

07

## Эволюция дефектной структуры в процессе длительного нагружения ультрамелкозернистого титана VT1-0, полученного при воздействии интенсивной пластической деформации

© В.И. Бетехтин<sup>1</sup>, А.Г. Кадомцев<sup>1</sup>, М.В. Нарыкова<sup>1</sup>, А.И. Лихачев<sup>1</sup>, О.В. Амосова<sup>1</sup>,  
М.Ю. Саенко<sup>2</sup>, Ю.Р. Колобов<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН,  
Санкт-Петербург, Россия

<sup>2</sup> Белгородский государственный национальный исследовательский университет,  
Белгород, Россия

<sup>3</sup> Институт проблем химической физики РАН,  
Черноголовка, Россия

E-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступила в Редакцию 25 мая 2022 г.

В окончательной редакции 25 мая 2022 г.

Принята к публикации 30 мая 2022 г.

Для высокопрочного титана VT1-0, ультрамелкозернистая структура которого была получена механико-термической обработкой с использованием методов поперечно-винтовой и сортовой прокатки с последующим отжигом для снятия напряжения первого рода. Изучено влияние на размер и форму зерен длительного нагружения в режиме ползучести при повышенной температуре. Аналогичное исследование ранее проводилось для рекристаллизованного крупнозернистого титана, переведенного из ультрамелкозернистого состояния изотермическим отжигом. На основании полученных данных и результатов предыдущих работ авторов анализировались факторы, влияющие на механостабильность (долговечность) металлов, полученных методами интенсивной пластической деформации.

**Ключевые слова:** ползучесть, долговечность, нанопоры, ультрамелкозернистые металлы, сплавы, титан, рекристаллизация.

DOI: 10.21883/FTT.2022.11.53336.387

### 1. Введение

Известно, что одним из распространенных способов получения ультрамелкозернистых (УМЗ) состояний металлов и сплавов с очень высокими механическими свойствами является интенсивная пластическая деформация (ИПД) [1–4], которая заключается в предельно большой пластической деформации в квазигидростатических условиях. Образовавшаяся при ИПД дефектная структура имеет ряд особенностей, которые затрудняют широкое применение высокопрочных УМЗ-материалов в практических целях, особенно в условиях их длительного нагружения (эксплуатации).

Одна из этих особенностей связана с тем, что эта УМЗ-структура, которая и обуславливает высокие значения прочностных характеристик, нестабильна [5,6]. Эволюция УМЗ-структуры в процессе длительного нагружения в режиме ползучести (особенно при повышенных температурах) или усталости может привести к увеличению размеров и изменению формы кристаллических зерен и, как следствие, к деградации высоких механических свойств. Не менее важной особенностью, которую следует учитывать при анализе структуры УМЗ-материалов, является образование в процессе их получения при ИПД методом равноканального углового

прессования (РКУП) повреждений типа наноразмерных пор, локализующихся, как правило, в границах зерен. Наличие таких нанопор, образовавшихся при ИПД, было обнаружено в выполненных на титане и ряде других металлов работ [7–14]. Их образование может быть связано как с коагуляцией высокой концентрации возникающих в процессе пластической деформации неравновесных вакансий, так с известными дислокационно-дисклинационными механизмами образования микронесплошностей. Нельзя также исключить, что нанопоры при таком способе интенсивного воздействия на материалы как ИПД, являются каналами диссипации части огромной энергии, вносимой в материал. С этой точки зрения образование нанопор способствует получению УМЗ-металлов и сплавов.

Проведенные ранее исследования показали, что образовавшиеся при ИПД нанопоры практически не влияют на характеристики прочности УМЗ-материалов при кратковременном нагружении (предел прочности, текучести, микротвердость) [15–17]. Однако при длительном нагружении (ползучесть, усталость) эти „исходные“ (образовавшиеся при получении) нанопоры могут стать „очагами“ развития повреждений, существенно снижающих долговечность высокопрочных УМЗ-металлов и сплавов, т.е. их ресурс эксплуатации. Локализующиеся

в границах зерен нанопоры могут также влиять на межзеренное проскальзывание и эволюцию размеров и формы зерен. Установлено, что уменьшение концентрации „исходных“ нанопор (например, за счет их залечивания под действием высокого гидростатического давления или изменения режима ИПД), позволяет повысить долговечность при циклическом нагружении или при испытании в режиме ползучести [16,17].

