

УДК 620.186.4+539.23+539.216.1:531

*Г.В. Клевцов, А.В. Ганеев, И.П. Семенова, Р.З. Валиев*

## **ОСОБЕННОСТИ УДАРНОГО РАЗРУШЕНИЯ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ**

*G.V. Klevtsov<sup>1</sup>, A.V. Ganeev<sup>2</sup>, I.P. Semenova<sup>2</sup>, R.Z. Valiev<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> Togliatti State University,  
14 Belorusskaya St., Togliatti, 445667, Russia.

<sup>2</sup> Institute of Physics of Advanced Materials,  
Ufa State Aviation Technical University,  
12 K. Marx St., 450000, Russian Federation.

### **SOME FEATURES OF THE IMPACT FRACTURE OF ULTRAFINE GRAINED MATERIALS OBTAINED BY INTENSIVE PLASTIC DEFORMATION**

Исследованы закономерности ударного разрушения материалов с ОЦК-решеткой (сталь 10), ГЦК-решеткой (алюминиевый сплав АК4-1) и ГПУ-решеткой (титан Grade 4) в исходном состоянии и после РКУП, в субмикроструктурном состоянии. Ударные испытания проводили в широком интервале температур. Показано, что тип кристаллической решетки ультрамелкозернистого материала определяет характер температурной зависимости ударной вязкости и механизм разрушения.

**ПРОЧНОСТЬ, МЕХАНИЗМ РАЗРУШЕНИЯ, УДАРНАЯ ВЯЗКОСТЬ, СТРУКТУРА, РАВНОКАНАЛЬНОЕ УГЛОВОЕ ПРЕССОВАНИЕ (РКУП), СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЕ СОСТОЯНИЕ.**

Regularities of impact fracture of materials with BCC lattice structure (steel 10), FCC lattice structure (AK4-1 aluminium alloy) and hexagonal close-packed lattice structure (Grade 4 titanium) in the initial state and after ECAP in submicrocrystalline state have been investigated. Impact tests were conducted over a wide temperature interval. The crystal lattice type of ultrafine grained materials was shown to determine the character of the impact strength temperature dependence and also a failure mechanism.

**STRENGTH, FAILURE MECHANISM, IMPACT STRENGTH, STRUCTURE, EQUAL CANAL ANGULAR PRESSING (ECAP), SUBMICROCRYSTALLINE STATE.**

Недавние исследования, выполненные нами на ряде металлов и сплавов, показали [1–5], что интенсивная пластическая деформация (ИПД) металлических материалов, формируя ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру, обычно значительно повышает твердость и прочностные характеристики металлических материалов, однако, как правило, снижает пластичность и неоднозначно влияет на ударную вязкость. Данную тенденцию наблюдали и другие исследователи [6–7]. Этот факт не может найти должного объяснения без учета структур-

ных особенностей материалов, подвергнутых ИПД, поскольку при такой обработке, кроме зерен нано- и субмикроструктурного размера, часто образуются неравновесные границы зерен, нанодвойники, сегрегации легирующих элементов по границам зерен и наноразмерные частицы вторых фаз [1]. Как хорошо известно [8], большеугловые границы зерен могут формироваться на стадии развития деформации, но для образования УМЗ-структуры с преимущественно большеугловыми границами требуются большие деформации,

с  $\varepsilon > 4 - 6$  [1]. Различные элементы сложной структуры УМЗ-материалов вносят свой вклад в упрочнение, однако большинство из них отрицательно влияет на пластические свойства материалов.

Цель настоящей работы – выяснение влияния ИПД на закономерности ударного разрушения металлических материалов в широком интервале температур с учетом типа их кристаллической решетки.

