

05

Дефектная структура и механическая стабильность микрокристаллического титана, полученного при равноканальном угловом прессовании

© В.И. Бетехтин¹, А.Г. Кадомцев¹, М.В. Нарыкова¹,
О.В. Амосова¹, V. Sklenicka²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

² Institute of Physics of Materials AS CR, 616 62, Brno, Czech Republic
E-mail: vladimir.betekhtin@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 16 июля 2016 г.

Установлено, что увеличения в процессе равноканального углового прессования нанопористости и доли большеугловых границ зерен являются основными структурными факторами, ведущими к снижению механической устойчивости (долговечности) микрокристаллического титана при длительных испытаниях в условиях ползучести.

DOI: 10.21883/PJTF.2017.01.44087.16425

Широкая сфера применения титана обуславливает повышенный интерес к исследованию особенностей структуры этого металла в его высокопрочном микрокристаллическом состоянии, сформировавшемся в результате интенсивной пластической деформации (ИПД). Известно, что высокие механические свойства после ИПД определяются в основном размером зерен и состоянием их границ. Уменьшение при ИПД размера зерен ведет к увеличению объемной доли их границ, в которых локализуются высокие концентрации дефектов (дислокаций, вакансий, нанопор и др.) и высокие внутренние напряжения [1,2]. В силу этого нано- и микрокристаллические металлы, полученные при ИПД, являются по своей природе неравновесными, и поэтому проблема их механической устойчивости, особенно при длительном нагружении, актуальна как для фундаментальных исследований, так и в прикладном плане [3]. В работах [4,5] было показано, что существенное

влияние на механическую устойчивость оказывают два структурных фактора: образовавшиеся при ИПД нанопористость и большеугловые границы ($\varphi > 15^\circ$), обуславливающие высокий уровень внутренних напряжений. В данной работе исследован вклад этих двух факторов в механическую стабильность (долговечность при испытании в режиме ползучести) микрокристаллического титана, полученного при равноканальном угловом прессовании (РКУП).

Для исследования был выбран титан ВТ1-0 с содержанием примесей $\approx 0.3\%$. РКУП проводилось по маршруту B_c с циклическим поворотом заготовки вокруг оси канала на 90° после каждого цикла и углом пересечения каналов в 120° при 673 K [6].

Для механических испытаний использовались образцы, приготовленные после разного числа проходов РКУП. Образцы имели длину однородно деформируемой части 15 mm с площадью поперечного сечения $3 \times 2\text{ mm}^2$. Приготовленные образцы испытывались при $T = 673\text{ K}$ и $\sigma = 15\text{ MPa}$ до разрыва и определялось их время до разрушения (долговечность). Помимо этого, на исходных (до испытания в условиях ползучести) образцах определялась их микротвердость и ее изменение в зависимости от числа проходов при РКУП.

Плотность образцов и ее изменение при РКУП, обусловленное в том числе порообразованием, определялись методом тройного гидростатического взвешивания. Параметры пор оценивались с помощью модифицированного метода рентгеновского рассеяния в области сверхмалых углов с использованием для идентификации пустотной природы рассеивающих неоднородностей высокого (1.5 GPa) гидростатического давления [7]. Размер зерен и распределения их по разориентации определялись с помощью просвечивающей и растровой электронной микроскопии и обратного рассеяния электронов.

Рассмотрим полученные экспериментальные данные. Установлено, что плотность образцов титана в исходном (до РКУП) состоянии и после 2, 4 и 8 проходов оказалась соответственно (4.5127 ± 0.0003) , (4.5117 ± 0.0005) , (4.5060 ± 0.0006) , $(4.5100 \pm 0.0005)\text{ g/cm}^3$. Таким образом, наблюдается четкая тенденция к росту „разрыхления“ титана (определяемого в том числе уровнем нанопористости) по мере увеличения числа проходов. При этом воздействие высокого гидростатического давления, как показали исследования, ведет к заметному повышению плотности. К примеру, после 4 проходов при РКУП плотность за счет приложения гидростатического давления увеличилась с 4.5065

