

Упругие и микропластические свойства титана в различных структурных состояниях

© Б.К. Кардашев,¹ В.И. Бетехтин,¹ А.Г. Кадомцев,¹ М.В. Нарыкова,¹ Ю.Р. Колобов²

¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,
194021 Санкт-Петербург, Россия

² Институт проблем химической физики РАН,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия
e-mail: b.kardashev@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 23 января 2017 г.)

Изучено поведение упругих (модуль Юнга) и микропластических свойств титана в зависимости от исходной структуры и последующей интенсивной пластической деформации, переводящей материал по размеру зерна в субмикроструктурное структурное состояние. Показано, что различная исходная структура металла в значительной степени предопределяет его упругие свойства после деформации.

DOI: 10.21883/JTF.2017.09.44910.2172

Введение

Широкая сфера применения титана и его сплавов стимулирует систематические исследования их механических свойств, особенно после перевода титана за счет интенсивной пластической деформации (ИПД) в высокопрочное субмикроструктурное, наноструктурное состояние [1–4]. Использование этого материала в медицинской технике при изготовлении имплантантов требует получения высокопрочного титана, который должен обладать низким значением модуля упругости, как можно ближе к модулю упругости костной ткани [1,4].

Настоящая работа посвящена изучению упругих и микропластических свойств титана с различным состоянием структуры и составом примесей до и после ИПД.

Материалы и методика исследований

В настоящей работе были исследованы три партии титана с разным содержанием примесей. Химический состав первой партии (BT1-0): 0.28% примесей, из которых 0.12% составляло железо. Партия 2 (ПТЗ-В) имела 5.7% примесей, среди которых было 3.5% алюминия и 2% ванадия. Партия 3 (Grade 4) содержала 0.78% примесей, из которых 0.39% было железо.

Перевод в наноструктурное состояние осуществлялся с помощью ИПД отработанным режимом винтовой и продольной прокатки [1,2].

Структурные исследования проводились методами оптической и просвечивающей растровой электронной микроскопии. Установлено, что титан BT1-0 (партия 1) в исходном крупнозернистом состоянии имел пластинчатые зерна размером $\sim (150 \times 10) \mu\text{m}$, а также вкрапления карбида титана в границах зерен размером около $1 \mu\text{m}$. После ИПД наблюдались достаточно равноосные зерна размером $\sim (250 \times 290) \text{nm}$. В сплаве ПТЗ-В (партия 2) в исходном состоянии наблюдались пластинчатые

зерна размером $\sim (100 \times 5) \mu\text{m}$, а после ИПД слегка вытянутые зерна $\sim (350 \times 200) \text{nm}$. Для партии 3 (Grade 4) в исходном состоянии наблюдалась почти равноосная структура со средним размером зерна около $40 \mu\text{m}$. После ИПД — равноосные зерна $\sim 250 \text{nm}$. В качестве примера на рис. 1 и 2 приведены микроструктуры исследуемых сплавов BT1-0 и ПТЗ-В в крупнозернистом и наноструктурном состояниях.

Для измерений модуля Юнга и внутреннего трения, а также изучения микропластических свойств титана в широком диапазоне амплитуд колебательных деформаций использовалась акустическая методика — резонансный метод составного пьезоэлектрического вибратора [5]. Измерялись амплитудные зависимости модуля Юнга $E(\epsilon)$ и логарифмического декремента $\delta(\epsilon)$. По результатам измерений $E(\epsilon)$ строились диаграммы микропластического деформирования $\sigma(\epsilon_d)$: здесь $\sigma = E\epsilon$ (закон Гука), а ϵ_d — нелинейная неупругая (микропластическая) деформация. Подробное описание процедуры подобных построений из экспериментальных данных можно найти в [6,7]. Здесь лишь отметим, что диаграммы $\sigma(\epsilon_d)$ строились из зависимостей $E(\epsilon)$, снятых при самом первом увеличении амплитуды ϵ на образцах, ни разу не подвергавшихся воздействию высоких амплитуд.