В настоящей работе рассмотрены, в основном, результаты исследований эволюции размеров зерен УМЗ технически чистого титана (сплав ВТ1-0) при испытании в режиме ползучести. Анализируется связь изменения размеров зерен с длительностью нагружения (долговечностью).

## 2. Материалы и методы исследования

Основные работы проводились на техническом титане марки ВТ1-0, суммарное содержание примесей (С, N, Fe, O, H, Al, Si) в котором составляло  $\sim 0.3$  wt.%. Механико-термическая обработка исследуемого сплава проводилась по оптимизированному в работе [18] режиму с использованием попеременно- и продольно-винтовой прокатки с последующей сортовой прокаткой до диаметра 8 mm с финишным изотермическим отжигом при 623 K в течении трех часов для снятия напряжений первого рода. Для испытания в режиме ползучести из полученных такой обработкой заготовок вырезались плоские образцы с длиной рабочей части 22 mm и площадью поперечного сечения  $0.9$  mm<sup>2</sup>.

Испытания в режиме ползучести проводились при растяжении в диапазоне 210–460 МПа при температуре 623 K. Выбор этой температуры был обусловлен тем, что как было показано ранее [19], для исследуемого в данной работе УМЗ-титан свободный отжиг при данной температуре в течении десятков часов не ведет к заметному изменению размеров и формы кристаллических зерен. В зависимости от выбранного напряжения время до разрушения (долговечность) варьировалась от  $10$  до  $10^5$  s.

Структурные исследования для определения размеров зерен проводились методом ДОРЭ-анализа с использованием растровой электронной микроскопии. Этим методом были получены карты кристаллографических ориентировок, построены гистограммы распределения зерен по размерам. Для получения более полной информации изучалось также распределение зерен по их аспектному соотношению. После механической полировки поверхность образцов обрабатывалась пучком аргона низкой энергии с целью убрать напряжения после полировки. Съемка проводилась при ускоряющем напряжении 20 kV при ориентации поверхности образца 70 градусов к направлению пучка электронов. Для обработки данных использовались программы TSL OIM Analysis версия 6.21 фирмы EDAX.

Объем образующейся при ползучести повреждаемости оценивался прецизионным методом измерения плотности с точностью  $10^{-4}$  на аналитических весах Simadzu AUW 120D с использованием приставки SMK-301. Данный метод позволяет определить плотность образцов с высокой точностью, необходимой для оценки изменения плотности образцов после различных воздействий. Относительная погрешность определения плотности  $\Delta\rho/\rho$  не превышала 0.01%. Информация о наличии и параметрах нанопор получалась методом модернизированного авторами метода малоуглового рентгеновского рассеяния, который был использован в предыдущих работах по идентификации возникающей при ИПД нанопористости [7,16,17].

Для выявления особенностей эволюции дефектной структуры в процессе ползучести титана в УМЗ-состоянии, аналогичные исследования были проведены для того же титана, переведенного из УМЗ в достаточно крупнозерное состояние (КЗ). С этой целью образцы УМЗ-титана отжигались в течении часа при 823 K. Электронно-микроскопические исследования показали, что если средний размер зерен УМЗ-титана составлял  $\sim 0.2$   $\mu$ m, то КЗ титана  $\sim 2.3$   $\mu$ m.

## 3. Экспериментальные данные и их анализ

Предварительные оценки показали, что при растяжении с постоянной скоростью нагружения УМЗ образцы разрушаются при 460 МПа, а КЗ-титана при 250 МПа. С учетом этих значений испытания в режиме ползучести для УМЗ титана проводились в диапазоне напряжений 270–420 МПа, а для КЗ-титана 200–240 МПа. В указанных диапазонах долговечность УМЗ- и КЗ-титана в зависимости от напряжения менялось почти на четыре порядка: от  $10$  до  $10^5$  s.

Структурные исследования были проведены для десятка образцов УМЗ-титана, долговечность которых в зависимости от приложенного напряжения менялась от десятка секунд до нескольких десятков часов.

