

Е. И. Усков

Институт проблем прочности им. Г. С. Писаренко НАНУ, Киев

ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ТЕРМОЦИКЛИЧЕСКОЙ ДЛИТЕЛЬНОЙ ПРОЧНОСТИ ТУГОПЛАВКИХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Приведены результаты исследования высокотемпературной ползучести и длительной прочности тугоплавких сплавов на основе Mo, Nb и Ta при циклическом изменении температуры по различным программам. Выявлены закономерности деформирования и разрушения тугоплавких сплавов при термоциклировании. Предложены аналитические зависимости для прогнозирования результатов термоциклических испытаний по данным изотермических опытов.

Ключевые слова: тугоплавкие сплавы, высокие температуры, термоциклизирование, длительная прочность, ползучесть, прогнозирование

Тугоплавкие металлы и сплавы на их основе используются в качестве конструкционных материалов при изготовлении деталей ракетных двигателей, газовых турбин и ядерных реакторов, в узлах обшивки скоростных самолетов, ракет и космических аппаратов, для изготовления защитных оболочек и других деталей термоэлектронных преобразователей и др.

Условия работы тугоплавких сплавов в этих случаях характеризуются высокими рабочими температурами, значительно превосходящими уровень рабочих температур жаропрочных сплавов на основе железа, никеля и кобальта, а также сложными режимами теплового и силового нагружения.

Правильный подход к использованию этих материалов в качестве конструкционных требует знания их механических свойств в условиях, близких к эксплуатационным. Имеющиеся в литературе данные об испытаниях тугоплавких сплавов на кратковременную и длительную прочность [1, 2] позволили дать сравнительную оценку прочности и пластичности этих материалов и установить некоторые закономерности их поведения в изотермических условиях.

В то же время совершенно недостаточно изучены особенности деформирования и разрушения тугоплавких металлов и сплавов при циклическом изменении температуры и нагрузки, то есть в тех условиях, при которых часто эксплуатируются реальные изделия.

Недостаточное количество подобной информации в значительной степени объясняется существенными методическими трудностями, возникающими при проведении термоциклических испытаний таких материалов, в частности, отсутствием соответствующего испытательного оборудования.

В связи с этим прогнозирование

поведения тугоплавких сплавов в условиях термоциклического длительного нагружения по данным изотермических испытаний является важной и актуальной задачей.

Ниже представлены результаты исследований длительной прочности различных тугоплавких сплавов в изотермических условиях и при термоциклировании, выполненных в Институте проблем прочности НАНУ.

Исследовали сплавы на основе молибдена (сплав BM-1, содержащий около 99 % Mo), тантала (сплав Ta-10W, содержащий 10 % W) и различные сплавы ниobia (сплавы BH-2, Nb-9Mo, Nb-10M, содержащие от 4 до 10 % Mo). Химический состав и механические свойства исследованных материалов представлены в табл. 1.

Характеристики механических свойств сплавов BM-1, BH-2 и Ta-10W, а также данные о длительной прочности сплава Nb-9Mo были получены на материалах в деформированном состоянии; остальные характеристики механических свойств

Таблица 1
Химический состав и механические свойства исследованных материалов

Материал, %	T, °C	Кратковременная прочность			Длительная прочность		
		σ_b , MPa	$\sigma_{0,2}$, MPa	δ , %	$\sigma_{1,0}$, MPa	σ_{10} , MPa	σ_{100} , MPa
BM-1 Mo-98,8; W<0,6 Ti<0,4; Zr-0,15 C<0,01; O ₂ <0,003	1200	350	180	12,0	—	—	—
	1600	124	65	21,0	48	30	13
BH-2 Nb-96,05; Mo-3,8 Cr<0,01; C<0,05 O ₂ <0,03; N ₂ <0,04	20	791	336	2,5	—	—	—
	1000	450	200	3,2	270	190	140
	1200	171	135	16,0	96	76	57
BH-2 Nb-89; Mo-9,8 Ta-до 1; Zr-0,03 C-0,003; Ti-0,03	20	550	460	26,0	—	—	—
	1000	245	210	21,0	180	150	109
	1500	85	68	53,0	5,8	3,2	0,9
Nb-9Mo Nb-90; Mo-9 Zr-0,6; C-0,04	20	540	420	23,0	—	—	—
	1000	245	210	14,0	—	—	—
	1600	70	68	46,0	44	28	12
Ta-10W Ta-до 90; W-10 Nb-0,003; C-0,02	20	820	715	31,0	—	—	—
	900	490	340	16,0	317	280	247

