

УДК 669.049.44:669.25:539.3:548.5

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И СТРУКТУРА ЛИТЫХ СТЕРЖНЕЙ ИЗ Со-СПЛАВА 84КХСР, ПОЛУЧЕННЫХ ЗОННОЙ ПЛАВКОЙ ПРИ РАЗНЫХ РЕЖИМАХ ОХЛАЖДЕНИЯ СТЕРЖНЯ¹

©2024 г. В.В. Молоканов, А.А. Алпатов, А.В. Крутилин, Н.А. Палий, М.А. Каплан, Т.Р. Чуева, П.П. Умнов

ФГБУН Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, Москва
E-mail: molokano@imet.ac.ru

Поступила в редакцию 14 декабря 2023 г.

После доработки 4 марта 2024 г. принята к публикации 11 марта 2024 г.

С использованием установленного оптимального режима зонной плавки (ЗП) литого стержня из Со-сплава 84КХСР, обеспечивающего максимальную прочность, получена партия стержней, охлажденных в вакууме, гелии и воде. Проведено исследование структуры и механических свойств материала стержней при трехточечном изгибе и сжатии. Установлено, что при всех принятых режимах охлаждения в стержнях формируется структура одинакового типа, состоящая из продольно ориентированных игольчатых дендритов, плотно упакованных в дисперсной эвтектической матрице. Для всех использованных режимов получены высокие значения прочности при изгибе $\sigma_{\text{в}}^{\text{изг}} = 1970—2220$ МПа и сжатии $\sigma_{\text{в}}^{\text{сж}} = 2300—2600$ МПа. При испытаниях на сжатие установлены экстремально высокие значения упругой деформации $\varepsilon = 2—3\%$ и низкий модуль упругости $E = 64$ ГПа. Общая обратимая деформация по характеру изменения близка к упругой и составляет 5—6%. Излом стержней хрупкий, следы пластической деформации отсутствуют. Отмечены перспективы использования высокопрочных сверхупругих бездефектных околоэвтектических литых стержней, полученных ЗП.

Ключевые слова: эвтектический сплав; структурное упрочнение; зонная плавка; прочность; сверхупругость; обратимая деформация.

Сплавы с аморфной и эвтектической структурой входят в группу многокомпонентных высокоэнтропийных сплавов, обладающих новым сочетанием высоких механических свойств [1—4]. Механические свойства аморфных сплавов изучены достаточно подробно [5, 6]. Однако механические свойства эвтектических прекурсоров аморфных сплавов исследованы недостаточно. Этому мешает высокая хрупкость эвтектических сплавов, наличие газовой пористости и примесей в отливках.

Устранить пористость, повысить чистоту и механические свойства литых прекурсоров можно при использовании операции зонной плавки (ЗП). Такая технология получения эвтектических стержневых прекурсоров предложена авторами для получения бездефектных протяженных аморфных проводов методом Улитовского—Тейлора [7, 8].

Для получения магнитомягких аморфных лент и микропроводов в промышленности широко используется эвтектический Со-сплав 84КХСР. Литые стержни из этого сплава, имеющие стабильные геометрические параметры и не содержащие газовых пор и примесей, могут представлять практический интерес для использования в качестве конструкционных материалов. Повышение механических свойств эвтектических стержней, обработанных методом ЗП, возможно в результате реализации эффекта структурного упрочнения дендритами и способа охлаждения. В настоящей работе проведено исследование влияния условий охлаждения на структуру и механические свойства литых стержней из Со-сплава 84КХСР, подвергнутого оптимальному режиму ЗП.

Материалы и методика эксперимента. Слиток коммерческого сплава 84КХСР массой 2,5 кг расплавляли в корундовом тигле в лабораторной вакуумной печи в среде ар-

¹Работа выполнена в рамках государственных заданий №075-01176-23-00 и №075-00320-24-00.

гона. Исходную партию стержней диаметром 3 и длиной 300—350 мм получали всасыванием порций расплава из тигля в кварцевые трубки. Для обработки стержней с использованием ЗП применяли предложенный авторами метод вертикального перемещения кварцевой трубки со стержнем в вакуумированном стеклянном контейнере через одновитковый индуктор [7, 8].