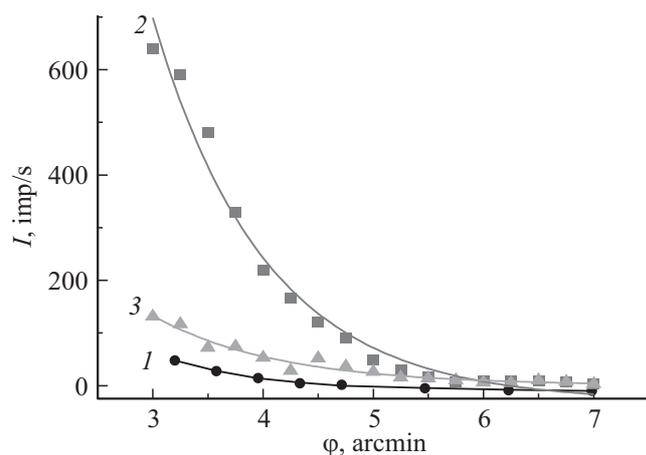


Рис. 1. Интенсивность малоуглового рентгеновского рассеяния для образцов титана: 1 — крупнозернистое (исходное) состояние; 2 — после 4 проходов РКУП; 3 — после 4 проходов РКУП и воздействия гидростатического давления 1.5 GPa.

до 4.5100 g/cm^3 . Воздействие гидростатического давления позволило также выявить природу повышенной интенсивности малоуглового рассеяния, возникающего после РКУП (рис. 1, кривая 1, 2). Видно, что интенсивность рассеяния заметно снижается после воздействия на образцы высокого гидростатического давления (рис. 1, кривая 3). Полагая (с учетом данных [5,7]), что наблюдаемый эффект обусловлен уменьшением (залечиванием) пористости, была проведена, согласно [8], оценка размеров пор и вклада их залечивания в плотность. Установлено, что размеры пор $\approx 15\text{--}20 \text{ nm}$, а их объемная доля хорошо согласуется с данными изменения плотности после действия давления.

Рассмотрим данные о влиянии числа проходов при РКУП на размеры зерен и особенно их распределение по разориентации. Проведенные с большой статистикой измерения показали, что средний размер зерен в исходном состоянии и после 2, 4, 8 проходов составили соответственно 15, 2.15, 1.25, 0.75 μm . На рис. 2 в качестве примера показана зеренная структура после 8 проходов. Гидростатическое давление, как показали структурные исследования, на размер зерен не повлияло. Не

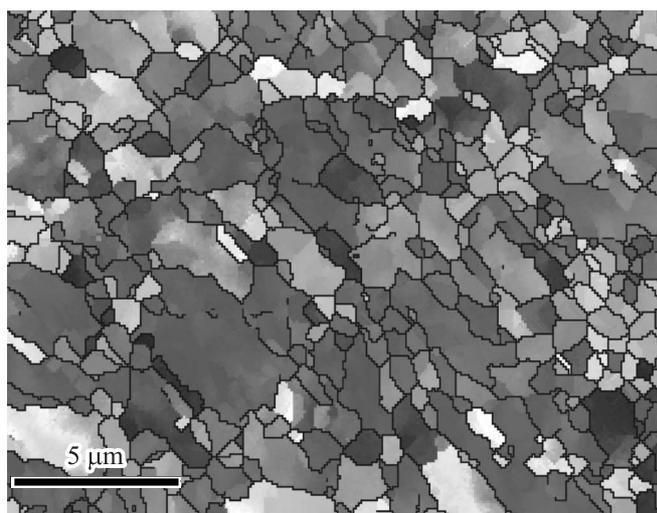


Рис. 2. Микроструктура титана после 8 проходов РКУП.