### Материалы и методики исследования

В качестве материалов с объемноцентрированной кубической (ОЦК) решеткой была использована сталь 10 (0,11 % С); в качестве материала с гексагональной плотноупакованной (ГПУ) решеткой – титан Grade 4 и титановый сплав ВТ6 (6 % Al; 4 % V) с двухфазной ( $\alpha + \beta$ )-структурой; в качестве материала с гранецентрированной кубической (ГЦК) решеткой – алюминиевый сплав АК4-1 (2,46 % Cu; 1,48 % Mg; 0,89 % Fe; 0,92 % Ni; 0,22 % Si). Материалы исследовали в исходном (горячекатаном) состоянии и после различных видов ИПД.

Сталь 10 в исходном состоянии имела средний размер зерна 45 мкм. Перед ИПД провели закалку стали с целью получения однофазной структуры. Субмикроструктурное состояние было получено путем

равноканального углового прессования (РКУП) при температуре 200 °С, с количеством проходов – 4 и 6, и при 400 °С (количество проходов – 4, с поворотом образца вокруг продольной оси на 90° после каждого прохода – маршрут  $B_c$ ). Угол пересечения каналов инструмента составлял  $\varphi = 120^\circ$ . Средний размер зерна после РКУП при 200 °С составил 300 нм, а после РКУП при 400 °С – 500 нм.

Исходный титан марки Grade 4 (производство компании Dynamet, сертификат 041425) был в виде прутка со средним размером зерна 25 мкм. Перед обработкой РКУП титан отжигали при температуре 680 °С в течение одного часа. Далее титан подвергали обработке РКУП – конформ (6 проходов при температуре 250 °С). Средний размер  $d_{cp}$  зерна титана Grade 4 после обработки РКУП – конформ составлял 300 нм. Титановый сплав ВТ6 (6 % Al, 4 % V) испытывали в исходном состоянии ( $d_{cp} = 15$  мкм), после РКУП и последующей экструзии ( $d_{cp} = 300$  нм) и после РКУП, экструзии, затем последующей изотермической штамповки при температуре 750 °С. Средний размер зерна после изотермической штамповки составлял 0,9 мкм. Подобная структура может получаться и другими методами ИПД [6].

Таблица 1

Механические свойства исследуемых материалов

Материал	Состояние	НВ, ед.	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_T$ ( $\sigma_{0,2}$ ), МПа	$\delta$ , %
Сталь 10	Исходное	121	460	350	25
	После РКУП при 200 °С, 4 прохода 6 проходов при 400 °С, 4 прохода	235	1028	989	8
		235	1050	955	11
		210	760	716	18
Grade 4	Исходное	255	700	550	30
	После РКУП – конформ	311	1020	880	13
ВТ6	Исходное	321	950	830	15
	После РКУП + экструзии	401	1450	1380	12
	После РКУП + экструзии + изотермической штамповки	331	1270	1150	13
АК4-1	Исходное	81	274	258	20
	После РКУП + экструзии	111	420	880	9

Обозначения: НВ – твердость по Бринеллю;  $\sigma_b$  – предел прочности;  $\sigma_T$  ( $\sigma_{0,2}$ ) – предел текучести;  $\delta$  – относительное удлинение.

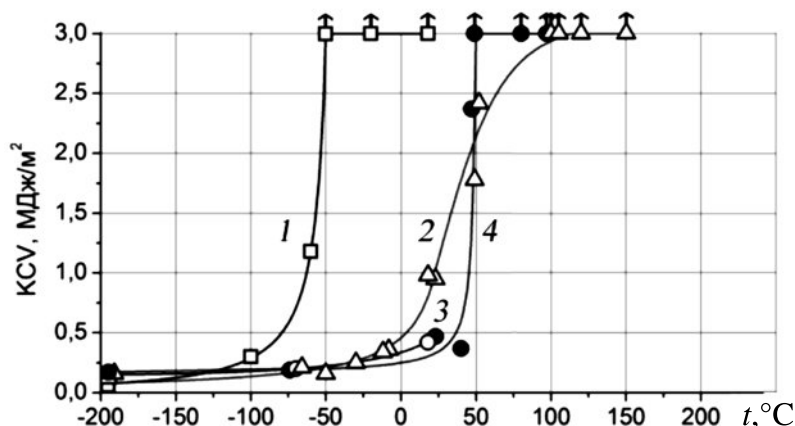


Рис. 1. Температурные зависимости ударной вязкости KCV стали 10 в исходном состоянии (1) и после трех режимов РКУП: 200 °С, 4 прохода (2); 200 °С, 6 проходов (3); 400 °С, 4 прохода (4)