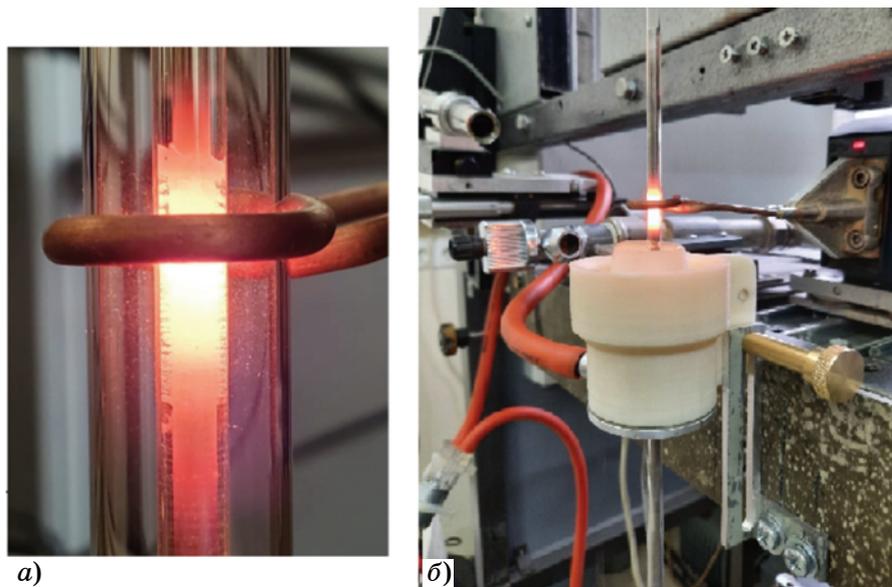
Первый проход ЗП проводили в трубке диаметром 3,7 мм для удаления внутренних газовых пор при температуре в зоне расплава $t_{з.р} = 1050$ °С и скорости перемещения зоны расплава через одновитковый индуктор $v_{з.р} = 35$ мм/мин. Стержни, полученные после первого прохода ЗП, использовали для второго прохода в трубках диаметром 4 мм. Часть стержней (6 штук) использовали для определения скорости перемещения зоны расплава в индукторе, обеспечивающей максимальную прочность стержня при изгибе. Остальные стержни использовали для определения влияния условий охлаждения стержня при ЗП на его структуру и свойства. Все эксперименты проводили при температуре зоны расплава 1150 °С, обеспечивающей оптимальные технологические свойства сплава 84КХСР.

Стержень в кварцевой трубке, размещенной в стеклянном герметичном контейнере (фиг. 1, а), при выходе из зоны нагрева охлаждался в вакууме или среде гелия.

При способе охлаждения стержня водой стеклянный контейнер не использовался. Содержащий зону расплава стержень в кварцевой трубке с аргоном перемещался через индуктор с заданной скоростью и далее проходил непрерывно через закалочное устройство с водой при температуре 7 °С (фиг. 1, б). Расстояние до поверхности воды, до четко фиксируемой визуальной поверхности раздела расплав—стержень составляло 2 мм (попытка введения закалочного устройства непосредственно в зону расплава сопровождалась образованием паровой рубашки, затрудняющей процесс охлаждения).

Стержни, полученные ЗП при разных режимах охлаждения, разрезали на 4—5 частей длиной около 50 мм, которые служили образцами при проведении механических испытаний на трехточечный изгиб. После испытаний половинки разрушенных образцов использовали для подготовки плоскопараллельных образцов высотой 12 мм для испытаний на сжатие, а также для изготовления продольных и поперечных шлифов для микроструктурного анализа. Для исследования структуры стержней в продольном направлении поверхностный металл с образцов механически удаляли до их центральной части.