Типичные результаты изучения зависимости между размером зерен и занимаемой ими площадью для УМЗ-образцов с существенно разной долговечностью приведены на рис. 1, 2.

Из рисунков наглядно видно, что при увеличении времени до разрушения имеются два пика (максимум) размера зерен: один при  $d \leq 0.2$   $\mu$ m, а второй при  $d \geq 1$   $\mu$ m, при этом с ростом долговечности площадь, занимаемая наноразмерными зёрнами, уменьшается, а субмикроразмерными зёрнами — увеличиваются.

Дополнительная информация, подтверждающая рассмотренные выше результаты, была получена при изучении распределения зерен (в процентах от их общего количества) для образцов титана с разной долговечностью (см. таблицу).

МЗ титана после испытаний при  $T = 623$  К, % от общего числа

Размер зерна, nm	До испытаний, %	$\tau = 10^2$ s,	$\tau = 8 \cdot 10^4$ s,
< 200	23	24	30
200–400	43	39	31
400–1000	31	34	30
> 1000	3	3	9

В работе было также получено распределение зерен по аспектному соотношению. Установлено, что при увеличении времени испытания, на распределении выделяются отдельные узкие полосы, но не более 85% зерен имеют аспектное соотношение 1–3, т.е. происходит перераспределение формы зерен в пределах указанного диапазона.

Как уже отмечалось, в проводимых исследованиях особенности изменения размеров зерен при испытании в режиме ползучести проводились также для образцов титана, переведенных в КЗ-состояние. На рис. 3 приведена характерная зависимость между размером зерен и их площадью для образцов КЗ-титана, испытанных при разных напряжениях, при которых долговечность менялась от  $3 \cdot 10^2$  до  $1.2 \cdot 10^4$  s. (Отметим, что изменение долговечности практически не повлияло на вид представленной на рис. 3 зависимости).

Из полученных данных видно, что для титана в КЗ-состоянии зерна в диапазоне их размеров  $\sim 1\text{--}9 \mu\text{m}$  остаются в процессе ползучести достаточно равновесными по форме и их средний размер  $\sim 2.3\text{--}3 \mu\text{m}$  практически не меняется.

Анализ всех полученных данных позволяет сделать следующие выводы.

Во-первых, независимо от времени действия нагрузки (долговечности) доля наноразмерных и субмикроразмерных зерен (100–400 nm) остается преобладающей ( $\geq 90\%$ ). Это свидетельствует о том, что обработанный методом с использованием механико-термической обработки сочетанием различных видов прокатки и последующего отжига исследуемый технически чистый титан сохраняет высокую (обусловленную этой структурой) прочность при длительном нагружении в изученном интервале внешних воздействий. Этот вывод подтверждается полученными ранее авторами результатами изучения временной зависимости прочности УМЗ-титана [19].

Во-вторых, с увеличением времени действия нагрузки (долговечности) наблюдается тенденция к появлению вытянутых зерен микронного размера. Можно предположить, что появление таких вытянутых зерен является результатом динамической рекристаллизации некоторых нано- и субмикроразмерных зерен.

Обнаруженная тенденция дает основание предполагать, что при уменьшении напряжения ниже 270 МПа и росте долговечности до  $10^6\text{--}10^9$ , долговечность УМЗ-

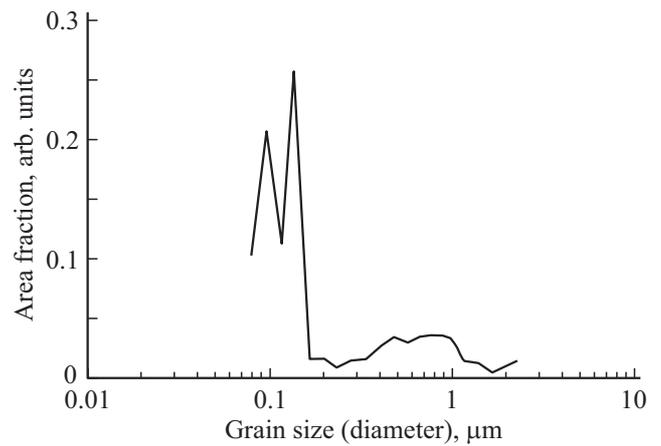


Рис. 1. Зависимость занимаемой площади зерен от их размера УМЗ ВТ1-0 после испытаний на долговечность при  $T = 623$  К,  $\sigma = 330$  МПа,  $\tau = 100$  с.