Алюминиевый сплав АК4-1 в исходном состоянии имел средний размер зерна 40 мкм. Сплав подвергали обработке РКУП при температуре 200 °С (6 проходов). После РКУП проводили дополнительную экструзию при температуре 180 °С; средний размер зерна после указанной обработки составил 300 нм [9].

Механические свойства исследуемых материалов после различных видов обработки представлены в табл. 1.

Исследование структуры материалов после различных видов ИПД проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEOLJEM2100. Испытания образцов на ударную вязкость (KCV) проводили на копке МК-30 в широком интервале температур. Полученные изломы исследовали методом макро- и микрофрактографии в растровом микроскопе JSM-6092.

### Результаты исследования и их обсуждение

На температурной зависимости ударной вязкости KCV стали 10 видно (рис. 1), что в исходном состоянии ( $d_{cp} = 45$  мкм) сталь 10 имеет ярко выраженный интервал вязкохрупкого перехода (примерно от  $-5$  до  $+100$  °С), а после четырех проходов РКУП при температуре 200 °С ( $d_{cp} = 300$  нм) — узкий интервал вблизи температуры 50 °С. При этом порог хладноломкости стали 10 практически не изменился. После четырех проходов РКУП при температуре 400 °С

( $d_{cp} = 500$  нм) интервал вязкохрупкого перехода стали 10 сместился на 100 °С в сторону низких температур (см. рис. 1).

Смещение интервала вязкохрупкого перехода в сторону низких температур имеет место и том случае, когда сталь 10 после РКУП при температуре 200 °С нагревали до температуры, не превышающей 550 °С. При этом твердость и прочностные характеристики стали снижались незначительно, однако уже при комнатной температуре образцы, испытанные на удар, полностью не разрушались.

Для выяснения природы наблюдаемых закономерностей была исследована методом ПЭМ тонкая структура стали после РКУП (рис. 2). Видно, что в структуре стали 10 после РКУП при 200 °С (4 прохода) (рис. 2, а) наблюдается ярко выраженная полосчатость и высокая дефектность. После нагрева стали с такой структурой до температуры 350 °С, а также после РКУП стали при температуре 400 °С (4 прохода) полосчатость структуры выражена не так явно; дефектность структуры ниже (рис. 2, б, в). По-видимому, более низкая дефектность структуры благоприятно повлияла на ударную вязкость, сместив интервал вязкохрупкого перехода в сторону низких температур, что благоприятно с позиции конструктивной прочности материала.

ИПД оказывает влияние и на механизм ударного разрушения стали 10. Так, в нижней области вязко-хрупкого перехода сталь

