Пицык В. С., Муравьев В. И., Бахматов П. В.

ИЗМЕНЕНИЕ ЗЁРЕННОЙ СТРУКТУРЫ И МИКРОТВЁРДОСТИ ПРИКОНТАКТНЫХ ОБЛАСТЕЙ ДИФфуЗИОННОГО СОЕДИНЕНИЯ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Пицык В. С., Муравьев В. И., Бахматов П. В.

V. S. Pitsik, V. I. Muravyev, P. V. Bakhmatov

ИЗМЕНЕНИЕ ЗЁРЕННОЙ СТРУКТУРЫ И МИКРОТВЁРДОСТИ ПРИКОНТАКТНЫХ ОБЛАСТЕЙ ДИФфуЗИОННОГО СОЕДИНЕНИЯ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

CHANGE OF THE SERIAL STRUCTURE AND MICROHARDNESS OF THE PRACTICAL AREAS OF DIFFUSION CONNECTION OF TITANIUM ALLOYS

Пицык Виктор Сергеевич – аспирант кафедры машиностроения и металлургии Комсомольского-на-Амуре государственного университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре). E-mail: mim@knastu.ru.

Mr. Viktor S. Pitsik – Post-graduate student of the department machinebuilding and metallurgy of Komsomolsk-on-Amur State University (Russia, Komsomolsk-on-Amur). E-mail: mim@knastu.ru.

Муравьев Василий Илларионович – доктор технических наук, профессор кафедры машиностроения и металлургии Комсомольского-на-Амуре государственного университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре). E-mail: mim@knastu.ru.

Mr. Vasily I. Muravyev – Doctor of Technical Sciences, Professor of the Department of machinebuilding and metallurgy of Komsomolsk-on-Amur State University. (Russia, Komsomolsk-on-Amur). E-mail: mim@knastu.ru.

Бахматов Павел Вячеславович – кандидат технических наук, доцент, заведующий кафедрой машиностроения и металлургии Комсомольского-на-Амуре государственного университета (Россия, Комсомольск-на-Амуре). E-mail: mim@knastu.ru.

Mr. Pavel V. Bakhmatov – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Head of department of the Machine-Building and Metallurgy Department of the Komsomolsk-on-Amur State University (Russia, Komsomolsk-on-Amur). E-mail: mim@knastu.ru.

Аннотация. В работе приведены результаты экспериментального исследования процессов, происходящих в диффузионном неразъёмном соединении титановых сплавов, полученном путём термообработки собранных посредством холодной тугой посадки заготовок. Применение цифровой обработки микроструктурных изображений, а также измерение микротвёрдости в различных областях позволило оценить и оптимизировать влияние величины посадки и режимов последующей термообработки на структурные изменения соединения.

Summary. The paper presents the results of an experimental study of processes occurring in the diffusion one-piece connection of titanium alloys obtained by heat treatment of preforms collected by means of a cold tight fit. The application of digital processing of microstructural images, as well as the measurement of microhardness in various areas, allowed us to evaluate and optimize the influence of the landing value and subsequent heat treatment regimes on structural changes in the compound.

Ключевые слова: диффузионное соединение, зёрнистая поликристаллическая структура, приконтактная область, пластическая деформация, физический контакт, рельефы следов скольжения, структурная неоднородность, параметр организации структуры, микродюрометрия, защитная среда, термообработка, рекристаллизация.

Key words: diffusion bond, grain polycrystalline structure, contact region, plastic deformation, physical contact, reliefs of slip traces, structural heterogeneity, structural organization parameter, microdymmetry, protective medium, heat treatment, recrystallization.

УДК 621.791.18

Введение

Как известно [1], зёрненная поликристаллическая структура характеризуется размерностью распределения зёрен и формой границ. Её структурное состояние, характер определяют многие механические и физические свойства материала, что свидетельствует о стремлении свободной энергии структурного состояния к минимуму.

