

05;12

Механические свойства, плотность и дефектная структура субмикроструктурированного титана ВТ1-0, полученного после интенсивной пластической деформации при винтовой и продольной прокатках

© В.И. Бетехтин,^{1,3} О.Р. Колобов,² М.В. Нарыкова,³ Б.К. Кардашев,¹
Е.В. Голосов,² А.Г. Кадомцев¹

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

² Научно-образовательный центр „Наноструктурные материалы и нанотехнологии“ БелГУ,
308015 Белгород, Россия

³ Санкт-Петербургский государственный политехнический университет,
195251 Санкт-Петербург, Россия
e-mail: Vladimir.Betekhtin@mail.ru

(Поступило в Редакцию 27 декабря 2010 г.)

Исследовано влияние винтовой прокатки в сочетании с традиционными методами механотермической обработки на однородность формируемой субмикроструктурированной структуры, плотность и механические свойства технического титана ВТ1-0. Показано, что использование этой процедуры в оптимальных температурно-скоростных интервалах обработки (специальных режимах деформации) практически не приводит к разуплотнению и является эффективным способом формирования однородной субмикроструктурированной структуры с высокими прочностными и упругопластическими свойствами.

В последние годы проявляется значительный интерес к металлам и сплавам в субмикроструктурированном (СМК) и наноструктурированном (НС) состояниях. Это обусловлено уникальными физико-механическими свойствами таких материалов, которые существенно выше, чем аналогичные свойства более крупнозернистых поликристаллических материалов [1–6].

Одним из наиболее перспективных путей получения СМК- и НС-состояний в металлических материалах является интенсивная пластическая деформация (ИПД). Особенно широко применяется метод равноканального углового (РКУ) прессования. С помощью РКУ-прессования сложно, однако, получить широкую номенклатуру промышленных изделий (листы, пластины, прутки заданного диаметра и т.д.), в некоторых случаях [4] имеются также другие негативные особенности данного метода.

В настоящей работе был использован другой способ создания стабильной СМК-структуры: интенсивная пластическая деформация методом винтовой прокатки в сочетании с продольной прокаткой при использовании различных режимов деформации (традиционных методов механотермической обработки в оптимальных температурно-скоростных режимах [5]).

Основная задача настоящей работы заключалась в изучении влияния указанного выше способа ИПД на механические свойства, плотность и дефектную структуру металлического материала, переведенного в СМК-состояние.

Материал и экспериментальные методики

В качестве металлического материала был выбран титан технической чистоты ВТ1-0. Выбор был обусловлен тем, что титан и его сплавы имеют широкую сферу применения: от аэрокосмической техники до (что особенно важно в данном случае [6]) изделий биомедицинского назначения.

Исходный титан был в виде прутка диаметром 40 mm со средним размером зерна 22 μm . Было использовано несколько режимов обработки исходных прутков с использованием различных степеней деформации. Оптимальными (в плане полученных структурно-механических характеристик) оказались два режима. Первый режим заключался в радиально-сдвиговой прокатке (РСП) при 400°C до диаметра 16 mm, продольной прокатке (ПП) также при 400°C до диаметра 12 mm и в заключение поперечно-винтовой прокатке (ПВП) при комнатной температуре диаметром 8 mm. Вторым режимом — РСП при 400°C до диаметра 20 mm, ПП при 400°C до диаметра 9.5 mm и ПВП при комнатной температуре также до диаметра 8 mm. Подробно температурно-скоростные режимы всех прокаток рассмотрены в [5].

Отметим, что одним из негативных факторов винтовых прокаток является образование в центральных зонах металлических материалов при некоторых „критических“ степенях прокатки „разрыхления“ [7]. В работе был исследован такой случай после РСП при 400°C до диаметра 16 mm и затем ПВП при комнатной темпера-

туре до диаметра 8 mm (условно назовем его третьим „критическим“ режимом).

Для уменьшения уровня внутренних напряжений и дополнительной термостабилизации структуры все три партии образцов титана подвергались отжигу при 350°С в течение 3 h.

Структурные исследования проводились с использованием растрового электронного микроскопа с полевой эмиссией Qwanta 600 FES. Прочность и пластичность образцов определялись на установке Instron 5882 при комнатной температуре. Плотность образцов титана определялась прецизионным методом гидростатического взвешивания на воздухе и в дистиллированной воде, относительная погрешность измерения плотности не превышала 0.5%.

