

14,01

Исследование усталостного разрушения субмикроструктурного титана VT1-0 после его обработки высоким гидростатическим давлением

© М.В. Нарыкова¹, В.И. Бетехтин¹, А.Г. Кадомцев¹, Ю.Р. Колобов²

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

² ФИЦ проблем химической физики и медицинской химии РАН,
Черноголовка, Россия

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

Поступила в Редакцию 8 ноября 2024 г.

В окончательной редакции 8 ноября 2024 г.

Принята к публикации 15 декабря 2024 г.

Исследовано усталостное разрушение титана с субмикроструктурной (СМК) структурой, образовавшейся при интенсивной пластической деформации, и того же титана с микроструктурной (МК) структурой после воздействия высокого гидростатического давления. Выявлены и проанализированы особенности влияния давления на условный предел выносливости для СМК и МК титана.

Ключевые слова: VT1-0, субмикроструктурный титан, ультрамелкозернистая структура, усталость, внутренние напряжения, нанопоры.

DOI: 10.61011/FTT.2024.12.59613.300

1. Введение

Титан в силу своих особенностей (повышенная прочность и коррозионная стойкость при небольшом удельном весе) находит достаточно широкое применение в промышленном производстве. При этом высокопрочный титан с субмикроструктурной (СМК) структурой используется в ряде важных областей техники и медицины.

Одним из основных методов получения высокопрочных СМК металлических материалов является интенсивная пластическая деформация (ИПД) — очень большая пластическая деформация в квазигидростатических условиях [1,2]. Однако в процессе ИПД в металлах появляются наноразмерные несплошности (типа пор, трещин). Такие несплошности были обнаружены в ряде работ [3–8]. Авторы [9] полагают, что образующиеся при ИПД несплошности являются своеобразными каналами диссипации части огромной энергии, вносимой в металл в процессе ИПД. Без этой диссипации при существенном увеличении степени ИПД возможна потеря целостности (разлом) металла. Например, при очень большом числе проходов равноканального углового прессования — одного из наиболее распространенных методов ИПД.

Как показано в [10], образование при ИПД несплошностей практически не влияет на высокие значения статической прочности (предел прочности, текучести). Однако при длительном нагружении такие „исходные“, образовавшиеся в процессе ИПД несплошности могут стать „очагами“ развития повреждаемости, приводящие к снижению долговечности и термостабильности высоко-

прочных СМК металлических материалов, т. е. снижению их эксплуатационного ресурса.

В [3,5] было показано, что наложение высокого гидростатического давления ведет к уменьшению объема образовавшихся при ИПД наноразмерных несплошностей и повышению долговечности титана и других СМК металлов при их длительном нагружении в режиме одноосного растяжения.

В данной работе впервые было изучено залечивающее влияние гидростатического давления при испытании титана в режиме усталостного нагружения, которое наиболее часто реализуется при эксплуатации металлических изделий широкого профиля. Для высокопрочного СМК титана, который может использоваться для изготовления ответственных деталей в авиакосмической области и области медицины для получения имплантатов, вводимых в организм человека, изучение усталостного нагружения особенно актуально.

В данной работе исследовалось влияние высокого гидростатического давления на особенности усталостного разрушения СМК титана, приготовленного при ИПД, и для сравнения, этого же титана с микроструктурной (МК) структурой.

2. Материалы и методы исследований

В качестве объекта исследований использовались образцы титанового сплава VT1-0 в СМК и МК состояниях до и после обработки высоким гидростатическим давлением. Суммарное содержание примесей (С, N, Fe, O, H, Al, Si) составляло ~ 0.3 wt.%. СМК структура

титана была получена по оригинальной технологии поперечно-винтовой прокатки в сочетании с прокаткой на заданный профиль [11]. МК структура получалась после отжига титана с СМК структурой в течении часа при 823 К. Микроскопические исследования показали, что средний размер зерен для СМК титана 190 nm, для МК титана 2–3 мкм. Обработка образцов высоким гидростатическим давлением проводилась при $P = 1.5$ GPa, в качестве рабочей жидкости применялось индустриальное масло, время выдержки 5 min (институт Физики металлов УрО РАН г. Екатеринбург).