Для всех партий титана до и после ИПД проводилось прецизионное измерение плотности; плотность изучалась также на образцах титана, подвергнутых после ИПД воздействию высокого (до 1.5 GPa) гидростатического давления (P). Методика всех указанных измерений рассмотрена в [2].

Экспериментальные данные: амплитудные зависимости и микропластичность

Поликристаллические образцы титана для акустических измерений имели форму стержней с прямоугольным поперечным сечением $\sim (2 \times 4) \text{mm}^2$ и длиной

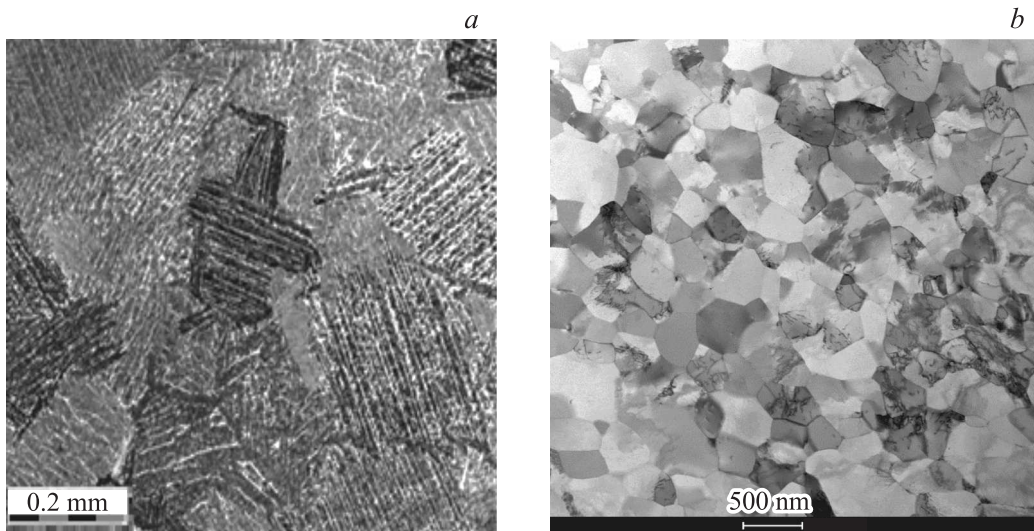


Рис. 1. Микроструктура сплава ВТ1-0 в исходном крупнозернистом (*a*) и наноструктурированном (*b*) состояниях.