С помощью акустических измерений определялись величины, характеризующие упругую (модуль Юнга E) и обратимую микропластическую деформацию (амплитудно-независимый декремент δ и напряжение микропластического течения σ), связанные с колебательным движением дислокаций. Особенность акустических экспериментов состояла в том, что при умеренных амплитудах дислокационная структура исследуемых образцов сохраняется: после акустического воздействия плотность дислокаций в металле не меняется [8]. Из полученных по двум режимам прокатки заготовок готовились образцы для акустических измерений. Образцы имели форму стержней прямоугольного поперечного сечения (3×0.6) mm и длину 24 mm, такая длина обеспечивала резонансную частоту продольных колебаний образца f вблизи 100 kHz. Модуль Юнга определялся как $E = 4\rho \cdot l^2 f^2$, где ρ — плотность образца.

Использовался резонансный метод составного вибратора (подробные сведения о методе можно найти в [8]), который помимо данных о модуле Юнга позволяет исследовать поглощение ультразвука (внутреннее трение) и неупругие (микропластические) свойства материала образцов. Данные по неупругим свойствам получаются из измерений модуля E и декремента упругих колебаний δ в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации ε , когда при достаточно больших ε в материале образца возникает нелинейное амплитудно-зависимое поглощение $\delta_h = \delta - \delta_i$ и амплитудно-зависимый дефект модуля Юнга $(\Delta E/E)_h = (E - E_i)/E_i$. Здесь E_i и δ_i — значения модуля Юнга и декремента, измеряемые при малых амплитудах, где модуль E и декремент δ еще не зависят от ε .

Акустические измерения в широком диапазоне амплитуд позволяют оценить также механические (микропластические) свойства материалов в привычных для механических испытаний координатах „напряжение–неупругая деформация“, когда по оси ординат откладывается значение амплитуд колебательных напряжений $\sigma = E \cdot \varepsilon$, а по оси абсцисс — нелинейная неупругая деформация $\varepsilon_d = \varepsilon(\Delta E/E)_h$.

Модифицированным методом малоуглового рентгеновского рассеяния (MPP) определялись, согласно [9],

параметры неоднородностей электронной плотности, которые могли образоваться в результате ИПД. Ранее было показано, что ИПД при РКУ-прессовании ведет к образованию в алюминии [4,10] и титане [11] нанопор. Для идентификации природы неоднородностей, которые могли образоваться в нашем случае при различных режимах винтовой и продольной прокатки, изучалось MPP до и после воздействия высокого гидростатического давления, интенсивно влияющего (залечивающего) на неоднородности именно пустотной природы [4,10,12,13].

Результаты исследований и их обсуждение

Характерная микроструктура титана VT1-0 в исходном рекристаллизованном состоянии и после воздействия интенсивной пластической деформации по двум оптимальным и одному „критическому“ режиму представлена на рис. 1–4. Анализ результатов электронно-микропластических исследований позволил сделать следующие выводы. Образцы, приготовленные по режиму 1,