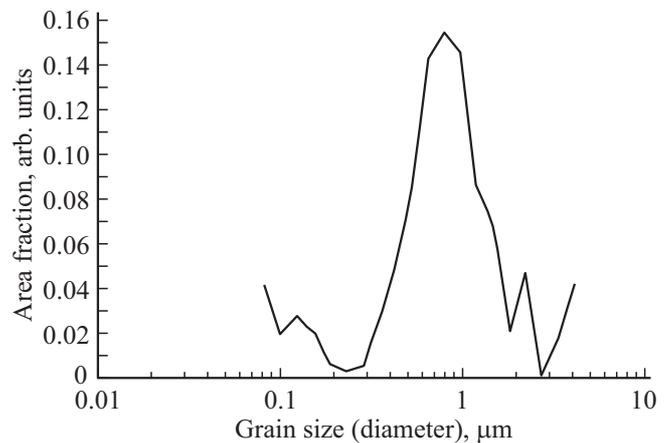


Рис. 2. Зависимость занимаемой площади зерен от их размера УМЗ ВТ1-0 после испытаний на долговечность при  $T = 623$  К,  $\sigma = 310$  МПа,  $\tau = 8 \cdot 10^4$  с.

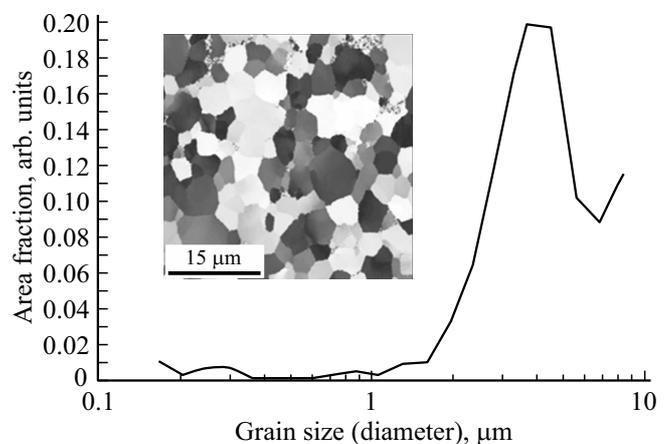
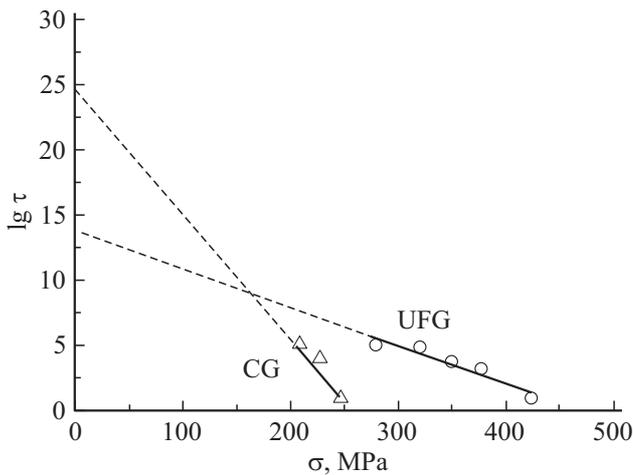


Рис. 3. Карты распределения углов разориентации Эйлера и зависимость занимаемой площади зерен от их размера для КЗ ВТ1-0 после испытаний на долговечность при  $T = 623$  К,  $\sigma = 230$  МПа,  $\tau = 1.2 \cdot 10^4$  с.



**Рис. 4.** Долговечность при растяжении в режиме ползучести УМЗ (UFG) и КЗ (CG) ВТ1-0 при  $T = 623$ .

и КЗ-титана будут сначала одинаковы, а затем КЗ-титан окажется более устойчивым к длительным нагрузкам.