Испытания на трехточечный изгиб и сжатие проводили при комнатной температуре на машине INSTRON 5848. Для испытаний



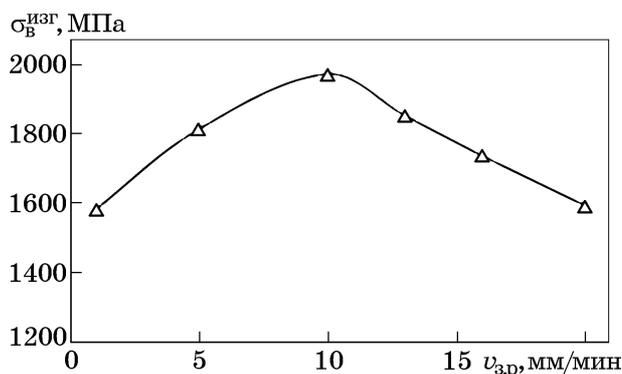
Фиг. 1. Охлаждение торца стержня после ЗП в закрытом стеклянном контейнере в вакууме или газобразном гелии (а), в проточном слое воды (б)

на изгиб использовали платформу с двумя цилиндрическими опорами, закрепленными на расстоянии 40 мм. Процесс нагружения вели со скоростью 1 мм/мин до разрушения образца.

Испытания цилиндрических образцов на одноосное сжатие проводили со скоростью 1,2 мм/мин. Состояние образцов после разрушения фиксировали с помощью фотосъемки. Микроструктурный анализ шлифов после травления образцов в 8%-ном спиртовом растворе HNO_3 проводили с использованием оптического микроскопа Axiovert 25 CA Zeiss.

Результаты исследований и их обсуждение. На фиг. 2 приведены результаты исследования методом трехточечного изгиба механических свойств стержней, полученных ЗП, в зависимости от скорости перемещения зоны расплава $v_{з.р}$ при температуре расплава $t_{з.р} = 1150$ °С.

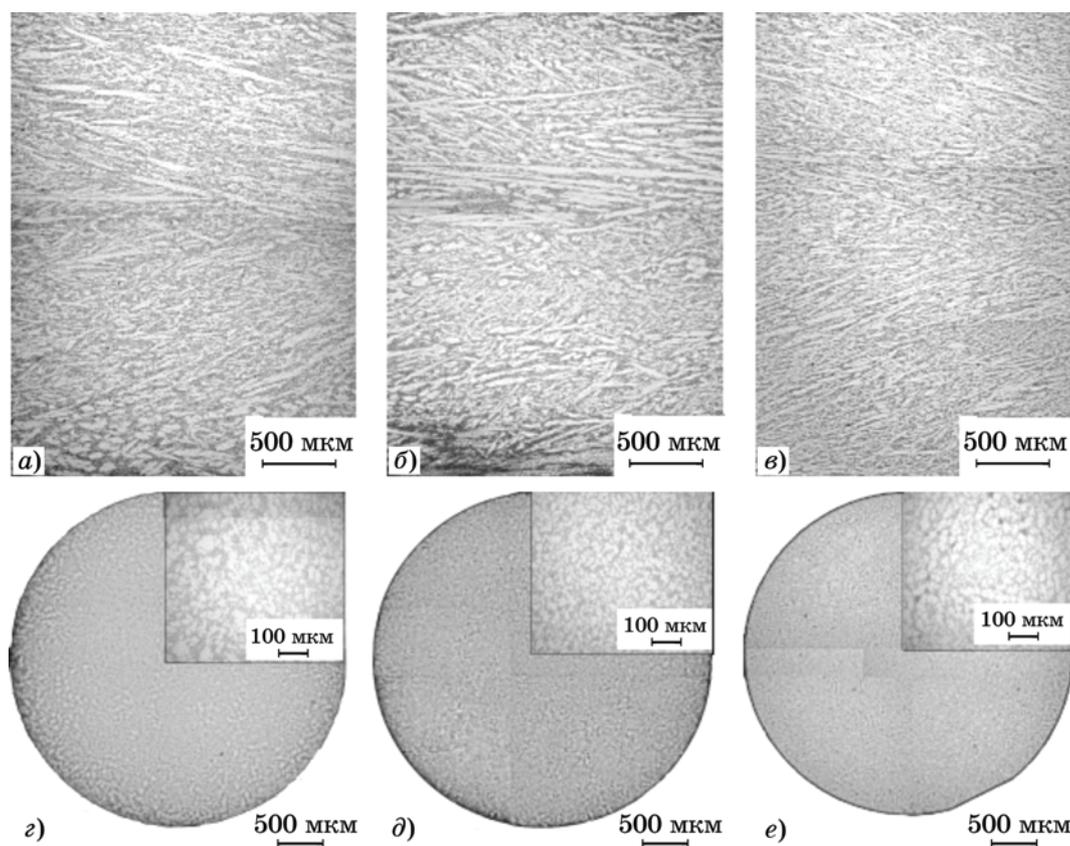
Отмечается существенный рост прочности до $\sigma_{\text{в}}^{\text{изг}} = 1970$ МПа при увеличении скорости $v_{з.р}$ от 1 до 10 мм/мин. При дальнейшем увеличении скорости в интервале 10—