В работе [2] показано, что характер распределения зернистости по ширине сварного шва при электронно-лучевой сварке подтверждает высокую степень неоднородности структуры, образующейся при электронно-лучевой сварке.

Наиболее эффективный метод получения неразъёмного соединения (НС) конструкционных материалов, особенно титановых сплавов, – диффузионная сварка (ДС).

Известно [3], что характер взаимодействия контактных поверхностей при диффузионной сварке зависит не только от состояния поверхности [4], наличия оксидной плёнки [5], качества защитной среды [6], но и от схемы приложения давления в течение термического цикла диффузионной сварки. Поэтому применение традиционных методов ДС в большинстве случаев сложно, трудоёмко, экономически неэффективно или технологически невозможно.

Заслуживают внимания исследования структурных изменений и свойств по НС диффузионных соединений, получаемых путём холодной пластической деформации и последующей термической обработки (ТО).

Цель настоящей работы – исследование зёрненной структуры и микротвёрдости приконтактных областей (ПО) сварного диффузионного соединения титановых сплавов, полученного путём холодной пластической деформации и последующей термообработки.

Методика проведения исследований

Исследовали ПО НС по методике, приведённой в работе [8], образцов из сплавов ОТ4-1 и ПТ7М, изготовленных путём холодной пластической деформации, оцениваемой величиной натяга (N) в соединении при прессовой посадке на испытательной машине Instron3382 с постоянной скоростью 5 мм/мин; P – усилие запрессовки (см. рис. 1, а и б).

Исследования проводили как после холодной пластической деформации, так и после термообработки. Режимы термообработки: нагрев в электропечи до температуры предпревращения для каждого сплава в автономном вакууме (использовали газопоглотители (геттеры) – титановая стружка), а также нагрев детали, покрытой слоем защитной эмали.

Рис. 1. Схемы прессования образцов:
а – заготовки типа «вал-отверстие»; б – трубных заготовок

Определение температуры фазового превращения исследуемых сплавов производилось на dilatометре DIL 402 PC по стандартной методике [11]. Скорость нагрева составляла 5 °C/мин, нагрев производился до температуры 1050 °C.

Измерением микротвёрдости осуществляли микродюраметрию на микротвердомере Shimadzu HNV-2 в каждой точке сварного шва при 7–10-кратном повторении с последующим вычислением среднего значения, дисперсии и диапазона рассеивания. Исследования микроструктуры производили на микроскопе оптическом с программным обеспечением Nikon Eclipse MA 200 и растровом электронном микроскопе Hitachi S 3400-N.

Обработка оцифрованных изображений микроструктур осуществлялась в программе Image ProPlus 5.1 [9].

На основании результатов компьютерной металлографии определяли:

- *удельный периметр границ зёрен*:

$$q_{\text{ср}} = \frac{\sum P_i}{F_{\phi}},$$

где P_i – периметр i -го зерна, зафиксированного на снимке, мм; F_{ϕ} – площадь поверхности шлифа, зафиксированной на обрабатываемом снимке, мкм²;

- *среднюю плотность границ зёрен $q_{\text{ср}}$* , являющуюся характеристикой структурной организации поликристаллического материала

$$q_{\text{ср}} = \frac{P_{\text{ср}}}{F_{\text{ср}}} = \frac{\sum P_i}{\sum F_i},$$

где $P_{\text{ср}}$ – средний периметр по всем зёрнам, мкм; $F_{\text{ср}}$ – средняя площадь по всем зёрнам, зафиксированным на обрабатываемом изображении, мкм²; F_i – площадь i -го зерна, зафиксированного на снимке, мкм;

- *плотность зёрен (g)* – количество зёрен на единичной площади поверхности металлографического шлифа. Является показателем структурной организации материала и определяется по формуле [9]:

$$g = \frac{n}{F_{\phi}},$$

где n – количество зёрен, зафиксированных на обрабатываемом изображении, зер.;