Действительно, из данных [19] следует, что при экстраполяции зависимости  $\lg \tau - \sigma$  для УМЗ-титана, она должна сначала пересекаться с аналогичной зависимостью для КЗ-титана, а затем будет ниже ее. Это является следствием того, что наклон зависимости  $\lg \tau - \sigma$  для УМЗ в два раза более пологий, чем для КЗ-титана. Последнее наглядно видно на рис. 4.

Полученный результат является, вероятно, следствием двух факторов.

Во-первых, динамической рекристаллизацией в процессе длительного нагружения УМЗ-титана. Второй, очевидно, более важный фактор, обусловлен наличием в УМЗ-титане нанопористости, образовавшейся в процессе ИПД.

Данные МРР и денсиметрии показали, что в УМЗ-титане после охарактеризованной выше механико-термической обработки образуются нанопоры размером в десятки нанометров. В КЗ-титане такие поры в „исходном“ (до испытаний при ползучести) состоянии не наблюдались (вероятно, они залечились в процессе получения КЗ-структуры за счет отжига при 823 К). Представляется поэтому, что при напряжениях меньше 240 МПа и увеличении времени испытания (долговечности) в режиме ползучести до  $10^6 - 10^9$  с, наличие и развитие нанопор может привести к тому, что механическая стабильность (долговечность) УМЗ-титана станет меньше, чем его КЗ-аналога.

Отметим, что предварительная оценка энергии активации развития повреждаемости при ползучести составила 80 и 60 ккал/моль соответственно для КЗ- и УМЗ-состояний [19]. Эти значения энергии активации позволяют предполагать, что развитие повреждаемости (включая нанопористость) для КЗ-состояния лимитируется объемной диффузией, а для УМЗ-титана — зернограничной.

Полученные данные согласуются и дополняют результаты предыдущих работ авторов [7,16,17,19,20]. В отличие от этого в [20] было установлено, что для УМЗ-титана, полученного другим методом, а именно — ИПД (равноканальным угловым прессованием — РКУП), долговечность после испытания в режиме ползучести при 673 К существенно меньше, чем для его крупнокристаллического (до ИПД) аналога. Этот результат объяснялся увеличением в процессе ползучести размера зерен УМЗ-титана и интенсивным ростом „исходных“ (образовавшихся при ИПД) нанопор, которые локализуются в новых, рекристаллизованных границах зерен.

В [17,21–24] было установлено, что после 10–12 проходов при РКУП долговечность сплавов Al-Sc и Cu-Zr<sup>1</sup>, испытанных в режиме ползучести при 673 К, становится в  $(5 - 10^2)$  раз меньше, чем для их „исходных“ (до РКУП) крупнокристаллических аналогов. Этот результат связывался с более высокой концентрацией вакансий (и, следовательно, нанопор), образовавшихся около частиц второй фазы [19] в процессе РКУП [17].

Таким образом, образовавшаяся при ИПД нанопористость является одним из важных факторов, который может уменьшить механическую стабильность полученных при ИПД высокопрочных УМЗ-материалов при их длительном нагружении.

Аналогичное влияние образовавшихся при ИПД-методом равноканального углового прессования нанопор наблюдалось авторами при циклическом нагружении УМЗ-титана [21].

## 4. Выводы

1. Установлено, что УМЗ-структура, которая сформировалась в титане при механико-термической обработке с использованием сочетания продольно- и поперечно-винтовой, а также сортовой прокатки с финишным изотермическим отжигом, остается устойчивой в процессе ползучести при 623 К и напряжениях в интервале 270–420 МПа. Это обеспечивает механическую стабильность высокопрочного титана в условиях его длительного нагружения.

2. Анализ полученных данных свидетельствует также о том, что наблюдаемое возможное при некоторых условиях длительного нагружения снижение механической стабильности (долговечности) металлов с УМЗ-структурой обусловлено динамической рекристаллизацией и, особенно, развитием нанопор, образовавшихся в процессе формирования УМЗ-структуры.

3. Представляется, что разработка научно-обоснованных путей и методов снижения уровня образующейся при ИПД нанопористости позволит повысить механическую стабильность УМЗ-структуры и область практического применения высокопрочных УМЗ-металлов и сплавов.

<sup>1</sup> В указанных сплавах содержались наноразмерные частицы Al<sub>3</sub>Sc и Cu<sub>2</sub>Zr<sub>6</sub> [17,20].