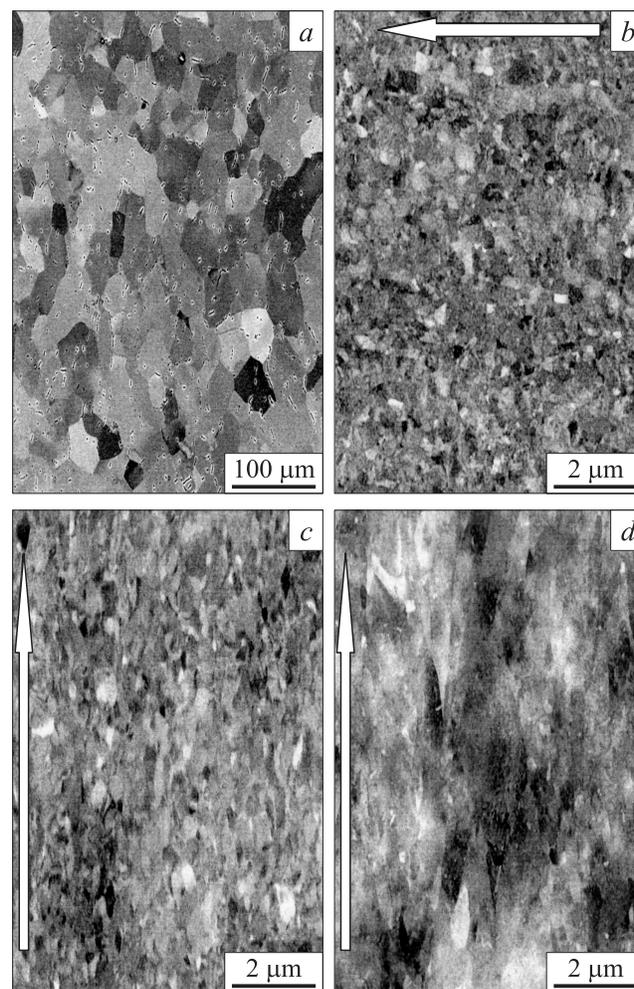


Рис. 1. Микроструктура титана VT1-0 в исходном состоянии (a) и после режимов обработки 1 (b), 2 (c) и „критического“ режима (d).

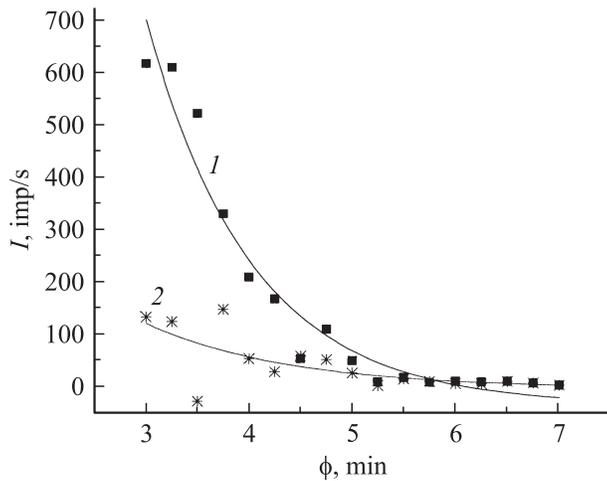


Рис. 2. Зависимость интенсивности рентгеновского рассеяния I от угла ϕ для образцов титана после обработки по критическому режиму до (1) и после (2) воздействия гидростатического давления 1.5 GPa.

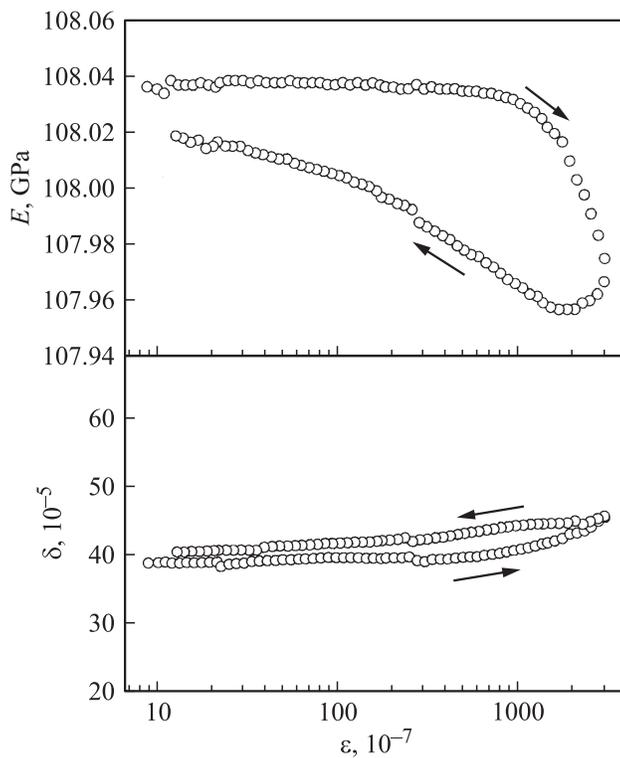


Рис. 3. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ образцов титана в исходном состоянии, измеренные последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды ϵ (стрелки указывают направление изменения ϵ). $T = 287$ K.