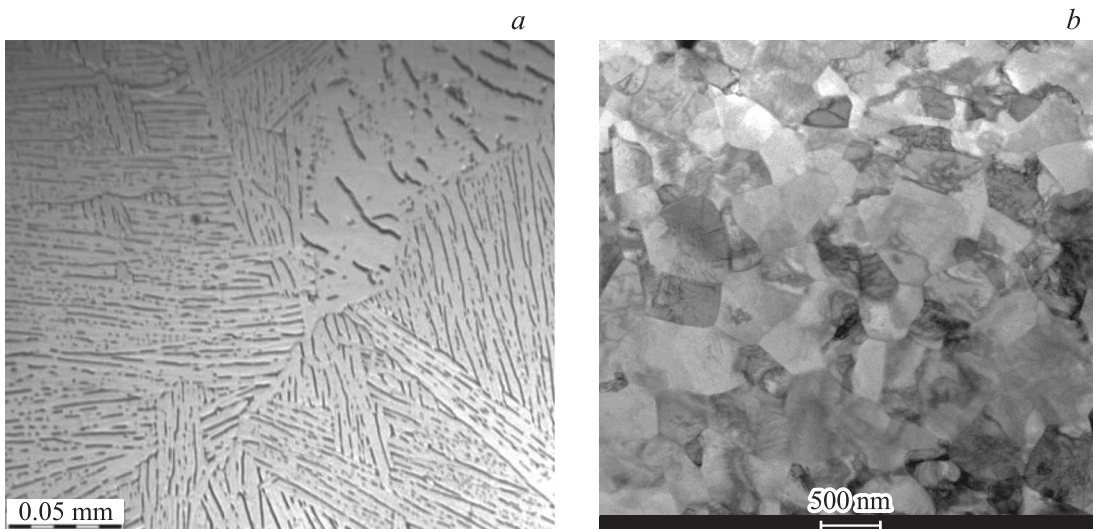


Рис. 2. Микроструктура сплава ПТЗ-И в исходном крупнозернистом (*a*) (продольное сечение) и наноструктурированном (*b*) (продольное сечение) состояниях.

около 22 mm. Такая длина обеспечивала резонанс продольных колебаний на частотах вблизи 100 kHz для всех образцов с разными размерами и формой зерен, как исходных, так и деформированных.

На рис. 3–5 показаны амплитудные зависимости $E(\varepsilon)$ и $\delta(\varepsilon)$, полученные на образцах титана всех трех партий. Из рисунков видно, что для исследованных материалов характерным является уменьшение модуля упругости и увеличение декремента после ИПД. При этом, как правило, наблюдается амплитудный гистерезис: кривые $E(\varepsilon)$ и $\delta(\varepsilon)$, снятые при последовательном увеличении и уменьшении амплитуды, не совпадают друг с другом. Исключение здесь составляет только наноструктурированный титан марки ВТ1-0 (рис. 3, кривые 2). В этом материале гистерезис отсутствует. Кроме того, падение модуля и рост декремента в результате ИПД здесь

оказывается самым высоким: модуль Юнга уменьшается примерно на 20%, а декремент вырастает более чем в 3 раза. Влияние ИПД на сплав ПТЗ-В (рис. 5) оказывается меньше (около 10% для модуля и примерно 20% для декремента). Наименее чувствительным к ИПД оказался титан марки Grade 4 (рис. 4): соответственно 1.3% для модуля и $\sim 10\%$ для декремента.

Что касается микропластических характеристик, в частности, условного предела микротекучести σ_y , то они оказались почти одинаковыми для всех исследованных нами материалов (рис. 6 и см. таблицу), кроме наноструктурированного титана ВТ1-0, который обнаружил необычное поведение диаграмм $\sigma(\varepsilon_d)$, представленных на рис. 7. Такого рода диаграммы являются следствием сложной зависимости $E(\varepsilon)$ у этого материала (рис. 3). Лишь при очень малых амплитудах модуль в этом

образце слегка уменьшается и, как следствие, растет неупругая деформация ϵ_d (рис. 7, а). Затем при дальнейшем увеличении ϵ модуль Юнга заметно увеличивается.

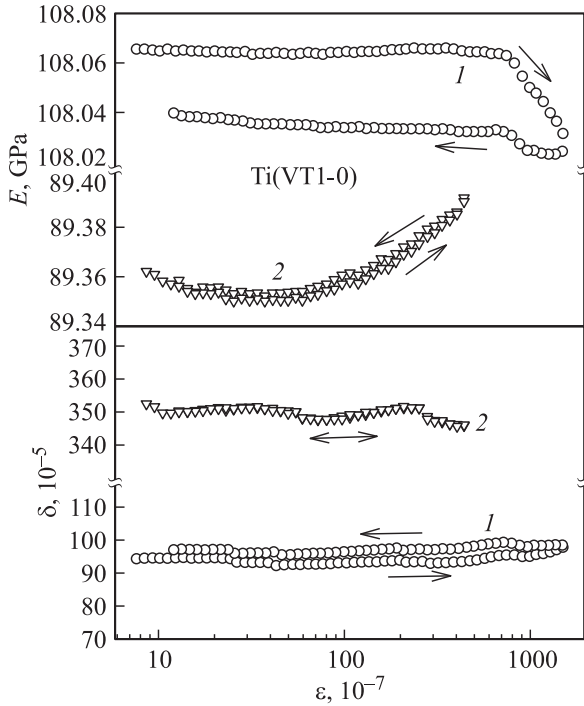


Рис. 3. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образцов крупнозернистого (1) и наноструктурированного (2) титана VT1-0.

