06

Эволюция нанопористости, модуля Юнга и микропластических свойств наноструктурированного титана ВТ1-0 при ползучести

© *М.В. Нарыкова, Б.К. Кардашев, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев*

ФТИ им. А.Ф. Иоффе, Санкт-Петербург, Россия
E-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 22 апреля 2025 г.
В окончательной редакции 3 июня 2025 г.
Принято к публикации 6 июня 2025 г.

Представлены результаты изучения эволюции повреждаемости и упругопластических свойств наноструктурированного титана ВТ1-0, полученного сочетанием поперечно-винтовой с продольной сортовой прокаткой и дополнительным охлаждением в азоте на финишном этапе деформирования. Впервые изучена эволюция упругих и микропластических свойств наноструктурированного титана ВТ1-0 в испытаниях на долговечность при растяжении в режиме ползучести. Определена зависимость величины разуплотнения от степени деформации.

Ключевые слова: ультрамелкозернистый титан, наноструктурированный титан, ВТ1-0, долговечность, модуль Юнга, ползучесть.

DOI: 10.61011/PJTF.2025.17.60966.20352

Ультрамелкозернистые (УМЗ) металлические материалы, полученные методами интенсивной пластической деформации, отличаются высокими прочностными характеристиками в сравнении с крупнозернистыми аналогами, включая повышение таких характеристик, как предел прочности, предел текучести, микротвердость. Эти улучшения обусловлены различными механизмами упрочнения, в том числе и за счет границ зерен, что делает УМЗ-материалы перспективными для применения в конструкционных элементах. Однако их практическое использование требует устойчивости к длительным нагрузкам. Современные исследования выявляют значительные противоречия в данных о ползучести УМЗ-металлов: измельчение зерен может как повышать, так и снижать долговечность в зависимости от структурных особенностей и условий нагружения [1–3]. Подобные результаты подчеркивают необходимость изучения взаимосвязи между микроструктурой УМЗ-материалов, параметрами деформации (температура, напряжение) и внутренними характеристиками (чистота сплава, плотность дефектов). Несмотря на ранние работы по ползучести чистых металлов и сплавов с УМЗ-структурой, выполненные еще в начале 2000-х годов [4,5], ключевые вопросы, связанные с эволюцией структуры и накоплением повреждений при длительном нагружении, остаются нерешенными.

Одним из структурных факторов, оказывающих негативное влияние на поведение УМЗ-материалов при длительном нагружении, является нанопористость [6,7]. Объемная доля нанопор зависит от способа получения УМЗ-структуры (количества проходов при равноканальном угловом прессовании или применении противодавления), постдеформационной обработки (низкотемпературного отжига, применения высокого гидростатического давления), наличия включений и т.д. Эти дефекты не только служат концентраторами напряжений, но и снижают упругие характеристики, такие как модуль Юнга [8,9].

Для корректного анализа экспериментальных данных относительно ползучести необходимы следующие условия: структурная стабильность материала, невысокие температуры и „умеренные“величины напряжения. Поэтому для исследований был выбран технический титан ВТ1-0, в котором примеси оказывают стабилизирующее влияние на границы зерен за счет эффекта „торможения“ [10].

В работе представлены результаты изучения кинетики накопления микронесплошностей и эволюции упругих и микропластических свойств в ходе испытаний на растяжение в режиме ползучести наноструктурированного (НС) титана ВТ1-0 при температуре, обеспечивающей его структурную стабильность.

Проведено исследование титанового сплава ВТ1-0 в НС-состоянии, полученном сочетанием поперечно–винтовой с продольной сортовой прокаткой [11]; на финишном этапе деформирование проводилось в жидком азоте. При прокатке ВТ1-0 в сочетании с дополнительным охлаждением достигается значительное измельчение зерен. Проведенные структурные исследования показали, что средний размер зерен в НС-титане составил 117 nm. Доля зерен для НС-состояния с размером 100 nm и менее превышает 30 %. Такую же долю составляют зерна до 150 nm, что в целом позволяет определить данное состояние как наноструктурированное [12], в котором наноразмерные элементы играют определяющую роль в формировании свойств материала.