было также обнаружено влияния давления на распределение зерен по разориентации; для примера, на рис. 3 показано распределение по разориентации до (*a*) и после (*b*) воздействия давления для титана, полученного в результате двух проходов РКУП. В то же время с увеличением числа проходов доля большеугловых границ (HAGB — high angle grain boundaries) заметно растет. Так, если для двух проходов HAGB $\sim 33\%$, то после 8 проходов она $\sim 57\%$. Заметим, что отсутствие влияния давления на распределение зерен по разориентации наблюдалось ранее для чистого Al и сплава Cu–0.2 wt% Zr [4].

Перейдем к рассмотрению и анализу данных механических испытаний. Ранее было установлено, что при выбранных условиях испытания на ползучесть долговечность титана в исходном состоянии и после 2, 4, 8 проходов составляет $\approx 140, 78, 60, 38$ h [6], т. е. даже после перевода в микрокристаллическое состояние долговечность заметно уменьшилась. Аналогичные закономерности были получены для ряда металлов и сплавов в [9,10]. После воздействия давления, ведущего к залечиванию напористости, наблюдалось повышение долговечности. Однако эффект

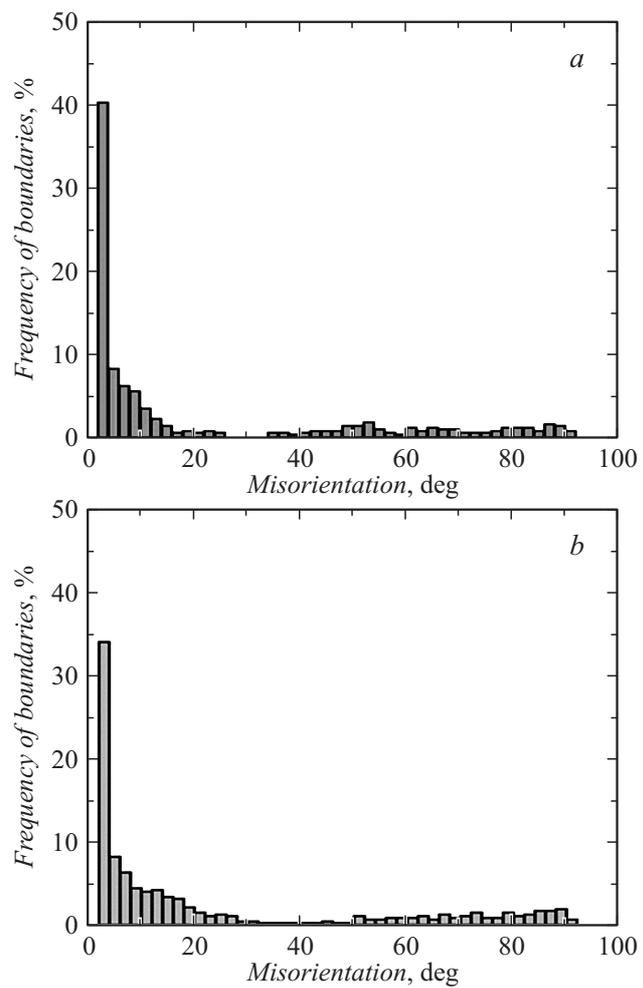


Рис. 3. Распределение зерен по разориентации для микрокристаллического титана после 2 проходов РКУП до (a) и после (b) воздействия гидростатического давления 1.5 GPa.

заметного роста долговечности был обнаружен только для образцов, полученных при небольшом числе проходов; с ростом числа проходов он практически нивелировался. Так, долговечность образцов титана после 2, 4, 8 проходов и залечивающего действия давления составила соответственно 98, 62, 39 h. Видно, что только после двух проходов залечивание пор заметно повысило долговечность (с 78 до 98 h).

Полученные данные позволяют сделать вывод, что залечивание нанопор эффективно повышает долговечность только в образцах, в которых доля большеугловых границ сравнительно небольшая. При росте доли большеугловых границ их негативное влияние при длительном нагружении, очевидно, полностью нивелирует положительный для механической устойчивости эффект залечивания нанопор.