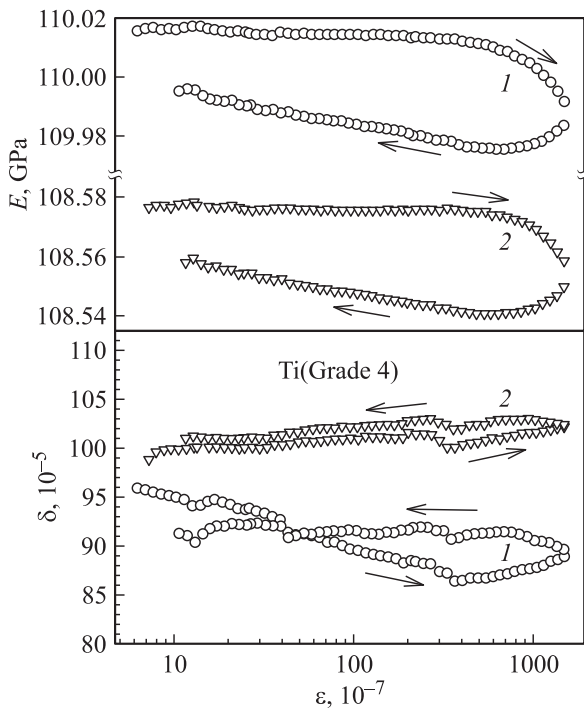


Рис. 4. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образцов крупнозернистого (1) и наноструктурированного (2) титана Grade 4.

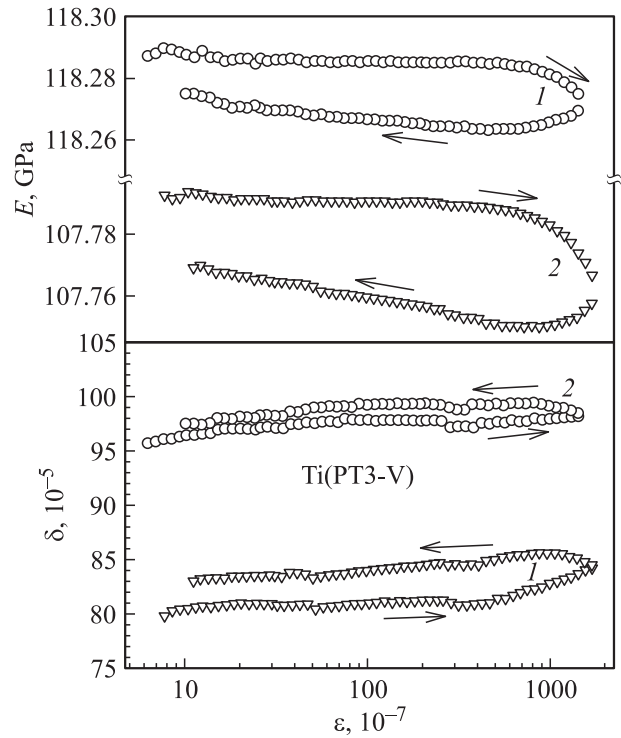


Рис. 5. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для образцов крупнозернистого (1) и наноструктурированного (2) титана PT3-B.