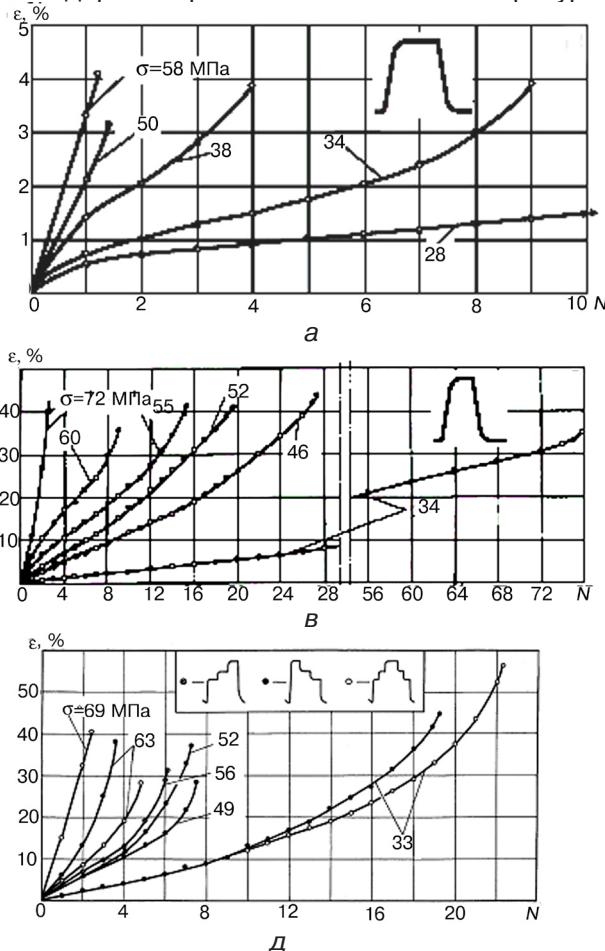
сплава Nb-9Mo, а также все характеристики механических свойств сплава Nb-10Mo были получены при испытаниях образцов, предварительно подвергнутых рекристаллизационному отжигу. Значения пределов длительной прочности сплавов, приведенные в табл. 1, соответствуют базе испытаний 1, 10 и 100 ч.

Испытания в условиях термоциклирования проводили на оригинальной установке на плоских образцах толщиной 0,5–1,0 мм в вакууме [2]. В процессе испытаний растягивающее усилие, действующее на образец, оставалось постоянным, а температура циклически изменялась по различным циклам: одноступенчатым (треугольным и трапецидальным) и многоступенчатым, которые отличались последовательностью и длительностью выдержек на различных температурных уровнях [3].

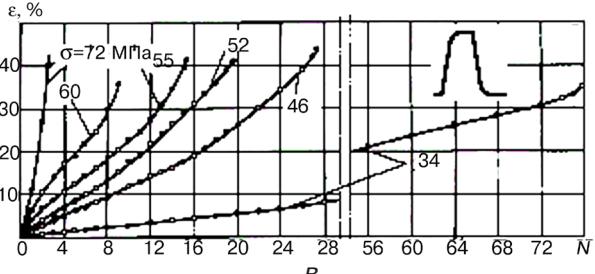
Минимальная температура циклов во всех случаях составляла 250 °C, что обусловлено методическими особенностями испытаний (исключение – сплав Ta-10W, для которого $T_{\min} \approx 80$ °C). Максимальная температура для различных сплавов была следующей, в °C: для сплава Ta-10W – 900, для сплава BH-2 – 1400, для сплава Nb-10Mo – 1500, для сплавов BM-1 и Nb-9Mo – 1600.

В случае многоступенчатых циклов (такие программы осуществляли при испытаниях ниобиевых сплавов BH-2 и Nb-10Mo) в процессе испытаний образцы выдерживали не только при максимальной температуре, но и на двух других промежуточных температурных уровнях T_1 и T_2 ($T_1 = 1200$, $T_2 = 1000$ °C).