В то же время образование при РКУП микрокристаллической ориентированной структуры и увеличение доли большеугловых границ существенно повышает предел прочности, текучести, микротвердость, т. е. „кратковременные“ характеристики механических свойств, не связанные с длительным действием нагрузки. Действительно, для исследованного в данной работе Ti микротвердость в исходном состоянии и после 4 и 8 проходов при РКУП составляет 1060, 2950, 3150 МПа.

Таким образом, из полученных данных следует, что нанопоры и большеугловые границы по-разному сказываются на характеристиках прочности. Нанопористость, вероятно, практически не влияет на „кратковременные“ характеристики прочности, а увеличение доли большеугловых границ (как и уменьшение размера зерен) при РКУП ведет, как неоднократно отмечалось [1,2], к повышению этих прочностных характеристик.

Однако перевод титана в микрокристаллическое состояние с высокими характеристиками предела прочности и микротвердости привел к снижению механической устойчивости (долговечности) при длительных испытаниях.

С учетом этих и полученных ранее [5–7,9] результатов структурных исследований можно дать следующее объяснение рассмотренным выше данным о влиянии РКУП на различные характеристики прочности. Негативное влияние на долговечность микрокристаллических металлов и сплавов, которые испытываются в режиме ползучести или усталости, оказывают образующиеся в процессе больших пластических деформаций (в том числе и при РКУП) большеугловые границы зерен (источники высоких внутренних напряжений) и нанопоры. Именно эти

структурные дефекты и становятся, очевидно, зародышевыми „очагами“ развития разрушения при длительном нагружении в условиях ползучести. Отметим, что повышение объемной доли границ зерен в материале при ИПД также может оказывать негативное влияние на долговечность при испытаниях в режиме ползучести, так как при этом развитие деформации и разрушения происходит преимущественно по границам. Однако роль первых двух факторов является преобладающей.

Полученные результаты представляют несомненный интерес и с практической точки зрения, так как позволяют правильно выбирать число проходов РКУП для получения оптимальных механических свойств, особенно при ползучести и усталостных испытаниях, т.е. при длительных испытаниях, определяющих работоспособность такого важного конструкционного материала, как титан.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №15-12-30010). Авторы выражают благодарность сотрудникам ГАТУ (г. Уфа) Г.К. Рабу и С.Н. Фаизовой за проведение РКУП титана.

Список литературы

- [1] *Валиев В.З., Александров Г.В.* Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
- [2] *Андреевский Р.А., Глезер А.М.* // УФМ. 2009. Т. 179. № 4. С. 337–358.
- [3] *Андреевский Р.А.* // Успехи химии. 2014. Т. 83 (4). С. 365–37.
- [4] *Dvorak J., Sklenicka V., Betekhtin V.I., Kadomtsev A.G.* // Mater. Sci. Eng. A. 2013. V. 584–1. P. 103–113.
- [5] *Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Sklenicka V., Нарыкова М.В.* // Письма в ЖТФ. 2011. Т. 37. В. 20. С. 75–79.
- [6] *Бетехтин В.И., Dvorak J., Кадомцев А.Г.* и др. // Письма в ЖТФ. 2015. Т. 41. В. 2. С. 58–65.
- [7] *Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Sklenicka V., Saxl I.* // ФТТ. 2007. Т. 49. С. 1874–1877.
- [8] *Guinier A., Fournet G.* Small-angle scattering of X-rays. N.Y.: J. Willey, 1995. P. 237.
- [9] *Бетехтин В.И., Sklenicka V., Кадомцев А.Г.* и др. // ФТТ. 2010. Т. 52. В. 8. С. 1517–1523.
- [10] *Sklenicka V., Dvorak J., Kopylov V.J., Dodatkin S.I.* // Acta Phys. Pol. A. 2012. V. 122. N 3. P. 477–481.