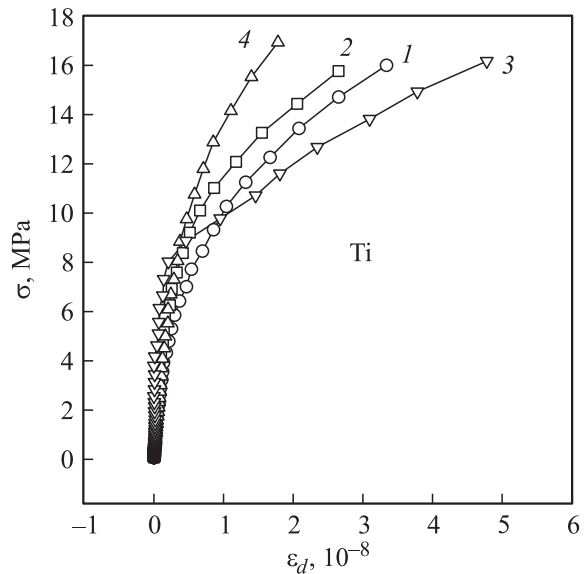


Рис. 6. Диаграммы микропластического деформирования для образцов титана: 1 — крупнозернистого Grade 4, 2 — наноструктурного Grade-4, 3 — крупнозернистого VT1-0, 4 — крупнозернистого PT3-B.

Этим объясняются отрицательные значения неупругой деформации ϵ_d на рис. 7, b.

На ряде образцов титана (см. таблицу) изучалось влияние высокого (до 1.5 GPa) гидростатического давления

Плотность ρ , модуль Юнга E , амплитудно-независимый декремент δ_i , условный предел микротекучести σ_y при величине неупругой деформации $\varepsilon_d = 2.0 \cdot 10^{-8}$ для образцов титана VT1-0, Grade 4 и ПТЗ-В крупнозернистых (КЗ), наноструктурированных (НС) состояний и после воздействия гидростатического давления (+P). Измерения выполнены при комнатной температуре

Материал	ρ , g/cm ³	E , GPa	δ_i , 10 ⁻⁵	σ_y , МПа
VT1-0 (КЗ)	4.5032	108.06	94	12.0
VT1-0 (КЗ)+P	4.5076	108.33	125	10.8
VT1-0 (НС)	4.6182	89.36	352	–
VT1-0 (НС)+P	4.6201	86.68	401	–
Grade 4 (КЗ)	4.5207	110.01	94	13.2
Grade 4 (КЗ)+P	4.5228	108.30	217	–
Grade 4 (НС)	4.5330	108.57	100	14.2
Grade 4 (НС)+P	–	108.90	150	14.0
ПТЗ (КЗ)	4.4263	118.28	96	18.0
ПТЗ-В (НС)	4.4350	107.79	80	14.1

на упругие и неупругие свойства. Здесь надо отметить, что для крупнозернистого титана VT1-0 модуль Юнга слегка увеличивается при слабом увеличении плотности, а для наноструктурированного — модуль, наоборот, уменьшается, а плотность заметно растет. Для титана Grade 4 значительное падение модуля под влиянием давления наблюдается для крупнозернистого состояния, в то время как для наноструктурированного состояния давление незначительно увеличивает модуль. На микропластические свойства (параметр σ_y в таблице) гидростатическое давление оказывает очень слабое влияние.

Обсуждение

Изменения модуля упругости и декремента для образцов титана после интенсивной пластической деформации (рис. 3–5) могут быть объяснены следующим образом. Как известно, любая пластическая деформация производит в кристаллическом образце свежие подвижные дислокации, в результате чего модуль упругости, согласно теории, должен уменьшаться и увеличиваться декремент (см., например, [5,8]).

Однако главная особенность больших деформаций заключается в формировании большого количества мелких зерен [9]. В итоге в поликристаллическом образце появляется повышенная площадь границ. На стыке зерен в образце могут возникать большие внутренние напряжения и появляться различного типа несплошности — поры и микротрещины. Такого рода дефекты, как и дислокации, оказывают заметное влияние на упругие и неупругие свойства любых поликристаллических материалов [7].