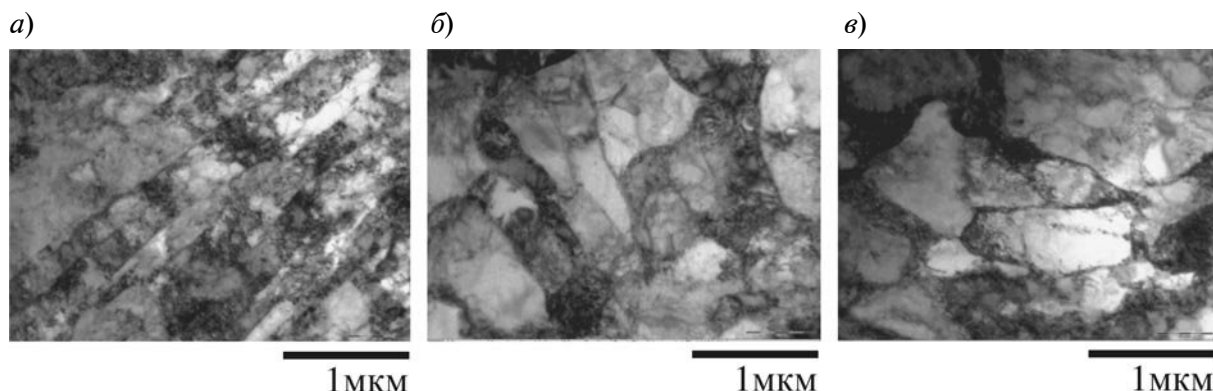


Рис. 2. Тонкая структура стали 10 после РКУП в 4 прохода (а, б) при температурах 200 °С (а) и 400 °С (б), а также после нагрева при 350 °С образца, обработанного в режиме РКУП при 200 °С, 4 прохода (в)

10 в исходном состоянии разрушилась по механизму скола, а после РКУП – по механизму квазискола (рис. 3,а). В средней области сталь в исходном состоянии разрушилась вязко-хрупко (ямки по периферии излома и скол в центральной части излома), а после РКУП – путем расслоения и отрыва (рис. 3,б); в верхней области вязко-хрупкого перехода сталь 10 во всех случаях разрушилась вязко с образованием ямочно-микрорельефа (рис. 3, в).

Таким образом, ИПД, формируя субмикроструктуру, повышает прочностные характеристики стали 10, однако снижает ее пластичность. Неоднозначно влияет РКУП на ударную вязкость стали 10 как материала с ОЦК-решеткой. РКУП при 200 °С сужает интервал вязко-хрупкого перехода стали 10, не изменяя порога хладноломкости. Последующий нагрев

такой стали до температуры, не превышающей 550 °С, или повышение температуры РКУП до 400 °С смещает интервал вязко-хрупкого перехода в сторону отрицательных температур.

Результаты испытания титана Grade 4 на ударную вязкость в интервале температур от –196 до +500 °С показали (рис. 4), что РКУП–конформ сужает интервал повышения ударной вязкости титана аналогично сужению интервала вязко-хрупкого перехода, наблюдаемого в стали 10 после РКУП. По-видимому, сужение данных температурных интервалов после РКУП есть общая закономерность для материалов как с ОЦК-, так и с ГПУ-решеткой.

Механизм разрушения титана в исходном состоянии при температуре – 196 °С – это скол и гребни отрыва, а при температурах в интервале 20–350 °С – это крупные,

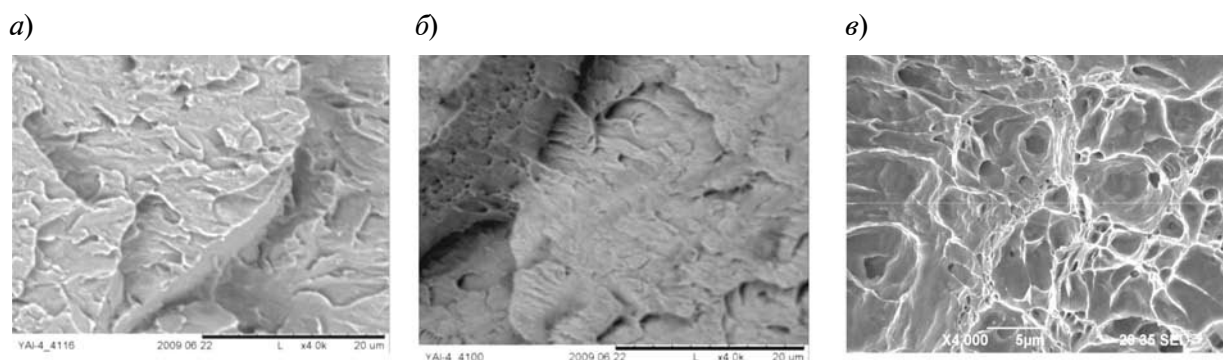


Рис. 3. Микрорельефы ударных изломов стали 10, полученных при трех температурах  $T$  после РКУП в 4 прохода при 200 °С;  $T$ , °С: –196 (а), 20 (б), 50 (в). Увеличение  $\times 4000$