## Финансирование работы

Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ и ЧНФ в рамках научного проекта № 19-58-26005.

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] М. Сегал, В.И. Резников, А.Е. Дробышевский, В.И. Копылов. Изв. АН СССР. Металлы **1**, 115 (1981).
- [2] M. Gleiter. Nanostruct. Mater. **1**, 1 (1992).
- [3] Р.А. Андриевский, А.М. Глезер. УФН **179**, 4, 337 (2009).
- [4] Р.З. Валиев, К.В. Александров. Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. Логос, М. (2002), 272 с.
- [5] R.A. Andrievski, A.V. Khatchoyan. Nanomaterials in Extreme Environments. Fundamentals and Applications. Springer Int. Publ. Switzerland (2016). 107 p.
- [6] Ю.Р. Колобов, Р.З. Валиев, Г.П. Грабовецкая, А.И. Жиляев, Е.Ф. Дударев, К.В. Иванов, М.Б. Иванов, О.А. Кашин, Е.В. Найденкин. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов. Наука, Новосибирск (2001). 232 с.
- [7] V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, V. Sklenicka, I. Saxl. ФТТ **10**, 1787 (2007).
- [8] R. Lapovok, D. Tomus, J. Mang, Y. Estrin, T.C. Lowe. Acta Mater. **57**, 2909 (2009).
- [9] J. Dvorak, V. Sklenicka, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, P. Kral, M. Kvapilova, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. A **584**, 103 (2013).
- [10] J. Ribbe, G. Schmitz, D. Gundarev, Y. Estrin, Y. Amouyal, S.V. Divinski. Acta Mater. **61**, 5477 (2013).
- [11] S.V. Divinski, G. Reglitz, I.S. Golovin, M. Peterlechner, R. Lapovok, Y. Estrin, G. Wilde. Acta Mater. **82**, 11 (2015).
- [12] В.Н. Перевзнецов, А.С. Пупынин, А.Е. Огородников. ЖТФ **88**, 10, 1539 (2018).
- [13] J. Cizek, M. Janecsek, O. Sbra, R. Kuzel, Z. Barnovska, I. Prochazka, S.V. Dobatkin. Acta Mater. **59**, 2322 (2011).
- [14] В.В. Мишакин, В.Н. Перевзнецов, М.Ю. Щербань, В.А. Ключников, Т.А. Грачева, Т.А. Кузьмичева. Дефектоскопия **6**, 57 (2015).
- [15] S.V. Divinski, G. Reglitz, H. Rosner, Y. Estrin, G. Wild. Acta Mater. **59**, 1974 (2011).
- [16] В.И. Бетехтин, Ю.Р. Колобов, V. Sklenicka, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, J. Dvorak, Б.К. Кардашев. ЖТФ **85**, 1, 66 (2015).
- [17] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова. ФТТ **62**, 2, 267 (2020).
- [18] Yu.R. Kolobov. Nanotechnolog. Russ. **4**, 11–12, 758 (2009).
- [19] M.V. Narykova, A.G. Kadomtsev, V.I. Betekhtin, Yu.R. Kolobov, S.S. Manohin, A.Yu. Tokmacheva. J. Phys.: Conf. Ser. **1697**, 1, 012113 (2020).
- [20] В.И. Бетехтин, J. Dvorak, А.Г. Кадомцев, Б.К. Кардашев, М.В. Нарыкова, Г.К. Рааб, V. Sklenicka, С.Н. Фаизова. ПЖТФ **41**, 2, 58 (2015).
- [21] V. Sklenicka, J. Dvorak, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. A **387–389**, 696 (2004).
- [22] V. Sklenicka, J. Dvorak, P. Kral, Z. Stronawska, M. Svoboda. Mater. Sci. Eng. A **410–411**, 408 (2005).
- [23] I. Saxl, V. Sklenicka, L. Plusova, M. Svoboda, J. Dvorak, P. Kral. Mater. Sci. Eng. A **503**, 82 (2009).
- [24] V. Sklenicka, J. Dvorak, P. Kral, M. Svoboda, M. Kvapilova, T.G. Langdon. Mater. Sci. Eng. A **558**, 403 (2012).

Редактор Д.В. Жуманов