Влияние пор и микротрещин на модуль Юнга E легко предсказуемо. Ясно, что любая несплошность может только уменьшать действующий модуль упругости. Акустические эксперименты с образцами после приложения

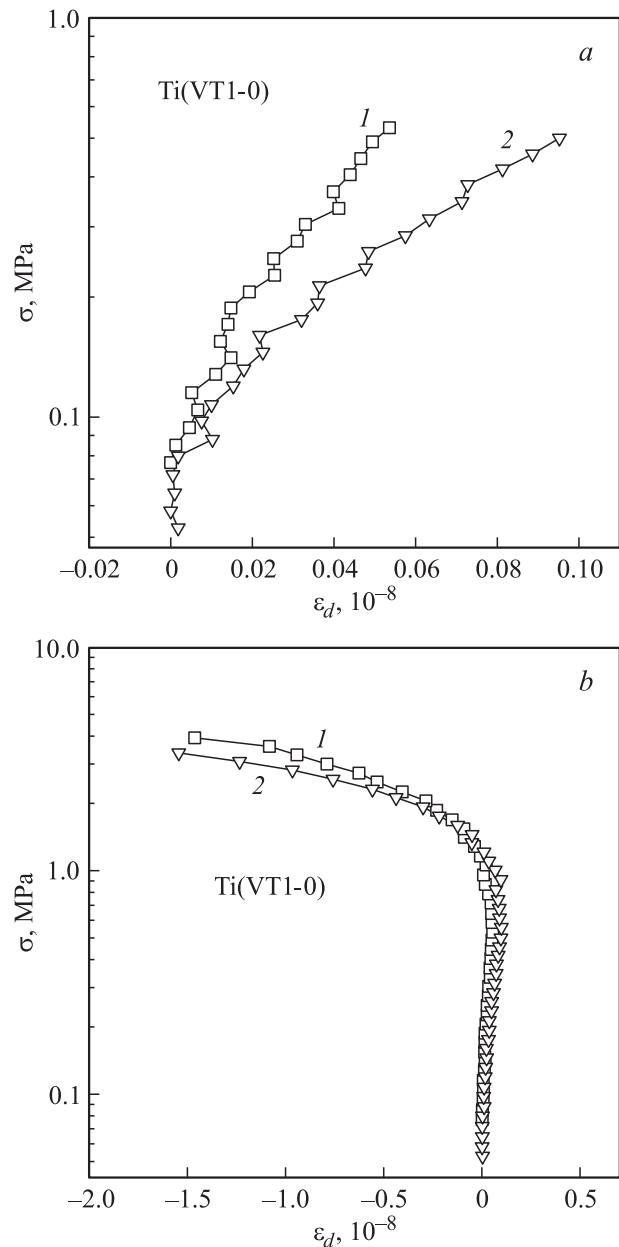


Рис. 7. Диаграммы микропластического деформирования для образцов наноструктурированного титана VT1-0 до (1) и после (2) воздействия гидростатического давления.

высокого гидростатического давления должны выявлять заметный рост модуля E , если какая-либо несплошность имеется в испытуемом материале. Такого рода эффект давления, небольшой по величине (см. таблицу), для модуля упругости обнаружен у VT1-0 (КЗ) и у Grade 4 (НС).

Для VT1-0 (НС) и Grade 4 (КЗ) гидростатическое давление, наоборот, привело к уменьшению модуля примерно на 1.5–2%. При этом плотность для VT1-0 (НС) заметно увеличилась, что говорит о том, что имеющиеся несплошности в исследованных материалах все-таки залечиваются. Причину такого поведения модуля

можно приписать либо возникновению дополнительных дислокаций внутри зерен, либо заметному изменению уровня внутренних напряжений. Влияние внутренних напряжений кажется здесь более вероятным. Это связано с тем, что в зернах наноразмеров свободных дислокаций, способных двигаться под действием внешних напряжений, практически нет. Дислокации, если они и возникают, сосредоточиваются вблизи границ зерен и становятся неподвижными.