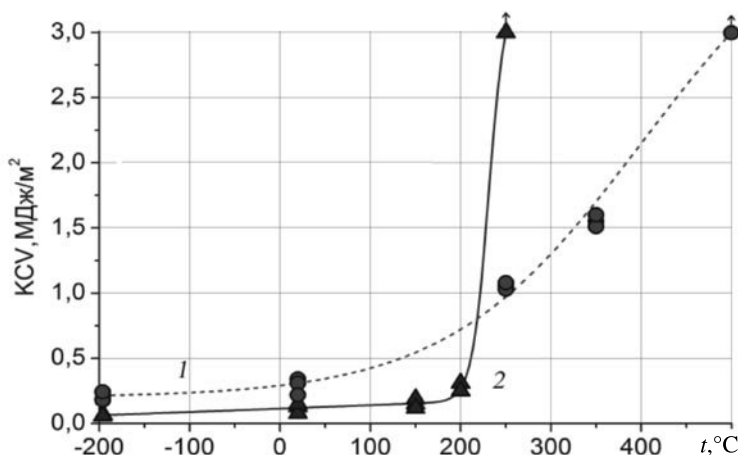


Рис. 4. Температурные зависимости ударной вязкости KCV титана Grade 4 в исходном состоянии (1) и после РКУП–конформ (2)

плоские и неглубокие ямки, чередующиеся с небольшими плоскими фрагментами. После РКУП–конформ микрорельеф низкотемпературных изломов (рис. 5, а) и изломов, полученных при 20 °С (рис. 5, б), состоит из очень мелких ямок и микрогребней; при высоких температурах (рис. 5, в) – из крупных округлых ямок, чередующихся с вытянутыми ямками.

Структура титанового сплава ВТ6 в исходном состоянии состояла из ( $\alpha + \beta$ )-фаз с размером первичных зерен  $\alpha$ -фазы 15 мкм. Объемная доля первичной  $\alpha$ -фазы была примерно 15 %. РКУП заготовки привело к измельчению структуры сплава. Средний размер зерен  $\alpha$ -фазы составил примерно 300 нм. При этом было установлено, что  $\beta$ -фаза локализуется в обособленных объемах на стыках зерен  $\alpha$ -фазы, а ее объемная доля уменьшилась с 13 до 6 %. Результаты

ударных испытаний показали, что ударная вязкость сплава ВТ6 с такой структурой снизилась более чем в два раза (табл. 2). После изотермической штамповки  $\alpha$ -фаза имела форму тонких пластин толщиной от 1,2 до 0,8 мкм, а  $\beta$ -фаза – форму межфазных прослоек. Объемная доля  $\beta$ -фазы после ИПД увеличилась с 6 до 10 % по сравнению с исходным состоянием. Размер зерен  $\alpha$ -фазы увеличился до 0,9 мкм, а ударная вязкость повысилась практически до исходного значения (см. табл. 2).