Фиг. 2. Характер изменения прочности стержня из сплава 84КХСР при изгибе от скорости перемещения зоны расплава через одновитковый индуктор (температура зоны расплава $t_{з.р} = 1150$ °С)

20 мм/мин прочность плавно снижается. Установленный режим ведения процесса ЗП, обеспечивающий наиболее высокие значения прочности, использовали в дальнейших экспериментах.

Выполнено исследование структуры и механических свойств литых стержней из Со-сплава 84КХСР, полученных ЗП по опти-



Фиг. 3. Микроструктура продольного (а—в) и поперечного (г—е) сечений стержней из сплава 84КХСР, полученных ЗП при охлаждении стержня в вакууме (а, г), гелии (б, д), воде (в, е). На врезках на г—е приведены фрагменты структуры с большим увеличением. Температура расплава 1150 °С, скорость перемещения зоны расплава 10 мм/мин

мальному режиму, при использовании разных способов охлаждения стержня. На фиг. 3 показаны микроструктуры стержней в продольном и поперечном сечениях, полученные при охлаждении стержня после ЗП в вакууме (а), гелии (б), воде (в).

Из результатов микроструктурного анализа следует, что в продольном и поперечном направлениях микроструктура характеризуется равномерным распределением по объему стержней. Градиентная структура, формирующаяся при неравномерном охлаждении и вызывающая неравномерное распределение свойств, отсутствует.

Установлено, что в стержнях, полученных с разной скоростью охлаждения, сохраняется одинаковый тип структуры: продольно ориентированные игольчатые дендриты располагаются в дисперсной эвтектической матрице. Очевидно, что направленный рост дендритов в расплаве контролируется механизмом диффузии и ограничивается временем существования зоны расплава, т.е. скоростью перемещения зоны. Увеличение скорости охлаждения при переходе от вакуума к воде (см. фиг. 3) сопровождается повышением

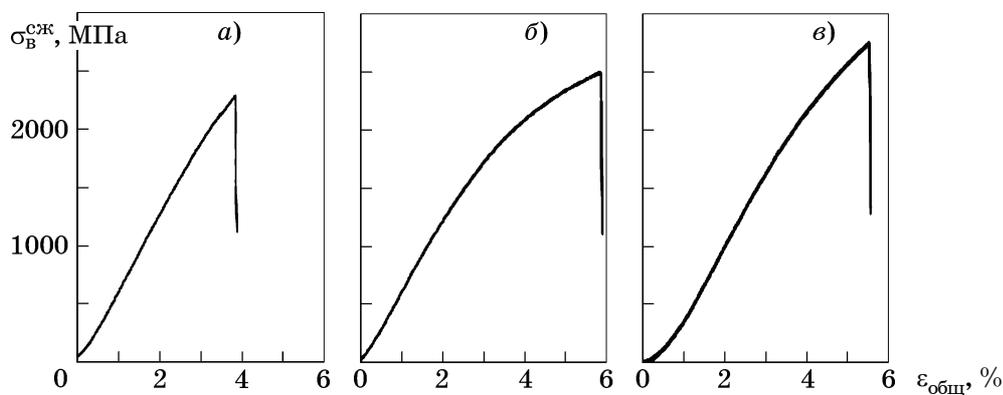
плотности дендритов, обусловленным ростом числа центров кристаллизации на границе раздела расплава с кристаллическим стержнем.