- *параметр организации структуры Q_c* – комплексный показатель структурной организации поликристаллического материала:

$$Q_c = \sum_{i=N} \left(\frac{P_i \times D_i}{2 \times F_i} \right),$$

где D_i – фрактальная размерность границы отдельного зерна;

- *удельный параметр организации структуры (q_c)*:

$$q_c = \frac{Q_c}{F_{\phi}}.$$

Результаты исследований и их обсуждение

Анализ изображений зоны разрушения контактной поверхности и снятых контактных масок с оцифрованных изображений ряда трубных заготовок из сплава ПТ7М при уровне натяга в диапазоне 50...450 мкм показал (см. рис. 2), что экспериментальная кривая адекватна общей теоретической кривой [10]. При этом обеспечивается заданный уровень сближения сопрягаемых по-

верхностей (физический контакт) при тугой посадке (ТП) заготовок системы «вал-отверстие», который составляет 50...60 % от общей площади контакта.

Рис. 2. Экспериментальная кривая зависимости натяга от величины фактической площади физического контакта для заготовок системы «вал-отверстие»:

- – оптимальное сочетание натяга и площади фактического контакта;
- – неоптимальное сочетание натяга и площади фактического контакта

По мере увеличения натяга 0...450 мкм идёт пластическая деформация зёрен в ПО, их резкое измельчение от недеформированных участков структуры при натяге 200 мкм до полного исчезновения при натяге 450 мкм (см. рис. 3, а). Основные количественные показатели микроструктуры (см. рис. 4) изменяются в зависимости от увеличения степени пластической деформации оцениваемой величины натяга:

- средний диаметр зерна ($d_{ср}$), средняя ширина зерна ($a_{ср}$) и средняя длина ($e_{ср}$), средняя площадь зерна ($F_{ср}$) и средний периметр зерна ($P_{ср}$) уменьшаются;
- фрактальная размерность зёрен (D) не изменяется;
- возрастают развитость границ зёрен ($q_{уд}$), средняя плотность границ зёрен ($q_{ср}$), плотность зёрен (g) и удельный параметр организации структуры (q_c); возрастают число зёрен (n), общая площадь границ зёрен ($\sum F_{гpi}$), общая площадь зёрен ($\sum F_i$) и общий периметр границ зёрен ($\sum P_{гpi}$).

В итоге чётко прослеживаются следующие области ПО НС соединения (см. рис. 3 а, б, в):

- область диффузионного взаимодействия (отсутствует граница между заготовками), общая для охватывающей и охватываемой заготовок;
- область измельчённой микроструктуры по обе стороны от области диффузионного взаимодействия;
- область переходная, где происходит изменение микроструктуры от измельчённой к микроструктуре основного металла;
- микроструктура основного металла.

а)

Основной металл охватываемой заготовки

Основной металл охватывающей заготовки

б)

охватываемая

центр

охватывающая

1

2

3

4

5

Рис. 3. Микроструктура (а – оптическая микроскопия, б, в – растровая электронная микроскопия) основного металла и ПО НС из сплава ОТ4-1, полученного в условиях тугой посадки при различных видах нагрева и скелетированное преобразование: а – $\times 1000$; в – 1, 2 $\times 2000$; 3, 4 – $\times 5000$; б – без преобразования. Величина нагрева: а-1 – исходная заготовка; а-2 – 200 мкм; а-3 – 300 мкм; а-4 – 450 мкм; б-1, 2 – исходные заготовки; б-3, 4, 5 – 450 мкм; в-1 – исходная заготовка; в-2, 3, 4 – 450 мкм

Рис. 4. Характер изменения количественных показателей структуры ОМ и ПО НС в зависимости от величины натяга и вида ТО

Характер распределения микротвёрдости НС, полученного в условиях пластической деформации при оптимальной тугой посадке, близок к нормальному и свидетельствует о наличии в материале значительных напряжений [4; 12] (см. рис. 5). Увеличение микротвёрдости составляет 52,4 % по сравнению с основным металлом при нагрузке на индентор 0,9807 Н.