имеют средний размер зеренно-субзеренной структуры $\approx 0.3 \mu\text{m}$, однако при этом в структуре наблюдаются более крупные зерна с размером $\sim 0.7\text{--}0.8 \mu\text{m}$. Наиболее мелкий размер зеренно-субзеренной структуры $\sim 0.2 \mu\text{m}$ получился в образцах, приготовленных по второму режиму. Для этого режима характерна одно-

родная структура практически без крупных зерен. Наконец, для „критического“ режима 3 наблюдается неоднородная структура, средний размер зеренно-субзеренной структуры $\sim 1.2 \mu\text{m}$. Образцы, приготовленные по режиму 2, имеют преимущественно глобулярную форму зерен в отличие от режима 1, для которого характерно наличие вытянутых в направлении прокатки элементов структуры размером $\sim 0.7\text{--}0.8 \mu\text{m}$ при среднем размере этих элементов структуры $\sim 0.3 \mu\text{m}$. Наибольшая неоднородность структуры характерна для образцов, приготовленных по режиму 3. Это обусловлено, очевидно, наибольшей степенью поперечно-винтовой прокатки.

Систематические измерения плотности проводились как для образцов исходного, рекристаллизованного титана, так и для образцов, приготовленных по всем трем режимам деформации. Для каждого режима деформации, как и для исходных образцов, плотность измерялась не менее чем на 15 образцах. При этом, важно отметить, изучались образцы, вырезанные из различных частей подвергнутого сложной прокатке прутка. Для каждого образца плотность измерялась не менее двух раз. Особое внимание было, естественно, уделено изучению образцов, приготовленных по первому и второму режимам интенсивной деформации прокаткой.

Установлено, что после прокатки плотность титана ВТ1-0 уменьшается, при этом плотности образцов, приготовленных по первому и второму режимам заметно

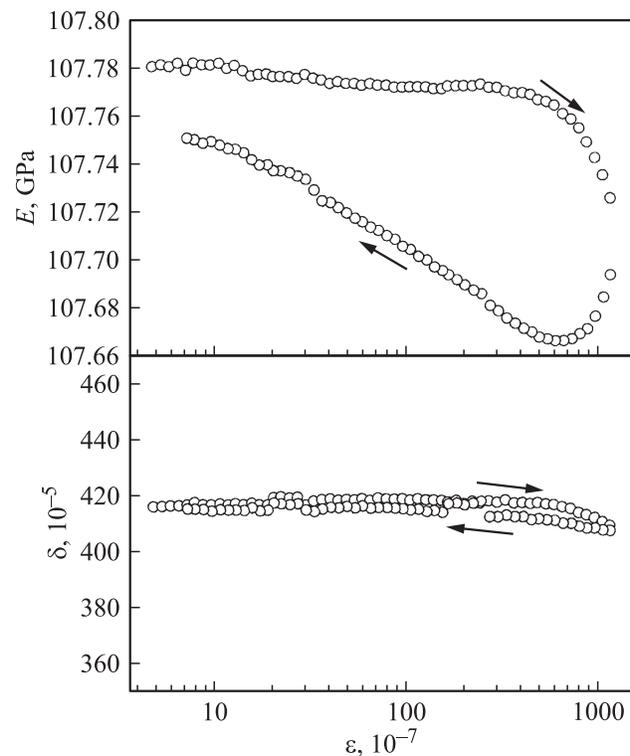


Рис. 4. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ образцов титана, приготовленных по режиму 1, измеренные последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды ϵ (стрелки указывают направление изменения ϵ). $T = 287$ K.