Для проведения исследования усталостных свойств были изготовлены двугавровые образцы с толщиной рабочей области 1 mm и шириной 3 mm. Использовалась испытательная машина, оснащенная электромагнитным приводом, Instron Electropulse E3000 в режиме нагружения с частотой 50 Hz при комнатной температуре. Испытания проводили по схеме нагружения растяжением в симметричном пилообразном цикле в области нагружения $0.9\sigma_{\max} - 0.2\sigma_{\max}$.

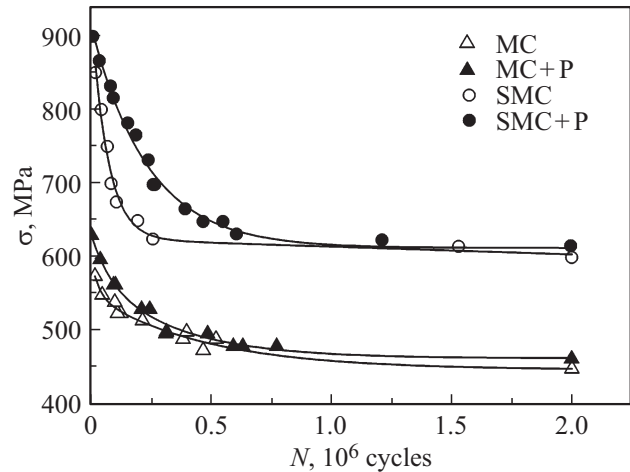
Объем несплошностей (нанопор и трещин) оценивался прецизионным методом измерения плотности на аналитических весах Shimadzu 120D с использованием приставки SMK-301; относительная точность $\Delta\rho/\rho$ составляла 0.01%. Информация о наличии и параметрах нанопор получалась методом малоуглового рентгеновского рассеяния (MPP), который был использован в предыдущих работах по идентификации возникающей при ИПД нанопористости [3].

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Перейдем к рассмотрению и анализу экспериментальных данных о влиянии высокого гидростатического давления на усталостное разрушение титана с СМК и МК структурой.

На рисунке показаны кривые Веллера в области нагрузок ≥ 450 МПа и $\leq 2 \cdot 10^6$ циклов испытаний. Видно, что эти зависимости для титана с СМК структурой носят сложный характер. В области больших (620–800 МПа) напряжений и до $\approx 10^5$ циклах испытаний кривая Веллера для образцов поле действия давления проходит заметно выше, чем для этих же образцов до давления. Полученные данные показывают, что для этих условий испытания условный предел выносливости (УПВ) после обработки давлением увеличивается; максимальный рост УПВ ≈ 2.5 раза.

При нагрузке более 620 МПа и росте числа циклов до $2 \cdot 10^6$ и более кривые Веллера для титана до и после действия давления сближаются. Можно только говорить, что наложение давления не снижает, а даже немного (в ≈ 1.05 раза) повышает УПВ и тем самым стабилизирует его величину при повышении длительности циклического нагружения.



Зависимость напряжения от количества циклов N до разрушения при усталостных испытаниях сплава ВТ1-0 в МК (МК) и СМК (СМК) состояниях, а также после их обработки высоким гидростатическим давлением (+P).

Для титана с МК структурой эффект воздействия давления на кривые Веллера был обнаружено только при относительно небольших циклах испытаний, и эффект упрочнения существенно меньше, чем для СМК состояния (см. рисунок).

Проанализируем возможные причины обнаруженных особенностей влияния гидростатического давления на усталостные характеристики титана с СМК и МК структурой.

Как уже отмечалось, в процессе ИПД формируется не только высокопрочная ультрамелкозернистая (УМЗ) структура, но и образуется также наноразмерная пористость. Залечивание этой „исходной“ нанопористости под действием высокого гидростатического давления ведет к повышению долговечности (ресурса эксплуатации) в высокопрочных СМК металлических материалах при их длительном нагружении в режиме растяжения [3]. С учетом этого в данной работе было изучено влияние гидростатического давления на залечивание „исходной“ (образовавшейся при ИПД) нанопористости в СМК титане, который испытывался в часто реализуемом на практике режиме усталостного нагружения.