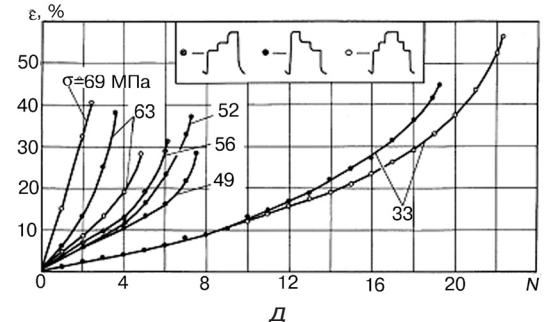
Выдержки при максимальной температуре в



a



b



c

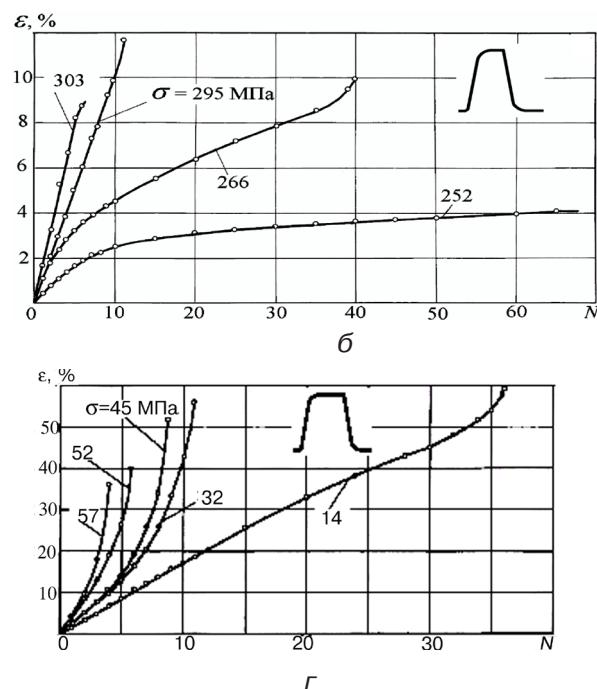
течение одного одноступенчатого цикла составляли, в мин: для сплава BM-1 – 0,5; 30 и 240; для сплава BH-2 – 0,5 и 30; для сплава Ta-10W – 10 и 30; для сплавов Nb-9Mo и Nb-10Mo – 3,5 и 30. В случае многоступенчатых циклов выдержки при T_{\max} составляли, в мин: для сплава BH-2 – 9,5; для сплава Nb-10Mo – 4,5; выдержки при температурах T_1 и T_2 для сплава BH-2 – 10; для сплава Nb-10Mo – по 5.

В процессе испытаний после каждого температурного цикла (или после определенного количества циклов) измеряли деформацию образца и строили зависимость между удлинением образца ε и числом циклов нагрева N в координатах $\varepsilon-N$. Деформацию измеряли при одинаковой температуре, равной минимальной температуре цикла.

Испытания проводили, как правило, до разрушения образцов, что позволило установить закономерности изменения длительной прочности сплавов.

Наиболее характерные для исследованных сплавов кривые термоциклической ползучести в координатах $\varepsilon-N$ представлены на рис. 1, а кривые термоциклической длительной прочности в координатах $\sigma-N$ – на рис. 2.

Поскольку температурные циклы характеризуются значительной разницей между минимальной и максимальной температурами ($\Delta T = 820-1350$ °C), при испытаниях сплавов на ползучесть и длительную прочность по одноступенчатым температурным циклам со значительными, как правило, выдержками при максимальной температуре процесс деформирования и разрушения сплавов определяется, в основном, ползучестью, которая



d

Рис. 1. Кривые термоциклической ползучести сплавов: *a* - BM-1, $T_{\max} = 1600$ °C, $t_{\max} = 30$ мин; *б* - Ta-10W, $T_{\max} = 900$ °C, $t_{\max} = 10$ мин; *в* - Nb-9Mo, $T_{\max} = 1600$ °C, $t_{\max} = 3,5$ мин; *г* - Nb-10Mo, $T_{\max} = 1500$ °C, $t_{\max} = 30$ мин; *д* - BH-2, $T_{\max} = 1400$ °C, $T_1 = 1200$ °C, $T_2 = 1000$ °C