Результаты механических испытаний на сжатие и трехточечный изгиб стержней, полученных ЗП, при охлаждении в вакууме, гелии и воде приведены в таблице и на фиг. 4 и 5.

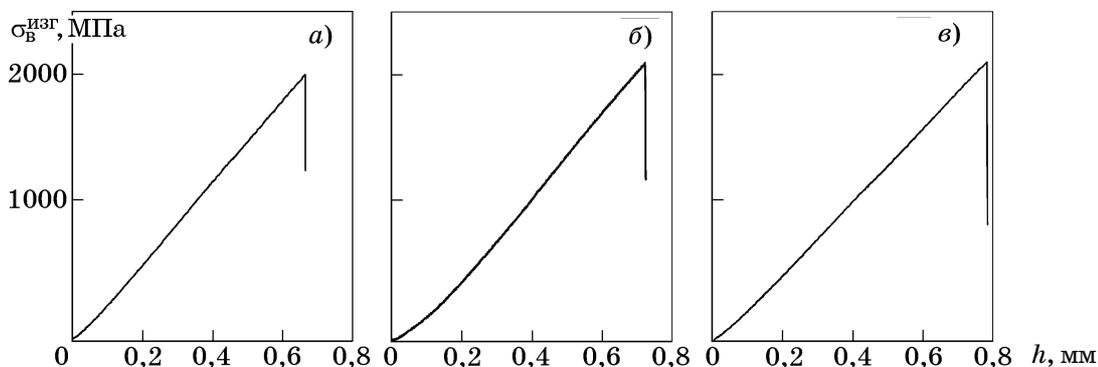
При испытаниях стержней на сжатие высокие значения прочности (2300—2700 МПа), упругой деформации ($\varepsilon = 2\text{—}3\%$) и

Механические свойства стержней из сплава 84КХСР, полученных ЗП ($t = 1150\text{ }^\circ\text{C}$, $v_{з.р} = 10\text{ мм/мин}$), при охлаждении в вакууме, гелии и воде

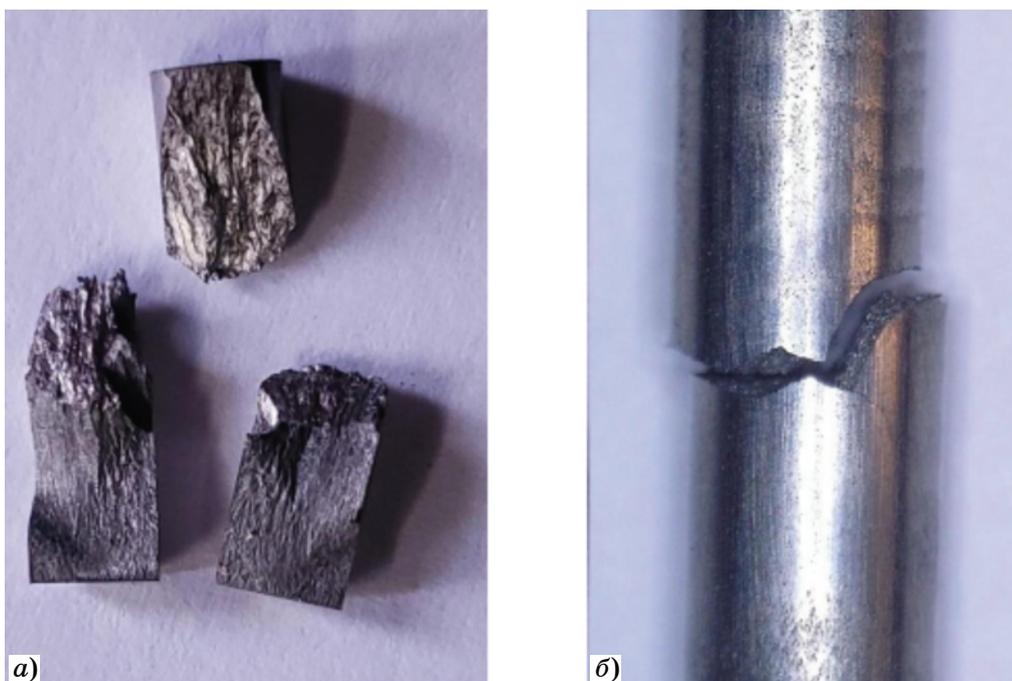
Охлаждающая среда	Вид механического воздействия					
	сжатие			изгиб		
	$\sigma_{в}^{сж}$, МПа	$\varepsilon_{упр}$, %	$\varepsilon_{общ}$, %	E , ГПа	$\sigma_{в}^{изг}$, МПа	h , мм
Вакуум	2320	2,9	3,7	64	1970	0,72
Гелий	2510	2,4	5,6	64	2040	0,69
Вода	2730	2,3	5,5	64	2220	0,80