Разрушение сплава ВТ6 во всех случаях было вязким, с образованием ямочного микрорельефа. После РКУП и последующей экструзии ямки были более мелкие и неоднородные, по сравнению с исходным состоянием; это свидетельствует о неоднородности структуры сплава после данного вида обработки. После РКУП, затем экс-

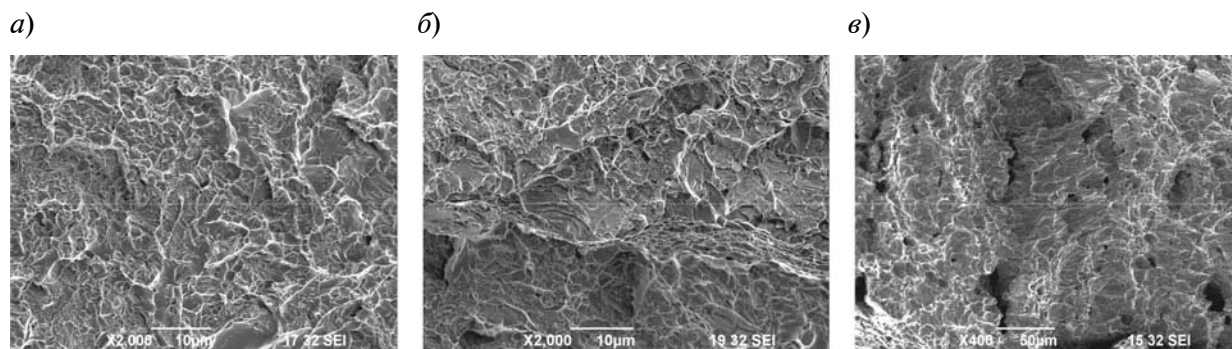


Рис. 5. Микрорельефы изломов титана Grade 4, полученных при трех температурах  $T$  после РКУП–конформ;  $T$ , °С: –196 (а), 20 (б), 250 (в). Увеличение  $\times 2000$  (а, б) и  $\times 400$  (в)

Таблица 2

**Значения ударной вязкости титанового сплава ВТ6 после различных обработок**

Состояние сплава	KSV, МДж/м <sup>2</sup>
Исходное	0,39
После РКУП + экструзии	0,15
После той же обработки + изотермической штамповки	0,32

трузии, а затем изотермической штамповки ямки были неглубокие, с гладкой поверхностью.

Таким образом, ИПД снижает ударную вязкость титана Grade 4 с ГПУ-структурой в области отрицательных, комнатной и умеренно высоких температур и повышает ее в области высоких температур; тем самым ИПД сужает интервал повышения ударной вязкости титана аналогично сужению интервала вязко-хрупкого перехода, которое наблюдается в стали 10 после РКУП. На примере титанового сплава ВТ6 с двухфазной структурой (ГПУ + ОЦК) показана принципиальная возможность повышения ударной вязкости сплава после ИПД без существенного снижения твердости и прочностных свойств, путем оптимизации технологических процессов проведения ИПД. При этом исследуемые материалы с ГПУ-решеткой после ИПД разрушаются с образованием ямочного микрорельефа.

Алюминиевый сплав АК4-1 мы исследовали в исходном состоянии и после РКУП с последующей экструзией. Ударные испытания показали, что в интервале температур от  $-196$  до  $+300$  °С ударная вязкость KCV сплава как в исходном состоянии, так и после РКУП с последующей экструзией практически не меняется (рис. 6). При этом ударная вязкость сплава после РКУП и экструзии несколько ниже, чем таковая в исходном состоянии. Сплав АК4-1 как в исходном состоянии, так и после РКУП и экструзии разрушился вязко с образованием ямочного микрорельефа при всех температурах исследования.