Методами МРР, обработанными согласно [12,13], и прецизионного измерения плотности были исследованы образцы СМК (и, для сравнения, МК) титана до и после воздействия на них высокого гидростатического давления. Согласно данным МРР для СМК титана, приведенных в [14], объемная доля нанопор составляет $\sim 4 \cdot 10^{-4}$. Аналогичные исследования, проведенные для титана в МК-состоянии, практически не выявили наличия нанопористости. Очевидно, что высокотемпературный отжиг, который использовался для получения МК титана, привел к существенному залечиванию нанопор.

Прецизионным методом гидростатического взвешивания была измерена плотность титана и доля изменения этой плотности за счет давления. Установлено, что

Расчетные величины параметров σ_0 , A и t при аппроксимации кривых „число циклов до разрушения/средняя нагрузка в цикле“ функцией $\sigma = \sigma_0 + A \exp(-N/t)$

	МК	СМК	МК+Р	СМК+Р
σ_0 (МПа)	450 ± 8	611 ± 8	471 ± 5	614 ± 13
A	108 ± 8	331 ± 23	157 ± 7	312 ± 19
t	$(422 \pm 75) \cdot 10^3$	$(76 \pm 9) \cdot 10^3$	$(213 \pm 24) \cdot 10^3$	$(241 \pm 31) \cdot 10^3$

плотность до давления 4.4963 (для СМК), а после она увеличилась до 4.4983 g/cm³. Общее изменение плотности составило $4.5 \cdot 10^{-4}$. Эта величина разуплотнения хорошо согласуется с результатами МРР и свидетельствует о том, что основная доля МРР обусловлена рассеянием на нанопорах¹. Для МК титана заметного повышения плотности не наблюдалось, что, вероятнее всего, обусловлено низкотемпературным отжигом при его получении, который также уменьшает нанопористость металлических материалов.

С учетом данных о влиянии давления на наноразмерную пористость рассмотрим и проанализируем их связь с результатами усталостных испытаний. Электронно-микроскопические исследования показали, что после циклических испытаний структура (СМК и МК) принципиально не меняется. Существенное повышение УПВ для образцов, обработанных давлением, можно однозначно связать с уменьшением наноразмерных неоднородностей после воздействия высокого давления. Существенное снижение эффекта роста УПВ при напряжении менее 620 МПа и росте числа циклов испытания обусловлено, очевидно, появлением структурных факторов, которые нивелируют упрочняющий эффект залечивания.

Подтверждением влияния наноразмерной пористости на усталостные испытания являются также следующие данные. Экспериментальные точки „напряжение — число циклов“ (рисунок) аппроксимировались зависимостью вида $\sigma = \sigma_0 + A \exp(-N/t)$. Данные расчетных коэффициентов (A , t) и погрешности их определения при аппроксимации представлены в таблице.

Как видно из кривых Веллера, обработка давлением для СМК состояния оказывает существенное влияние на ход кривых. Результатом такой обработки является значительное увеличение числа циклов до разрушения — от двух до трех раз, что, безусловно, представляет важный положительный результат.

Следует также отметить значительное изменение для СМК состояния величины t в экспоненте функции $\sigma = \sigma_0 + A \exp(-N/t)$, которой были аппроксимированы кривые Веллера при сохранении величины предэкспоненты A . В данном случае параметр t имеет связь со структурой материала. Увеличение этого параметра более чем в 3 раза — с $76 \cdot 10^3$ до $241 \cdot 10^3$ свидетельству-

¹ Аналогичный результат был получен для СМК алюминия, подвергнутого гидростатическому давлению. Уменьшение пористости при залечивании по данным МРР $\approx 2.5 \cdot 10^{-3}$, а по измерению плотности $3 \cdot 10^{-3}$.

ет о значительно более трудном зарождении трещин, вероятнее всего, связанного с уменьшением количества дефектов в образце после обработки давлением.

Ранее было показано, что образующаяся при ИПД нанопористость практически не влияет на характеристики прочности при „быстром“ нагружении (предел прочности, микротвердость и т.д.). Заметим, что при минимальном числе циклов $\approx 2 \cdot 10^4$ абсолютные величины повышения после обработки давлением для обоих типов структурного состояния оказались близки и составили около 50 МПа. Можно предположить, что повышение УПВ обусловлено, вероятнее всего, не только залечиванием нанопор (хотя и этот факт тоже важен), но и ростом внутренних напряжений после воздействия гидростатического давления, о чем можно качественно судить по увеличению плотности дислокаций и экстинционных контуров с малым радиусом кривизны.