Образцы НС-титана были испытаны на долговечность при растяжении в режиме ползучести при температуре 350 °C. Ранее было показано, что испытания при указанной температуре не приводят к существенному

Условия испытания (напряжение σ и время t), деформация ε, плотность ρ и разуплотнение $\Delta\rho/\rho$ для образцов НС-титана ВТ1-0

Номер образца	σ, MPa	t, s	ε, %	ρ, g/cm^3	$\Delta\rho/\rho$, %
1	0	0	0	4.4896	0
2	352	13800	3.4	4.4706	0.42
3	352	20000	3.5	4.4598	0.66
4	590	300	6.7	4.4200	1.56

росту зерен и наноструктурированное состояние сохраняется [13]. В настоящей работе для исследований были выбраны четыре образца: до испытания (№ 1), после нагружения при $\sigma = 352$ MPa и длительности t под нагрузкой 13 800 (№ 2) и 20 000 s (№ 3), не доведенные до разрушения, а также разрушенный образец (№ 4), испытанный при $\sigma = 590$ MPa и $t = 300$ s. Образцы имели форму двутавровых плоских лопаток с длиной рабочей части 22 mm и толщиной 0.9 mm. Номера исследованных образцов, условия испытаний, деформация ε, плотность ρ и разуплотнение $\Delta\rho/\rho$ приведены в таблице.

Акустическим методом составного пьезоэлектрического вибратора определены упругие и микропластические свойства: модуль Юнга E, декремент δ и напряжение микропластического течения σ_d. Подробное описание метода приведено в [14,15]. После испытаний на долговечность для дальнейших исследований в образцах убиралась широкая часть образца — лопатка. Образцы для акустических исследований представляли собой стержни прямоугольного сечения размером 0.9×3 mm и длиной около 22 mm. Испытания проводились на частоте около 100 kHz в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации ε, включающем линейную (амплитудно-независимую) и нелинейную (микропластическую) области. Модуль упругости определялся по формуле

$$E = 4\rho l^2 f^2, \qquad (1)$$

где l — длина, ρ — плотность образцов, f — частота колебаний. Относительная погрешность определения собственной частоты образца методом двойного вибратора $\sim 10^{-3}$, относительная погрешность определения модуля упругости $\sim 4 \cdot 10^{-3}$.

Акустические измерения в широком диапазоне амплитуд позволяют оценить механические (микропластические) свойства материалов в привычных для обычных механических испытаний координатах напряжение–деформация. Для этого по оси ординат откладываются значения амплитуд колебательных напряжений $\sigma = E\varepsilon$ (закон Гука), а по оси абсцисс — нелинейная неупругая деформация $\varepsilon_d = \varepsilon(\Delta E/E)_h$. Здесь $\Delta E = E(\varepsilon) - E_i$ — амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга, E_i — модуль Юнга, измеряемый при малых ε в амплитудно-независимой области.

На рис. 1 приведены амплитудные зависимости модуля Юнга $E(\varepsilon)$ и декремента $\delta(\varepsilon)$, а на рис. 2 — диаграммы микропластического деформирования образцов НС-титана.