Фиг. 4. Зависимость прочности при сжатии $\sigma_{в}^{сж}$ от степени общей деформации $\varepsilon_{общ}$ стержней из сплава 84КХСР, полученных ЗП, при охлаждении в вакууме (а), гелии (б), воде (в)



Фиг. 5. Зависимость прочности при изгибе $\sigma_{в}^{изг}$ от величины стрелы прогиба h для стержней из сплава 84КХСР, полученных ЗП, при охлаждении в вакууме (а), гелии (б), воде (в)



Фиг. 6. Фрактограммы изломов образцов из Со-сплава после сжатия (а) и трехточечного изгиба (б)

низкий модуль упругости ($E = 64$ ГПа) фиксируются для всех режимов охлаждения стержня. При этом общая деформация стержней по характеру изменения близка к упругой и при разрушении достигает значения $\varepsilon_{\text{общ}} = 4\text{—}6\%$ (см. таблицу и фиг. 4, а—в).

Совместное рассмотрение приведенных на фиг. 5, а—в и в таблице данных показывает, что для всех использованных режимов фиксируется линейный характер изменения прочности при изгибе, свидетельствующий о наличии упругой деформации стержней вплоть до разрушения. При всех режимах охлаждения сохраняются высокие значения прочности $\sigma_{\text{в}}^{\text{изг}} = 1970\text{—}2220$ МПа. Отмечено небольшое увеличение стрелы прогиба стержня до $h = 0,8$ мм, полученного закалкой в воде (см. фиг. 5, в и таблицу), которое может быть обусловлено ростом плотности сформированных дендритов.

Фрактографический анализ образцов после сжатия и изгиба указывает на отсутствие пластической деформации при разрушении (фиг. 6).

Установлено, что образцы стержней, полученных по разным режимам ЗП, имеют одинаковый характер разрушения без следов пластической деформации. Как при сжатии, так и при изгибе разрушение происходит в две стадии. При изгибе (фиг. 6, б) на первой стадии на поверхности стержня образуются одна или две сходящихся трещины, направ-

ленные в глубь стержня под углом, близким к 45° . На второй стадии происходит долом. При сжатии (фиг. 6, а) долом происходит по плоскости, проходящей вдоль центральной оси стержня. Из-за высокой запасенной упругой энергии сжатия при разрушении стержня образуется несколько осколков.

Полученные результаты позволяют заключить, что важной отличительной особенностью исследованного эвтектического сплава является наличие большого эффекта сверхупругости при сжатии. На фиг. 4, а—в общую область деформации можно разделить на две зоны: зону упругой деформации $\varepsilon = 2\text{—}3\%$ и зону обратимой деформации $\varepsilon = 3\text{—}6\%$. Зона упругой деформации соответствует упругому смещению атомов в решетке под действием сжимающих нагрузок. Зона обратимой деформации обусловлена упругим смещением структурных элементов стержня. Рост нагрузок в этой зоне может приводить к появлению бочкообразного расширения образца, образованию поверхностной трещины и продольному разрушению с образованием осколков.