При увеличении длительности испытания разность между УПВ для СМК титана до и после давления меняется немонотонно. Одной из возможных причин такого поведения являются высокие внутренние напряжения, источниками которых могут быть большеугловые границы зерен ($\varphi > 15^\circ$) и их тройные стыки, формирующиеся при больших пластических деформациях. При длительных испытаниях происходит релаксация внутренних напряжений, основными способами которой являются процессы эволюции дефектов, такие как образование и перемещение дислокаций, перестройка зернограницных дефектов, ротационные повороты зерен, образование вакансий и их коагуляция в нанопоры и др. [15]. В результате объемная доля нанопор в образцах СМК титана после давления становится достаточно близкой по величине для образца, необработанного давлением. Эффект от залечивания исходной пористости при длительных испытаниях снижается, и накопление разуплотнения становится существенным. Его величина приближается к некоторому критическому значению порядка 1.2% независимо от дополнительной обработки высоким гидростатическим давлением.

4. Заключение

Установлено, что после воздействия гидростатического давления на СМК титан в определенной области его циклического нагружения наблюдается уверенное повышение УПВ. Рост УПВ согласно данным МРР и измерения плотности обусловлен залечиванием части

наноразмерной пористости, образовавшейся в процессе ИПД при формировании СМК структуры.

При понижении напряжения и увеличении числа циклов до разрушения эффект роста УПВ заметно снижается. Проведенный анализ позволяет связать снижение УПВ с образованием при получении и испытании СМК металлов высоких внутренних напряжений.

Благодарности

Авторы выражают благодарность и признательность зав. лаб. физики высоких давлений Института физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук В.П. Пилюгину за обработку образцов высоким гидростатическим давлением.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] M. Gleiter. *Nanostruct. Mater.* **1**, 1 (1992).
- [2] Р.А. Андриевский, А.М. Глезер. *УФН* **179**, 4, 337 (2009).
- [3] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, V. Sklenicka, I. Saxl. *ФТТ* **49**, 10, 1787 (2007).
- [4] R. Lapovok, D. Tomus, J. Mang, Y. Estrin, T.C. Lowe. *Acta Mater.* **57**, 2909 (2009).
- [5] J. Dvorak, V. Sklenicka, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, P. Kral, M. Kvapilova, M. Svoboda. *Mater. Sci. Eng. A* **584**, 103 (2013).
- [6] J. Ribbe, G. Schmitz, D. Gundarev, Y. Estrin, Y. Amouyal, S.V. Divinski. *Acta Mater.* **61**, 5477 (2013).
- [7] S.V. Divinski, G. Reglitz, I.S. Golovin, M. Peterlechner, R. Lapovok, Y. Estrin, G. Wilde. *Acta Mater.* **82**, 11 (2015).
- [8] В.Н. Перевзнецев, А.С. Пупынин, А.Е. Огородников. *ЖТФ* **88**, 10, 1539 (2018).
- [9] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, А.И. Лихачев, О.В. Амосова, М.Ю. Саенко, Ю.Р. Колобов. *ФТТ* **64**, 11, 1799 (2022).
- [10] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова. *ФТТ* **62**, 2, 267 (2020).
- [11] Ю.Р. Колобов. *Рос. нанотехнологии* **4**, 11–12, 69 (2009).
- [12] A. Guinier, G. Fournet. *Small-Angle Scattering of X-rays*, J. Wiley, N.Y. (1955). 268 p.
- [13] Д.И. Свєргун, Л.А. Фейгин. *Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние*. Наука, М. (1986). 198 с.
- [14] V. Sklenicka, J. Dvorak, M. Svoboda. *Mater. Sci. Eng. A* **387–389**, 696 (2004).
- [15] В.И. Владимиров, А.Е. Романов. *Дисклинации в кристаллах*. Наука, Л. (1986). 223 с.

Редактор Т.Н. Василевская