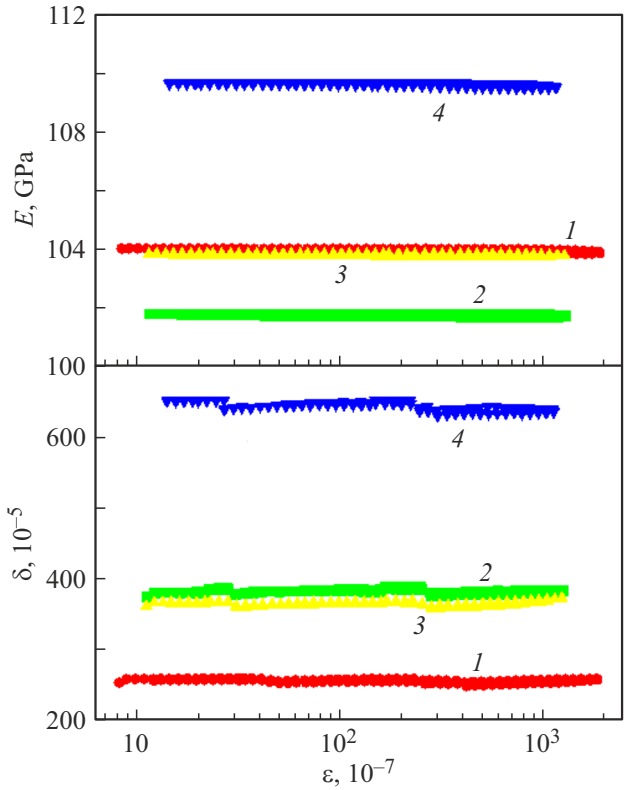


Рис. 1. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ НС-титана ВТ1-0 (номер кривой соответствует номеру образца). Измерения выполнены при комнатной температуре.

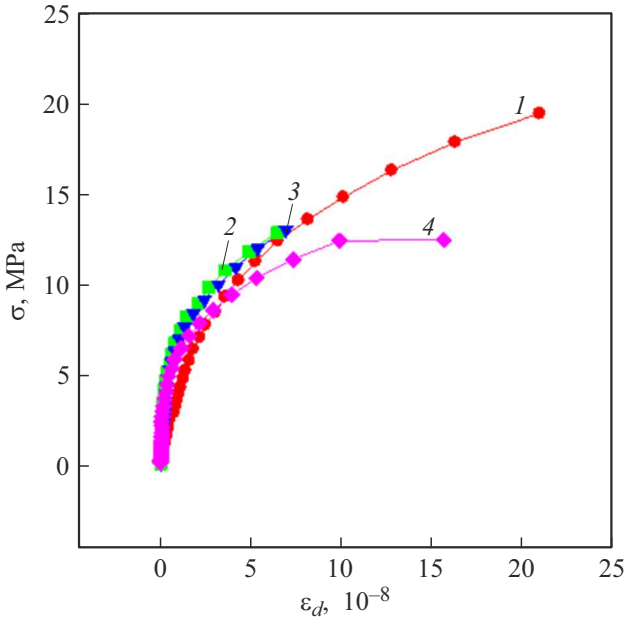


Рис. 2. Диаграммы микропластического деформирования образцов НС-титана ВТ1-0 (номер кривой соответствует номеру образца).

Как видно из рис. 1, после деформации НС-образца № 2 на 3.4 % наблюдается уменьшение модуля Юнга относительно исходного (до испытаний) состояния — от 104 до 102 GPa. Увеличение времени действия нагрузки (при том же напряжении 352 MPa) ведет к повышению модуля E до 104 GPa. Наибольшее значение $E = 110$ GPa соответствует разрушенному состоянию — образец № 4. Понижение модуля для образца № 2 может быть обусловлено как минимум двумя причинами. Во-первых, уменьшением плотности образца согласно формуле (1), что связано с развитием нанопор в материале. Изменение плотности $\Delta\rho/\rho$, определенное денситометрическим методом, составило 0.42 % (см. таблицу). Во-вторых, увеличением плотности дислокаций, что обычно имеет место при пластической деформации металлических материалов. Для образца, доведенного до разрушения (№ 4), наблюдается понижение плотности еще на 0.9 % и в то же время повышение модуля Юнга почти на 6 % (в сравнении с образцом № 3).

На рис. 3 для наглядности представлена зависимость модуля Юнга от разуплотнения (пористости) для образцов НС-титана ($E_0 = E_i$ — модуль Юнга образца № 1 до испытания). Видно, что сначала наблюдается уменьшение модуля, а при увеличении деформации (и разуплотнения) — его рост. Аналогичные по характеру зависимости, а именно уменьшение модуля на начальном этапе деформирования и его повышение с увеличением степени деформации, ранее были выявлены для микрокристаллических сплавов на основе алюминия (Al–0.2 % Sc) [16] и титана (Ti–26Nb–7Mo–12Zr) [17]. Так, увеличение числа проходов равноканального углового прессования для Al–0.2 % Sc и степени деформации при прокатке для титанового сплава приводило к росту модуля E.