При этом характер деформации структуры в зоне ПО и НС сплава ОТ4-1 удовлетворительно согласуется с известными [13] положениями о том, что пластическая деформация, особенно холодная пластическая деформация, обусловленная движением дислокаций, всегда приводит к образованию на поверхности характерного рельефа следов скольжения как по границам зёрен, так и в их объёме.

Из данных рис. 3 явно видны развитие деформационного рельефа (следы скольжения по границам зёрен) ПО и сближение контактных поверхностей в зависимости от степени пластической деформации. Кроме того, наблюдается объёмное взаимодействие как в плоскости контакта, так и в объёме зоны контакта.

Наличие следов скольжения косвенно подтверждает то, что холодная пластическая деформация трением скольжения в условиях тугой посадки сплава ОТ4-1 обусловлена движением дислокаций.

Действительно, наличие дислокаций слабо выражено (см. рис. 3), но подтверждается косвенно микродюриметрией (см. рис. 5) и значениями удельного параметра организации структуры (q_c) (см. рис. 4) и явно дополнительными исследованиями микроструктуры растровой электронной микроскопией (см. рис. 3, б).

Рис. 5. Распределение микротвёрдости в материале ПО НС образцов из сплава ОТ4-1, полученного в условиях тугой посадки с натягом 450 мкм, после: 1 – без ТО; 2 – ТО по режиму I; 3 – ТО по режиму II

Проведённые дополнительно исследования микроструктуры на растровом электронном микроскопе показали удовлетворительную сходимость всех параметров зёрновой структуры с параметрами зёрновой структуры, определённой на оптическом микроскопе (см. рис. 3, в и табл. 1).

Таблица 1

Сопоставление параметров зёрненной структуры с помощью оптической и растровой электронной микроскопии сплава ОТ4-1 после холодной пластической деформации при тугой посадке с натягом 450 мкм

Параметр структуры	Оптическая микроскопия		Неразъёмное соединение			
	Оптика x1000	РЭМ x2000	Оптика x1000	Растровая электронная микроскопия (РЭМ)		
				охватыва- ющая x2000	центр x5000	охватывае- мая x5000
1. Средний диаметр зерна, мкм	2,946	1,3620	1,4479	0,8896	0,7833	1,1143
2. Средняя ширина зерна, мкм	1,5303	1,4547	0,9546	1,0626	1,1894	1,259
3. Средняя длина зерна, мкм	9,7783	8,3837	2,7885	4,2727	2,7705	5,6158
4. Средний периметр зерна, мкм	22,3736	20,4217	6,8018	10,5392	7,9191	13,6375
5. Средняя площадь зерна, мкм	7,9584	8,2277	1,4625	2,0959	2,0436	3,6582
6. Среднее значение фрактальной размерности зерна, мкм	1,0687	1,0498	1,0904	1,0756	1,101	1,0743
7. Развитость границ зёрен, 1/мкм	2,2172	2,1569	3,0862	3,7838	2,9559	2,7817
8. Средняя плотность границ зёрен, 1/мкм	2,8113	2,4821	4,6508	5,0285	3,8751	3,7286
9. Плотность зёрен, зер/мкм ²	0,0991	0,1056	0,4548	0,3613	0,3733	0,2098
10. Удельный параметр организации структуры 1/мкм ³	0,1864	0,1928	1,5578	4,422	1,3043	0,5744

Для исключения высокой степени неоднородности зёрненной структуры и микротвёрдости диффузионного соединения исследовали влияние параметров термической обработки по следующим режимам:

I. Нагрев под слоем защитной эмали до температуры 970 ± 5 °С – для образцов из сплава ОТ4-1; 910 ± 5 °С – для образцов из сплава ПТ7М. Время выдержки – 10 мин. Охлаждение производилось в холодной воде вместе с приспособлением.