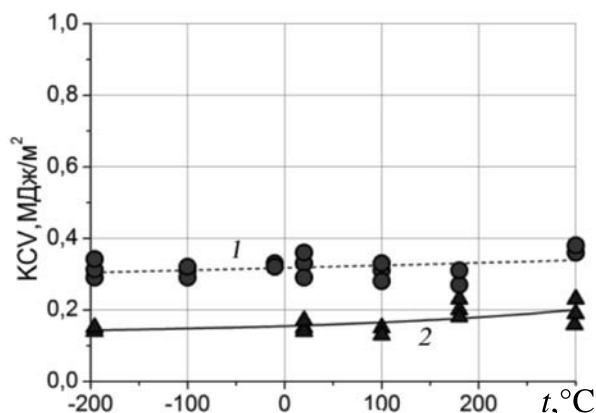


Рис. 6. Температурные зависимости ударной вязкости KCV алюминиевого сплава АК4-1 в исходном состоянии (1) и после РКУП + экструзии (2)

Проведенные исследования свидетельствуют, что ИПД, формируя ультрамелкозернистую и субмикроструктурную структуру, сужает интервал вязко-хрупкого перехода в материале с ОЦК-решеткой (сталь 10) и температурный интервал интенсивного изменения ударной вязкости в материале с ГПУ-решеткой (Grade 4) по сравнению с исходным состоянием. В материале с ГЦК-решеткой (сплав АК4-1) ударная вязкость после РКУП практически не меняется в широком интервале температур (от  $-196$  до  $+300$  °С).

На примере стали 10 и титанового сплава ВТ6 показана принципиальная возможность повышения ударной вязкости материалов после ИПД за счет оптимизации УМЗ-структуры путем варьирования режимов технологических процессов ИПД и последующей термической обработки.

Доминирующим механизмом низкотемпературного ударного разрушения образцов из стали 10 после РКУП выступает квазискор; в средней области вязкохрупкого перехода – расслоение и отрыв, в верхней области – ямочный микрорельеф. Микрорельеф изломов титана Grade 4 после РКУП – конформ состоит из мелких округлых ямок, чередующихся с вытянутыми. Сплав АК4-1 после РКУП с последующей экструзией разрушается вязко с образованием ямочного микрорельефа при всех температурах исследования.

Авторы выражают благодарность сотрудникам Института физики перспективных материалов Уфимского государственного авиационного технического университета и Оренбургского государственного универси-

тета, принимавшим участие в испытаниях и исследовании материалов.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 11-08-00208.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Валиев Р.З., Александров И.В.** Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. 398 с.
2. **Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Рааб Г.И., Клевцова Н.А., Фесенюк М.В., Кашапов М.Р.** Механизм ударного разрушения стали 10 с субмикроструктурной структурой в интервале вязко-хрупкого перехода // Деформация и разрушение материалов. 2011. № 8. С. 9–13.
3. **Клевцов Г.В., Валиев Р.З., Исламгалиев Р.К., Клевцова Н.А., Кашапов М.Р., Фесенюк М.В.** Прочность и механизм разрушения наноструктурированного алюминиевого сплава АК4-1 в широком интервале температур // Фундаментальные исследования. 2012. № 3. Ч. 2. С. 391–395.
4. **Валиев Р.З., Клевцов Г.В., Семенова И.П., Клевцова Н.А., Гундеров Д.В., Фесенюк М.В., Кашапов М.Р.** Прочности и механизм ударного разрушения титана Grade 4 и титанового сплава VT6 в исходном и субмикроструктурном состоянии // Деформация и разрушение мате-

риала. 2012. № 11. С. 32–37.

5. **Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Zhu Y.T.**, Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation // *J. Mater. Res.* 2002. Vol. 17. No. 5. P. 5–8.

6. **Zherebtsov S.V., Salishchev G.A., Galeev R.M., Valiakhmetov O.R., Mironov S.Yu., Semiatin, S.L.** Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti-6Al-4V billet by warm severe deformation processing // *Scripta Mater.* 2004. Vol. 51. P. 1147–1151.

7. **Estrin Yu., Vinogradov A.** Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science // *Acta Materialia.* 2013. Vol. 61. Iss. 3. P. 782–817.

8. **Рыбин В.В.** Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Metallurgia, 1986. 224 с.