Немонотонное поведение модуля для НС-титана (рис. 3) можно объяснить тем, что одним из факторов, который может приводить к повышению модуля, является рост внутренних напряжений [18]. Такие напряжения могут появляться в металлических материалах в процессе пластической деформации как при механических испытаниях, так и при формировании УМЗ-структуры методами интенсивной пластической деформации. Полученный результат согласуется с исследованиями других авторов, где деформация (циклическая или монотонная) вызывала большие внутренние напряжения в УМЗ-материалах [19,20]. В этих работах для УМЗ-образцов наблюдались большие неупругие обратные деформации после разгрузки, в то время как для образцов с крупнозернистой структурой разгрузка была практически полностью упругой. Наблюдаемое на рис. 3 увеличение модуля, вероятнее всего, обусловлено ростом внутренних напряжений. Возможно также и влияние кристаллографической текстуры [21], которая могла формироваться в металлических материалах в испытаниях на растяжение в режиме ползучести [22].

Рассмотрим изменение логарифмического декремента δ (рис. 1) при деформации образцов НС-титана. Его последовательное повышение в испытании на растяжение

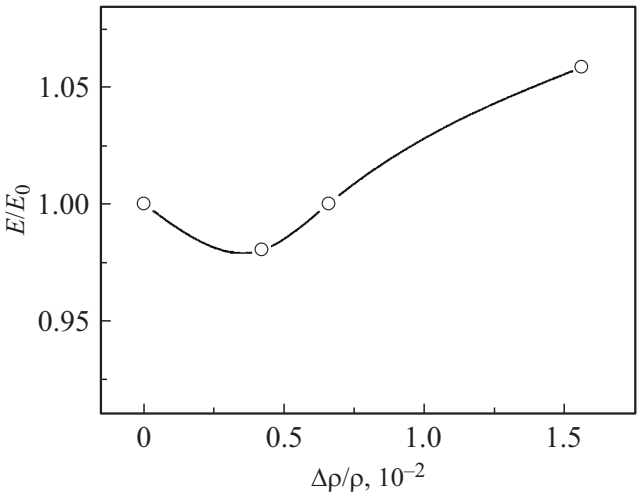


Рис. 3. Модуль Юнга как функция разуплотнения (пористости) для НС-титана при испытании на растяжение в режиме ползучести.

в режиме ползучести можно объяснить двумя причинами: во-первых, известно, что в процессе пластической деформации в металлах увеличивается плотность дислокаций, что должно увеличивать декремент; во-вторых, при деформации в некоторой области (особенно вблизи зоны разрушения) возможно „измельчение“ структуры (уменьшение среднего размера зерна) [23]. Общая протяженность межзеренных границ, на которых рассеивается энергия ультразвука при этом растет, что должно также приводить к увеличению декремента. Наиболее существенное повышение амплитудно-независимого декремента характерно для разрушенного образца № 4, для которого имеет место максимальная деформация. Здесь необходимо отметить, что при увеличении ε (рис. 1) зависимостей декремента от амплитуды на всех четырех образцах не наблюдается в отличие от явно выраженной зависимости $E(\varepsilon)$, что приводит к появлению нелинейной неупругой деформации (рис. 2). Скорее всего, это означает, что дислокационное затухание в испытываемых образцах значительно меньше зернограничного: обычно в кристаллах и крупнокристаллических материалах уменьшение модуля сопровождается заметным увеличением декремента.

Диаграммы микропластического деформирования для НС-титана, полученные из зависимостей $E(\varepsilon)$, представлены на рис. 2. Из рисунка видно, что характер кривых $\sigma(\varepsilon_d)$ для образцов № 2 и 3 идентичен. Для них же в сравнении с образцом № 1 наблюдаются немного бóльшие значения σ до величины микродеформации $\varepsilon_d = 5 \cdot 10^{-8}$. Также можно отметить, что образец № 4 при очень малых величинах микродеформации ε_d (до $\sim 2 \cdot 10^{-8}$) несколько „прочнее“ исходного. Однако при $\varepsilon_d = 7 \cdot 10^{-8}$ значение σ для образца № 4 заметно меньше, чем у других образцов (около 11 MPa), т. е., чтобы деформировать образец (на микроуровне) на одну и ту же величину $\varepsilon_d \approx 7 \cdot 10^{-8}$, для образца № 4

необходимо приложить наименьшее напряжение. Все это может быть связано с неоднородностью структуры, формирующейся по длине образца в процессе испытаний на ползучесть.