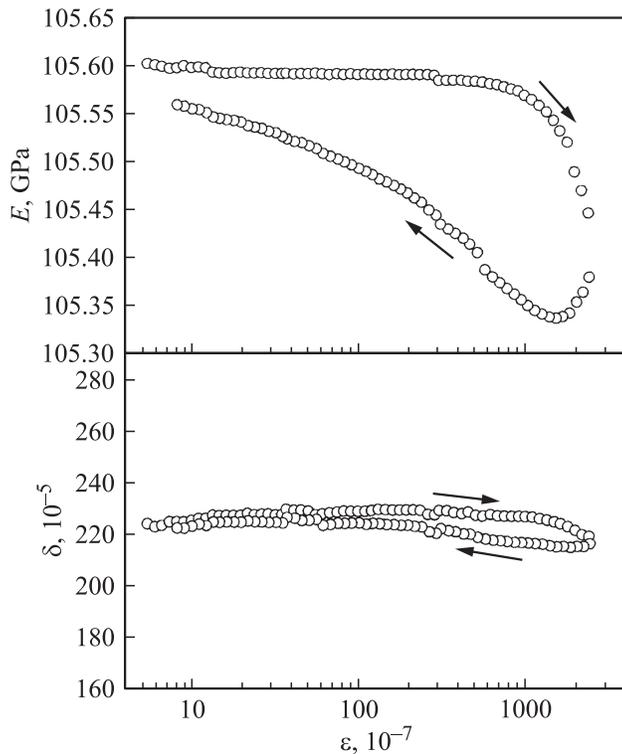


Рис. 5. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ образцов титана, приготовленных по режиму 2, измеренные последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды ε (стрелки указывают направление изменения ε). $T = 287$ К.

отличаются. Так плотность (ρ) в исходном состоянии, после первого и второго режимов деформации составляет соответственно 4.551 ± 0.006 , 4.508 ± 0.005 , 4.548 ± 0.001 г/см³. Важно отметить, что для обоих режимов деформации плотность образцов, приготовленных из разных участков прутка, в пределах погрешности измерений практически одинакова. Последнее позволяет сделать вывод об однородности по плотности образцов, приготовленных по первому и второму режимам деформации, особенно, учитывая приведенный выше разброс, это относится к образцам, приготовленных по режиму 2.

В отличие от рассмотренных случаев плотности образцов, вырезанных из различных частей прутка, приготовленного по „критическому“ режиму прокатки, меняются в диапазоне от 4.481 до 4.525–4.55 г/см³.

Параметры неоднородностей электронной плотности изучались, как уже отмечалось, методом МРР, при этом природа этих неоднородностей определялась при сравнении малоуглового рентгеновского рассеяния в образцах до и после воздействия гидростатического давления. Типичные данные для одного из режимов деформации титана приведены на рис. 2. Видно, что давление ведет к существенному снижению интенсивности рассеяния. Обработка разностных кривых, согласно [9], показала, что размер неоднородностей пониженной плотности, ко-

торые следует рассматривать как элементы избыточного свободного объема, составляет ~ 20 нм.

Оценки показали, что интегральный объем неоднородностей пониженной плотности в образцах, приготовленных по первому режиму, составляет $\sim 9 \cdot 10^{-3}$, что близко к объему, который образуется при деформации А1 методом РКУ-прессования ($\approx 5 \cdot 10^{-3}$ [10]). Почти на два порядка больше может возникнуть разуплотнение, обусловленное нанопорами при деформации по третьему „критическому“ режиму (см. таблицу). В этом отношении разуплотнение и, как показали данные МРР, интегральный объем областей пониженной плотности в образцах, приготовленных по второму режиму прокатки, минимальные. Он в 15 раз ниже, чем при прокатке титана по режиму 1, а также при РКУ-прессовании в А1 и его сплаве [10].

Рассмотрим теперь результаты механических испытаний. Данные по прочности и пластичности образцов титана в исходном состоянии и после прокатки по первому, второму и „критическому“ режимам приведены в таблице. Видно, что максимальная прочность при достаточно большой пластичности наблюдается для титана, приготовленного по режиму 2.

В заключение рассмотрим результаты изучения упруго-пластических свойств образцов титана. На рис. 3–5 приведены амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для исходного титана и для титана после первого и второго режимов интенсивной пластической деформации при прокатке. Зависимости $E(\delta)$ и $\delta(\varepsilon)$ измерялись последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды. Из рисунков видно, что во всех случаях для модуля Юнга наблюдается большой ам-