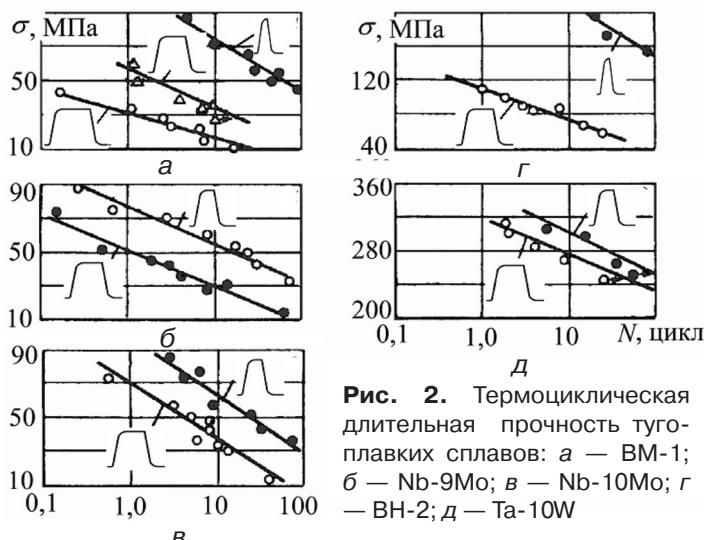


Рис. 2. Термоциклическая длительная прочность тугоплавких сплавов: а — ВМ-1; б — Nb-9Mo; в — Nb-10Mo; г — ВН-2; д — Ta-10W

имеет место во время нахождения образца под нагрузкой при максимальной температуре. Ползучесть сплавов при минимальной температуре ($T_{\min} = 80-250^{\circ}\text{C}$) и соответствующих напряжениях чрезвычайно мала и ее можно не учитывать при обработке результатов испытаний. Не оказывает, очевидно, существенного влияния на результаты и ползучесть при промежуточных температурах (между значениями T_{\min} и T_{\max}), так как время нахождения образца в процессе нагрева и охлаждения при промежуточных температурах, близких к максимальной, было, как правило, на несколько порядков меньше времени выдержки при максимальной температуре в течение цикла.

В связи с этим, является обоснованным и целесообразным представление результатов исследования термоциклической ползучести и длительной прочности в зависимости не только от числа циклов теплосмен, но и от суммарного времени выдержки образца при максимальной температуре.

При анализе результатов исследования в условиях многоступенчатых циклических изменений температуры нельзя, очевидно, ограничиться учетом только времени выдержки при максимальной температуре, поскольку значительные выдержки под нагрузкой при температурах, близких к максимальной, могут оказывать существенное влияние на характеристики ползучести и длительной прочности сплавов. В этом случае сравнение результатов термоциклических испытаний следует проводить с данными изотермических опытов при температуре, эквивалентной температурному диапазону циклических испытаний.

Эквивалентная температура рассчитывается с помощью зависимости, выведенной на основании гипотезы упрочнения

$$\exp\left(-\frac{U_0}{RT_{\text{экв}}}\right) = \frac{1}{t_1 + t_2 + t_3} \times \\ \times \left[t_1 \exp\left(-\frac{U_0}{RT_1}\right) + t_2 \exp\left(-\frac{U_0}{RT_2}\right) + t_3 \exp\left(-\frac{U_0}{RT_3}\right) \right], \quad (1)$$

где $T_{\text{экв}}$ — эквивалентная температура; U_0 — энергия активации ползучести; t_1, t_2, t_3 — время выдержки образца в течение одного цикла при соответствующих температурах T_1, T_2, T_3 ; R — газовая постоянная.

Энергию активации ползучести определяем по формуле

$$U_0 = \frac{RT_1T_2}{T_2 - T_1} (\ln t_1 - \ln t_2) \quad (2)$$

где t_1, t_2 — промежутки времени, необходимые для достижения заданного значения деформации ползучести при одном и том же напряжении и различных температурах T_1, T_2 соответственно.

Определенные по формуле (1) значения $T_{\text{экв}}$ для многоступенчатых температурных циклов с уровнями температуры 1000-1200-1400 °C (сплав ВН-2) и циклов с уровнями 1000-1200-1500 °C (сплав Nb-10Mo) составляют соответственно 1345 и 1440 °C.

Представление результатов термоциклических испытаний на ползучесть и длительную прочность в зависимости от суммарного времени выдержки при максимальной температуре цикла ($t_{T_{\max}}$) в случае одноступенчатых циклов или суммарного времени выдержки при высоких температурах ($t_{T_{\max}+T_1+T_2}$) при многоступенчатом термоциклировании дает возможность сравнивать их с результатами изотермических испытаний соответственно при максимальной температуре цикла или при эквивалентной температуре.