Измельчение зерен в результате ИПД в настоящей работе выявило еще одну важную деталь: это влияние исходной крупнозернистой структуры на величину модуля упругости титана в наноструктурном состоянии. Необходимо сказать, что титан марки ВТ1-0 с более равноосной крупнозернистой исходной структурой был исследован нами ранее в работе [10]. В этой работе зерна имели начальный размер $\sim (40-50) \mu\text{m}$. В [10] уменьшение модуля Юнга после ИПД составляло от 0.25 до 2.3% в зависимости от режима прокатки.

В настоящей работе, как упоминалось выше, эффект ИПД для модуля Юнга титана ВТ1-0 оказался на порядок больше — примерно 20%.

Для титанового сплава марки ПТЗ-В, также имевшего исходную пластинчатую структуру, эффект ИПД для модуля получился тоже большим $\sim 10\%$.

Это говорит о том, что исходная структура в этих двух материалах имела решающее значение для величины наблюдаемого эффекта.

Столь значительное влияние на модуль упругости ИПД для пластинчатой исходной структуры можно объяснить, во-первых, дислокациями и изменением уровня внутренних напряжений, во-вторых, возможным появлением текстуры кристаллитов в поликристаллических образцах, формирующейся в результате ИПД.

Роль внутренних напряжений для модуля Юнга, как и влияние дислокаций, по нашим наблюдениям за различными кристаллическими материалами обычно не превышает единиц процентов [7].

Наиболее вероятным объяснением наблюдаемого эффекта остается появление текстуры в зернах — преимущественно одного кристаллографического направления, совпадающего с продольной осью испытываемого образца, после прокатки. Действительно, различия модулей продольной упругости c_{11} и c_{33} для монокристаллического титана при комнатной температуре составляют величину 11.3%, а постоянных s_{11} и s_{33} — 37.3% [11]. Эти значения по порядку величины совпадают с наблюдаемым эффектом — 20% для титана ВТ1-0 и 10% для титанового сплава ПТЗ-В.

Заключение

Анализ результатов, полученных в настоящей работе, показал, что помимо дислокаций, пор, микротрещин и дальнедействующих внутренних напряжений на акустические (упругие и неупругие) свойства поликристалли-

ческих материалов может влиять также эффект текстурирования, возникающий после интенсивной пластической деформации в титане с пластинчатой структурой зерна. Процедура получения низко модульного титана из пластинчатой исходной структуры, по всей видимости, может быть использована для практических применений.

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 15-12-30010).

Список литературы

- [1] Колобов Ю.Р. // Российские нанотехнологии. 2009. Т. 4. С. 69–81.
- [2] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Sklenicka V. и др. // ЖТФ. 2015. Т. 85. Вып. 1. С. 66–72.
- [3] Москаленко В.А., Бетехтин В.И., Кардашев Б.К. и др. // ФТТ. 2014. Т. 56. Вып. 8. С. 1539–1545.
- [4] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Голосова О.А. и др. // ЖТФ. 2013. Т. 83. Вып. 10. С. 38–43.
- [5] Никаноров С.П., Кардашев Б.К. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. М.: Наука, 1985. 254 с.
- [6] Кардашев Б.К. // Кристаллография. 2009. Т. 54. С. 1074–1086.
- [7] Кардашев Б.К., Бетехтин В.И., Нарыкова М.В. // ЖТФ. 2015. Т. 85. Вып. 12. С. 94–106.
- [8] Gremaud G. // Mater. Sci. Forum. 2001. Vol. 366–368. P. 178–246.
- [9] Валиев Р.З., Александров Г.В. Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
- [10] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Нарыкова М.В. и др. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 11. С. 58–63.
- [11] Single Crystal Elastic Constants and Calculated Aggregate Properties: a Handbook / Ed. by G. Simmons, H. Wang. The Massachusetts Inst. Technol., 1971. 370 p.