9. **Исламгалиев Р.К., Нестеров К.М., Хафизова Э.Д., Ганеев А.В., Голубовский Е.Р., Волков М.Е.** Прочность и усталость ультрамелкозернистого алюминиевого сплава АК4-1 // Вестник УГАТУ. 2012. Т. 16. № 8(53). С. 104–109.

#### REFERENCES

1. **Valiev R.Z., Aleksandrov I.V.** Ob'emnye nanostrukturnye metallicheskie materialy: poluchenie, struktura i svojstva. Moscow, IKTs «Akademkniga», 2007. 398 p.
2. **Klevtsov G.V., Valiev R.Z., Raab G.I., Klevtsova N.A., Fesenyuk M.V., Kashapov M.R.** Mekhanizm udarnogo razrusheniya stali 10 s submikrokristallicheskoj strukturoj v intervale vyazko-khрупkogo perekhoda. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2011, No. 8, pp. 9–13.
3. **Klevtsov G.V., Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Klevtsova N.A., Kashapov M.R., Fesenyuk M.V.** Prochnost' i mekhanizm razrusheniya nanostrukturirovannogo alyuminievogo splava AK4-1 v shirokom intervale temperatur. *Fundamental'nye issledovaniya*, 2012, No. 3, Part 2, pp. 391–395.
4. **Valiev R.Z., Klevtsov G.V., Semenova I.P., Klevtsova N.A., Gunderov D.V., Fesenyuk M.V., Kashapov M.R.** Prochnosti i mekhanizm udarnogo razrusheniya titana Grade 4 i titanovogo splava VT6 v iskhodnom i submikrokristallicheskom sostoyaniyakh. *Deformatsiya i razrushenie materialov*, 2012, No. 11, pp. 32–37.

5. **Valiev R.Z., Alexandrov I.V., Zhu Y.T.** Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation. *J. Mater. Res.*, 2002, Vol. 17. No. 5. P. 5–8.

6. **Zherebtsov S.V., Salishchev G.A., Galeev R.M., Valiakhmetov O.R., Mironov S.Yu., Semiatin, S.L.** Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti-6Al-4V billet by warm severe deformation processing. *Scripta Mater.*, 2004, Vol. 51, pp. 1147–1151.

7. **Estrin Yu., Vinogradov A.** Extreme grain refinement by severe plastic deformation: A wealth of challenging science. *Acta Materialia*, 2013, Vol. 61. Iss. 3, pp. 782–817.

8. **Rybin V.V.** Bol'shie plasticheskie deformatsii i razrushenie metallov. Moscow, Metallurgiya, 1986. 224 p.

9. **Islamgaliev R.K., Nesterov K.M., Khafizova E.D., Ganeev A.V., Golubovskij E.R., Volkov M.E.** Prochnost' i ustalost' ul'tramelkozernistogo alyuminievogo splava AK4-1. *Vestnik UGATU*, 2012, Vol. 16, No. 8(53), pp. 104–109.

**КЛЕВЦОВ Геннадий Всеволодович** — доктор технических наук, профессор кафедры нанотехнологий, материаловедения и механики Тольяттинского государственного университета.

445667, г. Тольятти, Белорусская ул., 14  
klevtsov11948@mail.ru

**ГАНЕЕВ Артур Вилевич** — инженер Института физики перспективных материалов Уфимского государственного авиационного технического университета.

450000, г. Уфа, ул. К. Маркса, 12  
artur\_ganeev@mail.ru

**СЕМЕНОВА Ирина Петровна** — доктор физико-математических наук, ведущий научный сотрудник Института физики перспективных материалов Уфимского государственного авиационного технического университета.

450000, г. Уфа, ул. К. Маркса, 12  
semenova-ip@mail.ru

**ВАЛИЕВ Руслан Зуфарович** — доктор физико-математических наук, профессор, директор Института физики перспективных материалов Уфимского государственного авиационного технического университета.

450000, г. Уфа, ул. К. Маркса, 12  
RZValiev@mail.ru