На рис. 3 в качестве примера представлены кривые ползучести и скорость ползучести сплавов на основе ниобия ВН-2 и Nb-10Mo в координатах $\dot{\varepsilon} - t_{T_{\max}}$ и $\sigma - \dot{\varepsilon}$ соответственно ($\dot{\varepsilon}$ — скорость ползучести). Для сравнения, на рисунке представлены результаты соответствующих изотермических испытаний при температуре, равной максимальной температуре цикла.

Видно, что при относительно низких (для исследованного диапазона температур) напряжениях, когда суммарное время при T_{\max} до разрушения превышает 1-2 ч, термоциклирование приводит к существенному увеличению скорости ползучести и преждевременному разрушению по сравнению с соответствующими изотермическими испытаниями, что сопровождается, как правило, понижением пластичности исследованных сплавов.

На рис. 4 для всех исследованных сплавов приведены кривые термоциклической длительной прочности (сплошные линии) и кривые длительной прочности, полученные в изотермических условиях (пунктирные линии) при максимальной температуре соответствующих одноступенчатых циклов (рис. 4, а-д) или эквивалентной температуре соответствующих многоступенчатых циклов (рис. 4, е, ж).

Видно, что как при одноступенчатом, так и многоступенчатом термоциклировании экспериментальные данные в системе координат $\sigma - \lg t$ практически аппроксимируются

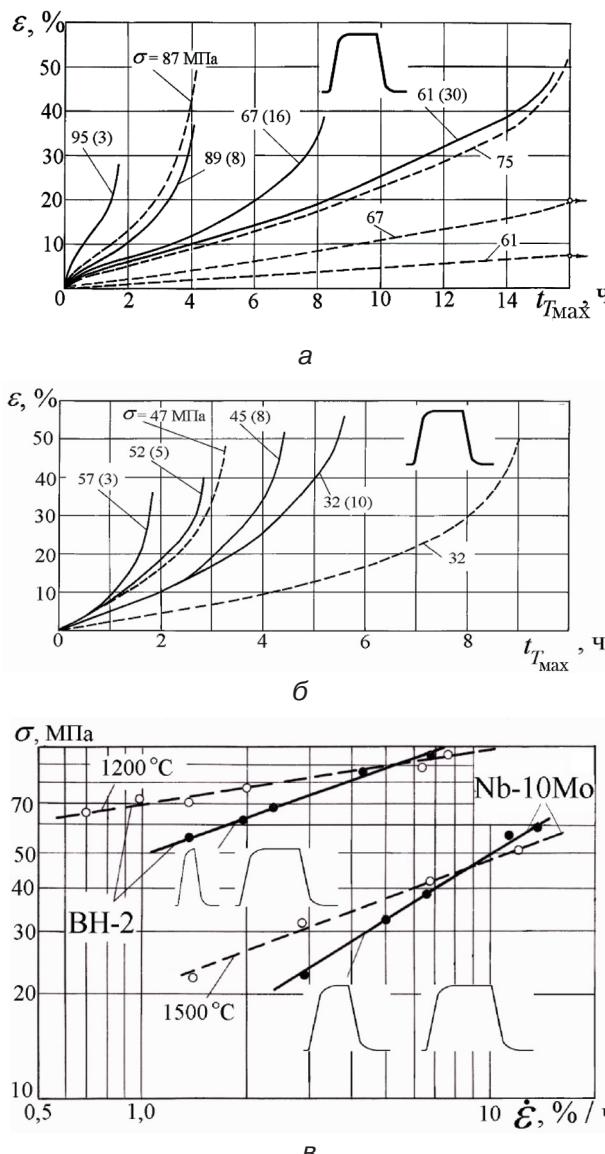


Рис. 3. Кривые ползучести (*a*, *б*) и скорость ползучести (*в*) сплавов на основе ниобия: *a* - BH-2, $T_{\max} = 1200^{\circ}\text{C}$; *б* - Nb-10Mo, $T_{\max} = 1500^{\circ}\text{C}$; сплошные линии - термоциклирование, штриховые - изотермические испытания; в скобках указано число температурных циклов до разрушения образца

ются прямыми, то есть между напряжением и временем до разрушения в исследованном температурно-временном интервале справедлива экспоненциальная зависимость типа

$$t = Ce^{-m\sigma}, \quad (3)$$

где t – суммарное время выдержки при T_{\max} до разрушения (одноступенчатые циклы); или суммарное время выдержки образца при высоких уровнях температуры T_1 , T_2 и T_{\max} (многоступенчатые циклы), σ – напряжение; e – основание натуральных логарифмов; C , m – постоянные коэффициенты.

