировании структуры,

что приводит к снижению значений микротвердости (см. рис.1). Если у деформированного в условиях всестороннего сжатия (при нормально протекающей квазигидроэкструзии) ванадия при  $\delta=45\%$  микротвердость равна 1670 МПа, то для  $\psi$  той же величины  $H_{ц}$  ниже 1300 МПа. Это непосредственно связано со степенью дефектности сформировавшейся в том и другом случае структуры. Так, для приведенной выше степени деформации средняя плотность дислокаций в свободных от границ областях в зоне равномерной деформации составляет  $6,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , в то время как в области шейки лишь  $2,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ .

### Заключение

На примере ванадия экспериментально показана возможность квазигидроэкструдирования при 20 К высокопрочных металлов с ОЦК-решеткой. Изучены особенности эволюции различного типа дефектов, возникающих уже на ранних этапах деформирования и обуславливающих формирование метастабильного внутреннего состояния кристаллической решетки. Показано, что структура с наибольшей плотностью оптимально распределенных дефектов, ответственная за повышенные механические характеристики металла, формируется лишь при равномерном истечении материала через матрицу, что наблюдается при шаровой симметрии действующих на выдавливаемую заготовку сил. Наложение на шаровой тензор растягивающей компоненты препятствует формированию такой структуры, а следовательно, не позволяет реализоваться в полном объеме преимуществам низкотемпературного квазигидроэкструдирования.

### Литература

1. Я.Д.Стародубов, П.А.Хаймович. Квазигидроэкструдирование металлов в диапазоне температур 300-4,2 К // *Пробл. прочности*. 1975, №10, с.116-117.
2. И.А.Гиндин, Я.Д.Стародубов, М.П.Старолат, П.А.Хаймович. Структура и свойства меди после низкотемпературного экструдирования // *ФММ*. 1975, т.40, вып.2, с. 403-408.
3. В.К.Аксенов, А.В.Мац, Я.Д.Стародубов. Структура ниобия после экструзии при 77 К // *Физика и техника высоких давлений*. 1994, №3-4, с. 94-97.
4. В.К.Аксенов, А.В.Мац. Структура и предел текучести ниобия после низкотемпературной квазигидроэкструзии // *Физика и техника высоких давлений*. 1989, №31, с.31-36.
5. И.А.Гиндин, Я.Д.Стародубов, П.А.Хаймович. Рекристаллизация меди и никеля, экструдированных при 20-300 К // *Взаимодействие дефектов кристаллической решетки и свойства металлов*. Тула: Тульский политехнический институт, 1980, с. 72-75.
6. И.А.Гиндин, Я.Д.Стародубов, П.А.Хаймович. Особенности пластической деформации никеля при квазигидроэкструзии в диапазоне температур 20-300 К // *Металлофизика*. 1988, т.10, №3, с. 97-100.

7. Б.И.Береснев, Е.В.Трушин. *Процесс гидроэкструзии*. М.: «Наука», 1976, 199с.