Таким образом, в работе впервые приведены результаты исследования упругих и микропластических свойств НС-титана ВТ1-0, полученного сложной прокаткой с охлаждением в азоте на финишном этапе изготовления образцов. Изучена эволюция модуля упругости, логарифмического декремента после различных этапов деформации при растяжении в режиме ползучести. Показано, что основным фактором повышения модуля упругости при уменьшении денситометрической плотности в образцах после испытаний на растяжение в режиме ползучести является формирование высоких внутренних напряжений; уровень декремента при этом определяется в основном рассеянием ультразвуковой энергии на границах зерен.

Благодарности

Авторы выражают благодарность Ю.Р. Колобову за проведение термомеханической обработки образцов технического титана ВТ1-0.

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

[1] V. Sklenicka, P. Kral, J. Dvorak, M. Kvapilova, K. Kucharova, Mater. Trans., **64** (7), 1566 (2023). DOI: 10.2320/matertrans.MT-MF2022035

[2] P. Cavaliere, *Fatigue and fracture of nanostructured materials* (Springer, Cham, 2021), p. 263–295. DOI: 10.1007/978-3-030-58088-9

[3] V. Monfared, H.R. Bakhsheshi-Rad, M. Razzaghi, D. Toghraie, M. Hekmatifar, F. Berto, Met. Mater. Int., **29**, 2444 (2023). DOI: 10.1007/s12540-023-01405-x

[4] Yu.R. Kolobov, G.P. Grabovetskaya, K.V. Ivanov, M.B. Ivanov, Interface Sci., **10**, 31 (2002). DOI: 10.1023/A:1015128928158

[5] V. Sklenicka, J. Dvorak, P. Kral, Z. Stonawska, M. Svoboda, Mater. Sci. Eng. A, **410-411**, 408 (2005). DOI: 10.1016/j.msea.2005.08.099

[6] В.И. Бетехтин, J. Dvorak, А.Г. Кадомцев, Б.К. Кардашев, М.В. Нарыкова, Г.К. Рааб, V. Sklenicka, С.Н. Фаизова, Письма в ЖТФ, **41** (2), 58 (2015). [V.I. Betekhtin, J. Dvorak, A.G. Kadomtsev, B.K. Kardashev, M.V. Narykova, G.K. Raab, V. Sklenicka, S.N. Faizova, Tech. Phys. Lett., **41** (1), 80 (2015). DOI: 10.1134/S1063785015010228].

[7] В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, V. Sclenicka, М.В. Нарыкова, Письма в ЖТФ, **37** (20), 75 (2011). [V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, V. Sklenicka, M.V. Narykova, Tech. Phys. Lett., **37** (10), 977 (2011). DOI: 10.1134/S106378501110018X].

[8] Б.К. Кардашев, В.И. Бетехтин, М.В. Нарыкова, ЖТФ, **85** (12), 94 (2015). [B.K. Kardashev, V.I. Betekhtin, M.V. Narykova, Tech. Phys., **60** (12), 1829 (2015). DOI: 10.1134/S1063784215120063].

[9] Y.-H. Xiang, L.-Z. Liu, J.-C. Shao, H.-J. Jin, Acta Mater., **186**, 105 (2020). DOI: 10.1016/j.actamat.2019.12.046

[10] Ю.Р. Колобов, А.Г. Липницкий, М.Б. Иванов, И.В. Неласов, С.С. Манохин, Изв. вузов. Физика, № 8, 77 (2011). [Yu.R. Kolobov, A.G. Lipnitskii, M.B. Ivanov, I.V. Nelasov, S.S. Manokhin, Russ. Phys. J., **54**, 918 (2012). DOI: 10.1007/s11182-011-9700-6].