Сопоставление термоциклических и изотермических кривых длительной прочности (рис. 4) позволяет отметить следующее. Для всех исследованных сплавов в области высоких напряжений, когда разрушение происходит при незначительном суммарном времени выдержки при высоких

температурах, термоциклические и изотермические кривые длительной прочности практически совпадают. С уменьшением напряжения и увеличением времени до разрушения термоциклические кривые идут ниже изотермических, что свидетельствует о снижении долговечности тугоплавких сплавов при термоциклировании.

Причем, для всех исследованных сплавов, испытанных в условиях термоциклирования при $T_{\max} \geq 0,5 T_{\text{пл}}$ ($T_{\text{пл}}$ – температура плавления), снижение долговечности наблюдается примерно после 1-2 ч суммарной выдержки при высоких температурах.

С учетом отмеченных особенностей получена формула для определения суммарного времени до разрушения при высоких температурах в процессе термоциклирования по данным изотермических опытов.

Для вывода формулы воспользуемся схемой (рис. 5), которая отображает в общем виде результаты термоциклических испытаний на длительную прочность.

Как видно из схемы, термоциклические и изотермические кривые длительной прочности в системе координат σ - $\lg t$ аппроксимируются прямыми, отличающимися углом наклона к оси абсцисс.

Уравнения соответствующих прямых имеют вид

$$\sigma_{\text{из}} = -K_1 \lg t_{\text{из}} + b_{\text{из}}; \quad (4)$$

$$\sigma_{\text{ц}} = -K_2 \lg t_{\text{ц}} + b_{\text{ц}}, \quad (5)$$

где K_1 и K_2 – коэффициенты, характеризующие угол наклона соответствующих прямых.

$$K_1 = -\tan \gamma_1; K_2 = -\tan \gamma_2.$$

θ – угол между прямыми, характеризующий степень снижения долговечности при термоциклировании. $P(\lg t_0, \sigma_0)$ – точка пересечения прямых.

$$\tan \theta = \frac{K_2 - K_1}{1 + K_1 K_2}, \text{ откуда } K_2 = \frac{\tan \theta + K_1}{1 - \tan \theta \cdot K_1}. \quad (6)$$

Выполнив простейшие математические действия, из уравнения (5) получим

$$t_{\text{ц}} = e^{\frac{b_{\text{ц}} - \sigma_0}{K_2 M}}, \quad (7)$$

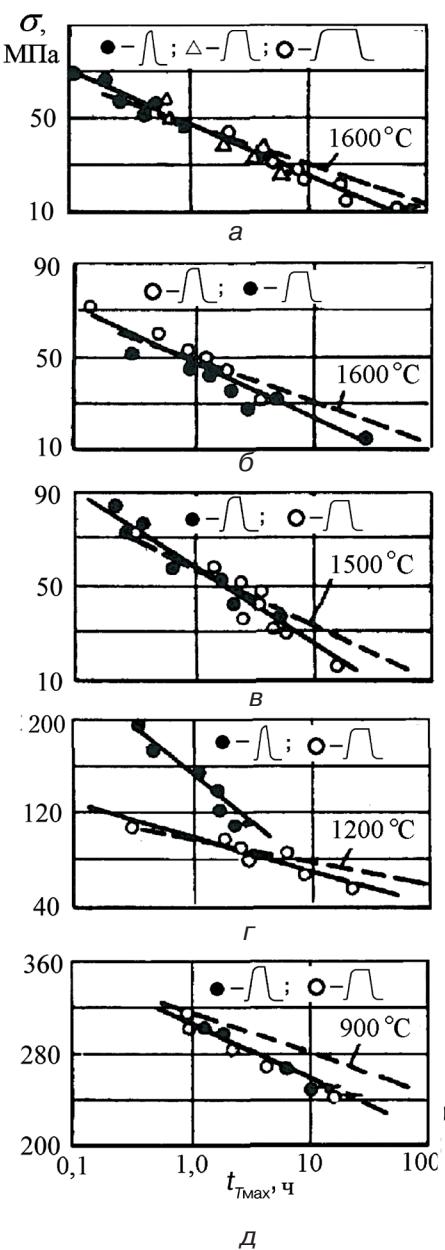
где M – модуль перевода десятичных логарифмов в натуральные ($M = 0,4343$).