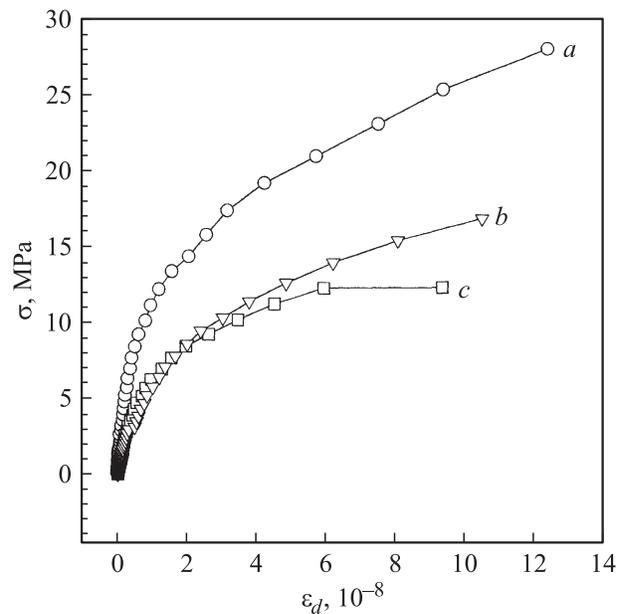


Рис. 6. Кривые „напряжение–микропластическая деформация“, полученные по данным акустических измерений образцов титана: a — в исходном состоянии, b — после режима 1, c — после режима 2.

Механические свойства и дефект плотности титана в зависимости от его состояния

Состояние	Относительное разуплотнение, $\Delta\rho/\rho$	Предел прочности, МПа	Удлинение до разрыва, %	E , GPa	$\delta \cdot 10^{-5}$	σ_S , МПа
Исходное	—	460	34	108.036	39	26
Режим 1	$9 \cdot 10^{-3}$	910	13	105.601	225	16
Режим 2	$6 \cdot 10^{-4}$	930	16	107.78	416	12
„Критический“ режим	$\sim 10^{-1} - 10^{-2}$	650	10	~ 105.1	210	~ 16

плитудный гистерезис: кривые, снятые при увеличении и уменьшении амплитуды, не совпадают друг с другом. Форма гистерезиса и численные значения E и δ во всех трех случаях отличаются друг от друга. На рис. 6 из зависимостей $E(\epsilon)$, приведенных на рис. 3–5 и снятых при первом увеличении амплитуды, построены диаграммы акустического деформирования $\sigma(\epsilon_d)$. Видно, что эти диаграммы для исходного титана и деформированного по первым двум режимам, заметно отличаются. Из этих диаграмм определялся условный предел микротекучести $\sigma = \sigma_S$ для неупругой деформации ϵ_d нв уровне $1 \cdot 10^{-7}$ (см. таблицу).

Проанализируем данные по упруго-пластическим свойствам, т.е. значения E , δ , σ_S (см. таблицу).

Из полученных данных видно, что образование в результате ИПД-субмикроструктурной структуры ведет к понижению E и значительному росту δ . Этот результат хорошо согласуется с теоретическими представлениями. Модуль упругости и декремент, измеряемые с высокой точностью, являются структурно-чувствительными параметрами материала. С точки зрения теории, рассматривающей взаимодействие дислокаций с точечными дефектами [8,14], модуль упругости падает, а декремент растет при введении дислокаций в образец. Уменьшение модуля имеет место и при образовании областей пониженной плотности типа нанопор [15]. С этой точки зрения более низкое значение модуля после деформации по режиму 1 по сравнению с деформацией по режиму 2 (см. таблицу) объясняется, очевидно, более высокой концентрацией областей пониженной плотности, которые, как было показано в данной работе, образуются при деформации по этому режиму. Особенно четко выражен эффект уменьшения модуля за счет нанопористости в титане, деформированном по третьему „критическому“ режиму (см. таблицу).

Амплитудно-независимый декремент δ пропорционален плотности дислокаций [8,14]. Интенсивная пластическая деформация при прокатке ведет, естественно, к существенному увеличению плотности дислокаций, что и отражается на величине δ , которая растет в 5–10 раз (см. таблицу). При этом δ после деформации по режиму 2 в два раза больше, чем после деформации по

режиму 1. Последнее обусловлено, очевидно, тем, что вклад в δ вносят и границы зерен: чем мельче зерна, тем больше площадь границ и тем больше внутреннее трение. Вероятно также, что и плотность дислокаций после деформации по режиму 2 несколько больше, чем после деформации по режиму 1.