Выводы. 1. Показано, что зонная плавка (ЗП) позволяет получать протяженные беспористые литые стержни из Со-сплава 84КХСР с высоким уровнем механических свойств. Важной особенностью исследованного околоэвтектического Со-сплава 84КХСР являются высокие прочностные и особенно упругие

свойства при сжатии и изгибе в широком интервале приложенных напряжений.

2. Высокий уровень механических свойств стержня, полученного ЗП, обеспечивается за счет формирования структуры, состоящей из игольчатых дендритов, продольно ориентированных в эвтектической матрице. Способ охлаждения стержня не оказывает существенного влияния на прочностные свойства стержня при изгибе и сжатии.

3. Такие особые механические свойства литых стержней, прошедших обработку ЗП, открывают перспективы создания новых видов инструментов и изделий с высокой стойкостью к ударным и термическим воздействиям, сохраняющих работоспособность в условиях критически высоких сжимающих напряжений и напряжений изгиба.

4. Полученные результаты показывают, что для повышения прочностных и упругих свойств стержней в условиях изгиба целесообразно применять режим ЗП с охлаждением в воде.

5. При сжатии стержня условия охлаждения не оказывают влияния на прочность и величину упругой и общей деформации. В этом случае предпочтительнее использовать вакуумный вариант ведения ЗП, обеспечивающий высокую степень очистки от примесей и полное устранение газовой пористости.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Senkov, O.N.* Refractory high-entropy alloys / O.N. Senkov, G.B. Wilks, D.B. Miracle, C.P. Chuang, P.K.

Liaw // *Intermetallics*. 2010. V.18. №9. P.1758—1765. DOI : 10.1016/j.intermet.2010.05.014.

2. *Takeuchi, A.* Entropies in alloy design for high-entropy and bulk glassy alloys / A. Takeuchi, K. Amiya, T. Wada, K. Yubuta, W. Zhang, A. Makino // *Entropy*. 2013. V.15. №9. P.3810—3821. DOI : 10.3390/e15093810.
3. *Inoue, A.* Bulk glassy alloys : historical development and current research / A. Inoue // *Engineering*. 2015. V.1. №2. P.185—191. DOI : 10.15302/J-ENG-2015038.
4. *Shang, Y.* Mechanical behavior of high-entropy alloys : A review / Y. Shang, J. Brechtel, C. Pistidda, P.K. Liaw // *High-Entropy Mater. : Theory, Experiments, and Applications*. — [S.l.] : Springer Cham., 2021. P.435—522. DOI : 10.1007/978-3-030-77641-1_10.
5. *Qiao, J.C.* Structural heterogeneities and mechanical behavior of amorphous alloys / J.C. Qiao, Q. Wang, J.M. Pelletier, H. Kato, R. Casalini, D. Crespo, E. Pineida, Y. Yao, Y. Yang // *Progr. Mater. Sci.* 2019. V.104. P.250—329. DOI : 10.1016/j.pmatsci.2019.04.005.
6. *Zhai, H.* A strategy for designing bulk metallic glass composites with excellent work-hardening and large tensile ductility / Zhai H., Wang H., Liu F. // *J. Alloys Comp.* 2016. V.685. P.322—330. DOI : 10.1016/j.jallcom.2016.05.290.
7. *Молоканов, В.В.* Повышение качества литых стержневых прекурсоров, используемых для получения аморфных микропроводов методом Улитовского—Тейлора / В.В. Молоканов, А.А. Алпатов, А.В. Крутилин, Н.А. Палий, М.А. Каплан, И.В. Смирнов, О.С. Антонова // *Электротехнология*. 2022. №11. С.21—29. DOI : 10.31044/1684-5781-2022-0-11-21-29.
8. Пат. RU 2796511. МПК : С30В 13/16. Способ зонной плавки для получения бездефектных литых стержней и прекурсоров / Алпатов А.А., Молоканов В.В., Крутилин А.В., Палий Н.А. Заявитель и патентообладатель ИМЕТ РАН. — №2022126222 ; заявл. 07.10.2022 ; опублик. 24.05.2023. Бюл. №15.