Зависимость (5) для точки $P(\lg t_0, \sigma_0)$ можно записать в виде

$$\sigma_0 = -K_2 \lg t_0 + b_{\text{ц}}, \text{ откуда } b_{\text{ц}} = -K_2 \lg t_0 + \sigma_0. \quad (8)$$

После подстановки значения $b_{\text{ц}}$ в (7) и соответствующих преобразований получим следующее выражение для расчета суммарного времени выдержки при высоких температурах до разрушения при термоциклировании

$$t_{\text{ц}} = t_0 e^{\frac{\sigma_0 - \sigma_{\text{ц}}}{K_2 M}} \quad (9)$$



Д

Коэффициент K_2 определяется по данным изотермических испытаний с помощью зависимости (6).

Значения t_0 , σ_0 и θ , найденные экспериментально для различных тугоплавких сплавов в исследованном температурно-временном диапазоне, приведены в табл. 2.

Результаты, представленные в табл. 2, показывают, что степень снижения долговечности, о которой можно судить по относительному взаимному расположению термоциклических и изотермических кривых, определяемых углом θ между ними, существенно различаются в зависимости от вида температурных циклов.

При одноступенчатом термоциклировании степень снижения долговечности меньше ($\theta = 4\text{--}7^\circ$), чем при многостепенчатом ($\theta = 10\text{--}14^\circ$).

Из данных табл. 2 видно, что в случае одноступенчатых термоциклических испытаний для всех исследованных сплавов (за

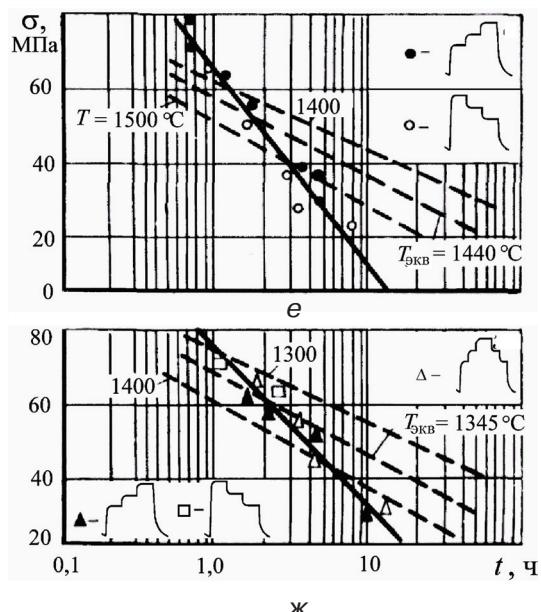


Рис. 4. Длительная прочность при одноступенчатом (а-д) и многостепенчатом (е, ж) термоциклировании сплавов: а - BM-1; б - Nb-9Mo; в - Nb-10Mo; г - BH-2; д - Ta-10W; е - Nb-10Mo; ж - BH-2

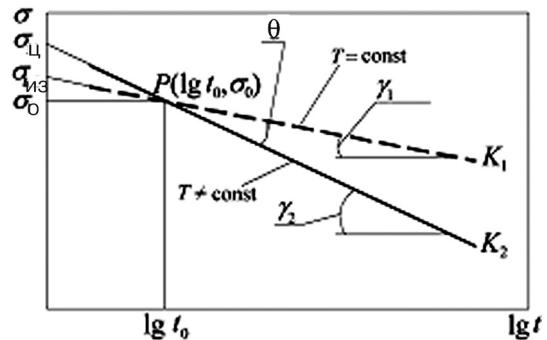


Рис. 5. Схематическое представление результатов термоциклических и изотермических испытаний тугоплавких сплавов на длительную прочность

исключением сплава Ta-10W, который испытывался при $T_{\max} \approx 0,3 T_{\text{пл}}$) значение t_0 составляет примерно 1 ч, а среднее значение угла θ — около 5° ($\operatorname{tg} \theta \approx 0,1$).