При анализе данных по условному пределу текучести необходимо учитывать следующее. По современным дислокационным представлениям нелинейная неупругая микропластическая деформация $\epsilon_d = b \cdot \lambda_d \psi$, где b — вектор Бюргерса, λ_d — плотность дислокаций, которые вносят вклад в деформацию ϵ_d , а ψ — среднее смещение этих дислокаций из положения равновесия [8]. Очевидно, что λ_d зависит от внешнего напряжения σ и общей плотности дислокаций λ : чем больше λ , тем σ должно быть меньше, чтобы достичь одной и той же деформации ϵ_d . В связи с этим в исходном титане потребовалось более значительное напряжение, чем в деформированных на режимах 1 и 2 образцах.

В образцах серии 2 плотность дислокаций, как уже отмечалось, очевидно, самая большая: его условный предел микротекучести самый низкий (см. таблицу). Этот результат, как видно из таблицы, хорошо согласуется с данными по внутреннему трению. Отметим, что низкий уровень напряжений, вызывающий микропластическую деформацию, означает способность материала легко подстраиваться к изменению внешних условий, что в итоге может приводить к увеличению прочности, как это было показано в случае микрокристаллического алюминия [16].

Заключение

Полученные экспериментальные данные и их анализ показали, что возможно подобрать оптимальный режим винтовой и продольной прокатки технического титана, который позволяет получить однородную субмикроструктурную структуру с высокими характеристиками прочности и упругопластических свойств. Эта структура (учитывая температуру прокатки и заключительного отжига) достаточно термостабильна. Данное обстоятельство, а также широкая номенклатура изделий, которые можно получить при интенсивной пластической деформации методом винтовой и продольной прокатки, свидетельствуют о несомненных достоинствах рассмотренного способа получения субмикроструктурной структуры. Следует отметить, что еще одним из важных факторов, обеспечивающих высокие механические свойства при винтовой прокатке в оптимальном режиме, является практическое отсутствие областей пониженной плотности, которые могут образовываться в случае РКУ-прессования и негативно влиять на свойства нано- и субмикроструктурных металлов и сплавов [4].

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 09–02–0059 6-а).

Список литературы

- [1] *Сегал М., Резник В.И., Дробышевский А.Е., Копылов В.И.* // Изв. АН СССР. Металлы. 1981. Т. 1. С. 115–122.
- [2] *Валиев Р.З., Александров Г.В.* Наноструктурные металлы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
- [3] *Андреевский Р.А., Глезер А.М.* // УФН. 2009. Т. 179. № 4. С. 337–358.
- [4] *Бетехтин В.И., Sklenicka V., Saxl I., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В.* // ФТТ. 2010. Т. 52. Вып. 8. С. 1517–1523.
- [5] *Колобов Ю.Р., Голосов Е.В., Иванов М.Б., Пенкин А.В.* // Сб. тез. докл. Междун. конкурса научных работ молодых ученых в области нанотехнологий. М., 2008. С. 176–178.
- [6] *Kolobov Yu.R.* // Nanotechnologies in Russia. 2009. Vol. № 11–12. P. 758–775.
- [7] *Харитонов Е.А., Алексеев П.Л., Романенко В.П.* // Титан. 2006. № 1 (18). С. 43–46.
- [8] *Никаноров С.П., Кардашев Б.К.* Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. М.: Наука, 1985. 25 с.
- [9] *Guinier A., Fournet G.* Small-angle scattering of X-rays. N. Y.: J. Willey, 1995. 258 p.
- [10] *Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Sklenicka V., Saxl I.* // ФТТ. 2007. Т. 49. Вып. 10. С. 1787–1796.
- [11] *Lopavok R., Tomys D., Mang J., Estrin Y., Lowe I.C.* // Acta Mater. 2009. Vol. 57. P. 2909–2917.
- [12] *Бетехтин В.И., Глезер А.М., Кадомцев А.Г.* // ФТТ. 1998. Т. 40. С. 85–90.
- [13] *Черемской П.Г., Слезов В.В., Бетехтин В.И.* Поры в твердом теле. М.: Энергоатомиздат, 1990. 372 с.
- [14] *Gremaud G.* // Mat. Sci. Forum. 2001. Vol. 366–368. P. 178–187.
- [15] *Chaim R., Hefetz M.* // J. Mater. Sci. 2004. Vol. 39. P. 3057–3062.
- [16] *Бетехтин В.И., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г.* // ФТТ. 2006. Т. 48. Вып. 8. С. 1421–1427.