[11] Ю.Р. Колобов, Рос. нанотехнологии, **4** (11-12), 69 (2009). [Yu.R. Kolobov, Nanotechnol. Russ., **4** (11-12), 758 (2009). DOI: 10.1134/S1995078009110020].

[12] *Terminology for nanomaterials*, PAS 136:2007 (BSI, London, 2007).

[13] 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). DOI: 10.21883/FTT.2022.11.53336.387 [V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, A.I. Lihachev, O.V. Amosova, M.Yu. Saenko, Yu.R. Kolobov, Phys. Solid State, **64** (11), 1761 (2022). DOI: 10.21883/PSS.2022.11.54203.387].

[14] С.П. Никаноров, Б.К. Кардашев, *Упругость и дислокационная неупругость кристаллов* (Наука, М., 1985).

[15] M.V. Narykova, A.A. Levin, N.D. Prasolov, A.I. Lihachev, B.K. Kardashev, A.G. Kadomtsev, A.G. Panfilov, R.V. Sokolov, P.N. Brunkov, M.M. Sultanov, V.N. Kuryanov, V.N. Tyshkevich, Crystals, **12** (2), 166 (2022). DOI: 10.3390/cryst12020166

[16] В.И. Бетехтин, V. Sklenicka, I. Saxl, Б.К. Кардашев, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, ФТТ, **52** (8), 1517 (2010). [V.I. Betekhtin, V. Sklenicka, I. Saxl, B.K. Kardashev, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, Phys. Solid State, **52** (8), 1629 (2010). DOI: 10.1134/S1063783410080111].

[17] V.I. Betekhtin, Y.R. Kolobov, O.A. Golosova, J. Dvorak, V. Sklenicka, B.K. Kardashev, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, M.B. Ivanov, Rev. Adv. Mater. Sci., **45** (1-2), 42 (2016). https://ipme.ru/e-journals/RAMS/no_14516/07_14516_betekhtin.pdf

[18] V.M. Chernov, B.K. Kardashev, L.M. Krjukova, L.I. Mamaev, O.A. Plaksin, A.E. Rusanov, M.I. Solonina, V.A. Stepanov, S.N. Votinov, L.P. Zavialski, J. Nucl. Mater., **257** (3), 263 (1998). DOI: 10.1016/s0022-3115(98)00457-7

[19] H.W. Höppel, C. Xu, M. Kautz, N. Barta-Schreiber, T.G. Langdon, H. Mughrabi, in *Nanomaterials by severe plastic deformation*, ed. by M. Zehetbauer, R.Z. Valiev (Wiley-VCH, Weinheim, 2004), p. 677–683. DOI: 10.1002/3527602461.ch12b

[20] A. Vinogradov, Y. Kaneko, K. Kitagawa, S. Hashimoto, R.Z. Valiev, Mater. Sci. Forum, **269-272**, 987 (1998). DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.269-272.987

[21] D. Tromans, Int. J. Res. Rev. Appl. Sci., **6** (4), 462 (2011). https://scispace.com/pdf/elastic-anisotropy-of-hcp-metal-crystals- and-polycrystals-2wyl9gmq2f.pdf

[22] С.С. Манохин, Д.А. Колесников, И.В. Неласов, Ю.Р. Колобов, Д.В. Лазарев, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, Физика и химия обработки материалов, № 6, 52 (2024). DOI: 10.30791/0015-3214-2024-6-52-66

[23] С.С. Манохин, В.И. Бетехтин, А.Г. Кадомцев, М.В. Нарыкова, О.В. Амосова, Ю.Р. Колобов, Д.В. Лазарев, ФТТ, **65** (1), 131 (2023). DOI: 10.21883/FTT.2023.01.53935.492 [S.S. Manohin, V.I. Betekhtin, A.G. Kadomtsev, M.V. Narykova, O.V. Amosova, Yu.R. Kolobov, D.V. Lazarev, Phys. Solid State, **65** (1), 126 (2023). DOI: 10.21883/PSS.2023.01.54986.492].