С учетом этого, формулы для определения угла наклона (6) и времени до разрушения (9) при термоциклических испытаниях по данным изотер-

Таблица 2

Значения t_0 , θ_0 и θ , найденные экспериментально

Сплав	T_{\max} , °C	θ , град	$\operatorname{tg} \theta$	t_0 , ч	σ_0 , МПа	Примечание
BM-1	1600	5	0,0875	0,9	49	одноступенчатые циклы
Nb-9Mo	1600	6	0,1051	1,2	47	
Nb-10Mo	1500	4	0,0699	1,0	58	
BH-2	1200	7	0,1228	1,2	94	
Ta-10W	900	4	0,0699	0,2	340	
Nb-10Mo	1500	13,5	0,2401	1,7	54	многоступенчатые циклы
BH-2	1400	10,5	0,1853	1,6	66	

мических опытов, а также для одноступенчатого термоциклирования при $T_{\max} \geq 0,5 T_{\text{пл}}$ упрощаются и принимают следующий вид;

$$K_2 = \frac{0,1 + K_1}{1 - 0,1 K_1}; \quad (10)$$

$$t_{\text{пп}} = e^{\frac{\sigma_0 - \sigma_{\text{пп}}}{0,4343 K_2}} \quad (11)$$

В табл. 3 приведены некоторые результаты экспериментальных и расчетных значений времени до разрушения при термоциклировании.

Из табл. 3 видно, что значения $t_{\text{пп}}$, найденные по зависимостям (10) и (11), для различных тугоплавких сплавов, испытанных в условиях одноступенчатых температурных циклов при $T_{\max} \geq 0,5 T_{\text{пл}}$, достаточно хорошо коррелируют с экспериментальными данными.

Таблица 3

Сравнение экспериментальных ($t_{\text{пп}}^{\text{эксп}}$) и расчетных ($t_{\text{пп}}^{\text{расч}}$) значений времени до разрушения при термоциклировании

Сплав	$T_{\max}, ^\circ\text{C}$	$\sigma_{\text{пп}}, \text{МПа}$	$(t_{\text{пп}}^{\text{эксп}}), \text{ч}$	$(t_{\text{пп}}^{\text{расч}}), \text{ч}$	Погрешность $\Delta, \%$
BM-1	1600	48,0	1,0	1,05	-5,0
		30,0	6,0	6,35	-5,8
		25,0	10,0	10,48	-4,8
		12,0	40,0	38,47	+3,8
Nb-9Mo	1600	48,0	1,0	0,95	+5,0
		31,0	5,0	5,20	-4,0
		23,5	10,0	11,02	-10,2
		16,5	20,0	22,19	-11,0
Nb-10Mo	1500	58,0	1,0	1,0	0
		39,5	4,0	3,42	+14,5
ВН-2	1200	97,0	1,0	0,92	+8,0
		76,0	5,0	5,69	-13,8



ЛИТЕРАТУРА

- Прочность тугоплавких металлов / Г. С. Писаренко и др. – М.: Металлургия, 1970. – 368 с.
- Прочность материалов и конструкций / Под. ред. В.Т. Трощенко – Киев: Академпериодика, 2006. –1076 с.
- Усков Е. И. Влияние формы температурного цикла на длительную прочность сплавов ниобия // Надежность и долговечность механизмов, элеменитов конструкций и биомеханических систем. – Севастополь. Изд-во СевНТУ, 2007. – С. 69-74.

УСКОВ Е. І. Прогнозування термоциклічної тривалої міцності тугоплавких металів і сплавів

Наведено результати досліджень високотемпературної повзучості і тривалої міцності тугоплавких сплавів на основі Mo, Nb і Ta, при циклічній зміні температури за різними програмами. Виявлено закономірності деформування і руйнування тугоплавких сплавів при термоциклиуванні. Запропоновано аналітичні залежності для прогнозування результатів термоциклічних випробувань за даними ізотермічних експериментів.

Ключові слова: тугоплавкі сплави, високі температури, термоциклиування, тривала міцність, повзучість, прогнозування

USKOV E. Prediction of the thermocyclic long-term strength of refractory metals and alloys

The results of investigation in high temperature creep and long-term strength of refractory alloys Mo, Nb, and Ta under the cyclic change of temperature at different programs are represented. Regularities of the alloys deformation and fracture under thermocyclic loading are detected. Analytical relations for prediction of thermocyclic tests results using isothermal experiments date are suggested.

Keywords: refractory alloys, high temperatures, thermocyclic, long-term strength, creep, prediction