II. Нагрев в автовакууме до температуры 970 ± 5 °С – для образцов из сплава ОТ4-1; 910 ± 5 °С – для образцов из сплава ПТ7М. Время выдержки – в течение 1 часа. Охлаждение производилось с печью.

Наиболее эффективным видом ТО оказался режим **II**, что показано на рис. 6 (2, 4) и рис. 7 (5). После ТО по указанному режиму в материале ПО НС наблюдается практически полное исчезновение микродефектов и полное исчезновение областей 1–3, выявленных в материале ПО НС после ТП. Зёрна имеют неравноосную вытянутую форму с размерами 0,2...5,4 мкм в ширину и 1...38 мкм в длину, при этом большая часть зёрен (более 80 % от общего числа зафиксированных зёрен на снимке) имеет размеры 1...2,5 мкм в ширину и 3...10 мкм в длину, что свидетельствует о формировании структуры корзинчатого типа аналогичной ОМ после аналогичной ТО (см. рис. 6 и 7).

Изменение зёрненной структуры ПО НС, полученной путём холодной пластической деформации в условиях тугой посадки в процессе термической обработки (см. рис. 6 и 7), объясняется известным [13] положением о том, что повышение температуры физического контакта поверхностей в условиях деформации материалов в приконтактном объёме приводит к увеличению частоты выхода дислокаций в зону физического контакта. При этом возрастает скорость движения дислокаций. Процесс объёмного взаимодействия в ПО заканчивается слиянием дискретных очагов взаимодействия, а в объёме – релаксацией напряжений и образованием общих зёрен в зоне контакта, вызываемых рекристаллизацией.

Рис. 6. Микроструктура ПО НС сплава ОТ4-1, полученного в условиях ТП с натягом 450 мкм, и скелетированное преобразование (x1000) после термической обработки по режимам: I-1 – ОМ, I-3 – ПО НС; II-2 – ОМ, II-4 – ПО НС

Рис. 7. Микроструктура ПО НС сплава ОТ4-1, полученного в условиях ТП с натягом 450 мкм после термической обработки в автовакууме по режимам: 1 – 925 °С, 60 мин; 2 – 950 °С, 40 мин; 3 – 970 °С, 10 мин; 4 – 970 °С, 20 мин; 5 – 970 °С, 60 мин

В первоначальный момент нагрева в ПО процесс рекристаллизации из-за стремления системы к минимуму энергии приводит к образованию глобулярных зёрен из вытянутых пластическим деформированием зёрен – уменьшается общая площадь контактной поверхности, что и показано на рис.7 (1, 2). С увеличением времени выдержки и температуры идёт процесс собирательной рекристаллизации и превращения глобулярных зёрен в зёрна игольчатой формы (см. рис. 7 (2, 3)); одновременно с этим идёт процесс слияния дискретных очагов (см. рис 7 (1–5)) (несплошностей) и на линии сопряжения процесс рекристаллизации сопровождается зарождением зёрен и их ростом. Заканчивается процесс рекристаллизации образованием общих зёрен в зоне контакта и исчезновением границ раздела (см. рис 7 (1–5)).

Таким образом, холодная пластическая деформация способствует развитию рекристаллизационных процессов при последующей термической обработке.

Основные количественные показатели структуры (см. рис. 4) показали, что геометрические параметры структуры ОМ и ПО НС, полученного в условиях ТП с натягом 450 мкм, заготовок из сплава ОТ4-1 после ТО по режиму II, мало отличаются. Выравнивание характера распределения микротвёрдости в материале ПО НС после ТО по режимам I и II говорит о снятии остаточных напряжений (см. рис. 5). После ТО показания микротвёрдости колеблются в узком диапазоне величин и близки значениям микротвёрдости основного металла.

Выводы

1. Выявлены условия холодной пластической деформации (по параметрам тугой посадки «вал-отверстие»), необходимые для образования максимально возможного физического контакта (максимальной площади 50...60 %) по параметрам оцифрованных изображений зон разрушения контактной поверхности для титановых сплавов на примере трубных заготовок из сплава ПТ7М.

2. Показано, что холодная пластическая деформация (тугая посадка «вал-отверстие») по характеру распределения зернистости, по ширине диффузионного соединения ПО приводит к высокой степени неоднородности структуры; при натяге в 450 мкм удельный параметр организации структуры на 119,5 % превосходит ОМ, микротвёрдость при этом повышается всего на 52,4 %.

3. Термическая обработка ПО диффузионного соединения в интервале температур фазового превращения позволяет устранить структурную неоднородность, исчезают области измельчённой и переходной структуры, удельный параметр организации структуры ПО практически в 2 раза ниже ОМ, микротвёрдость различается всего на 8 %.

ЛИТЕРАТУРА

1. Кристиан, Д. Теория превращений в металлах и сплавах / Д. Кристиан. – М.: Мир, 1978. – 806 с.
2. Муравьев, В. И. Зёрненная структура и твёрдость титанового сплава ВТ 20 после электронно-лучевой сварки / В. И. Муравьев, В. А. Ким, А. А. Шпилева // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2008. – № 4. – С. 40-43.
3. Взаимодействие контактных поверхностей при диффузионной сварке титановых сплавов / В. И. Григорьевский, Э. С. Каракозов, А. М. Ильин, В. Н. Родионов, Л. Н. Петручук // Сварочное производство. – 1981. – № 2. – С. 6-7.
4. Zeitschrift fur Metallkunde. – 1977. – Vol. 68. – № 2. – P. 90-96.
5. Диффузионная сварка. Структурные особенности контактирующих поверхностей при различных способах подготовки под сварку / Л. И. Маркашова, Г. М. Григоренко, Т. Г. Таранова, В. И. Сладкова // Автоматическая сварка. – 1998. – № 1. – С. 22-43.
6. Пешков, В. В. Влияние окисных плёнок на качество соединения титана при сварке в твёрдом состоянии / В. В. Пешков, Е. С. Воронцов, Ф. Н. Рыжков // Сварочное производство. – 1974. – № 5. – С. 9-10.
7. Влияние защитной среды на прочность и строение изломов зон соединения титановых тонкостенных конструкций, полученных диффузионной сваркой / С. И. Гусева, В. В. Пешков, В. Н. Милютин, М. Х. Шоршоров // Сварочное производство. – 1984. – № 10. – С. 21-22.
8. Муравьев, В. И. Влияние прессовой посадки на процессы «схватывания» в зоне соединения трубных заготовок / В. И. Муравьев, В. С. Пицык // Учёные записки Комсомольского-на-Амуре государственного технического университета. Науки о природе и технике. – 2014. – № I-1(17). – С. 52-61.

9. Ким, В. А. Основы количественной и компьютерной металлографии: учеб. пособие / В. А. Ким, О. В. Башков, А. А. Попкова [и др.]; под ред. А. В. Киричека. – Комсомольск-на-Амуре: ФГБОУ ВПО «КНАГТУ», 2013. – 148 с.
10. Справочник по триботехнике. В 3 т. Т. 1. Теоретические основы / М. Хебды, А. В. Чичинадзе. – М.: Машиностроение, 1989. – 400 с.
11. Обеспечение надёжности конструкций из титановых сплавов / В. И. Муравьев, П. В. Бахматов, Б. И. Долотов [и др.]; под ред. В. И. Муравьева. – М.: Эком, 2009. – 752 с.
12. Казаков, Н. Ф. Диффузионная сварка металлов / Н. Ф. Казаков. – М.: Машиностроение, 1976. – 312 с.
13. Люшинский, А. В. Диффузионная сварка разнородных материалов: учеб. пособие / А. В. Люшинский. – М.: Издательский центр «Академия», 2006. – 208 с.