## Влияние режима барокриодеформирования на свойства сплава BT1-0

© Е.В. Черняева,<sup>1</sup> А.М. Полянский,<sup>2</sup> В.А. Полянский,<sup>3,4</sup> П.А. Хаймович,<sup>5</sup> Ю.А. Яковлев<sup>3,4</sup>

<sup>1</sup> Санкт-Петербургский государственный университет,

195251 Санкт-Петербург, Россия

<sup>5</sup> Харьковский физико-технический институт,

61108 Харьков, Украина

e-mail: vapol@mail.ru

05

## (Поступило в Редакцию 22 февраля 2013 г.)

Проведены измерения содержания водорода, механических характеристик и параметров акустической эмиссии при индентировании технического титана ВТ1-0, подвергнутого барокриодеформированию (БКД) при 300, 77 и при 77 К с приложением противодавления. Выявлены корреляции акустических параметров с содержанием водорода в материале для всех рассмотренных режимов БКД.

Вопросам влияния высокого давления на свойства твердых тел посвящено множество работ. Было показано, что при этом изменяются оптические и магнитные свойства, приобретают другие значения тепло- и электропроводность, смещается температура сверхпроводящего перехода [1,2]. В значительной мере оказываются иными и механические свойства твердых тел, если деформировать их не в нормальных условиях, а при всестороннем сжатии, т.е. под большим гидростатическим давлением [3]. Дополнительные возможности в области получения новых свойств металлических материалов открыли применение квазигидроэкструдирования при криогенных температурах, называемое сейчас чаще барокриодеформированием (БКД) [4,5].

На рис. 1 показаны возможные схемы воздействия на материалы экструдированием.

Обычное продавливание при комнатной или криогенных температурах (рис. 1, *a*) осуществимо только для относительно пластичных металлов. При этом наблюдается существенная неоднородность по сечению экструдата формирующейся при этом структуры, а следовательно, и свойств [5]. Принципиальным отличием БКД является то, что предназначенная для деформирования заготовка занимает уже не весь объем канала контейнера, а только его часть, а в остальной части размещается промежуточная среда (как правило, индий), призванная осуществлять передачу давления на заготовку (рис. 1, b). В этом случае реализуется полное истечение заготовки из контейнера при высокой однородности структуры и механических свойств по сечению выходящего прутка. Чтобы осуществлять экструдирование материалов с низкой пластичностью, необходимо обеспечить достаточный уровень всестороннего давления на эту заготовку, который исключал бы нарушение ее сплошности, растрескивание при прохождении через матрицу. Для этого используется такая конструкция рабочего узла, в которой выходящий из матрицы экструдат попадает в полость, также заполненную средой, способной передавать давление на истекающую из матрицы заготовку (рис. 1, c), т.е, реализуется схема с противодавлением ( $F_2$  — противодавление) [6]. Криогенная температура экструдирования обеспечивается тем, что описанные рабочие узлы размещаются в сосудах со сжиженным газом.

Осуществление пластического деформирования в условиях всестороннего сжатия при криогенных температурах позволяет добиваться рекордных уровней



**Рис. 1.** Схемы деформирования: a — прессование, b — квазигидроэкструдирование, c — квазигидроэкструдирование с противодавлением: 1 — заготовка, 2 — матрица.  $F_1$  и  $F_2$  — давление и противодавление соответственно.

<sup>198504</sup> Санкт-Петербург, Россия

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> ООО "НПК Электронные и пучковые технологии",

<sup>194021</sup> Санкт-Петербург, Россия

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Институт проблем машиноведения РАН,

<sup>194021</sup> Санкт-Петербург, Россия

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Санкт-Петербургский государственный Политехнический университет,

30

упрочнения сталей, достигать существенного роста прочности высокотемпературных сплавов и получать высокодисперсную термоустойчивую структуру во многих конструкционных материалах [5].

В работах [7,8] было показано, что при барокриодеформировании образуются наноструктурные элементы, изменяются содержание водорода в металле и параметры акустической эмиссии (АЭ). Экспериментально обнаружено, что в нержавеющей стали возникают организованные в кластеры наноструктурные кристаллы и она приобретает после барокриодеформирования свойства сильного ферромагнетика.

В настоящей работе рассмотрены механические и акустические свойства сплава ВТ1-0 и содержание в нем водорода с разными энергиями связи в зависимости от условий экструдирования.

Пластическое деформирование заготовок технического титана ВТ1-0 проводилось по трем режимам: I — при комнатной температуре по схеме рис. 1, b; II — при 77 К по схеме рис. 1, b; III — при 77 К по схеме рис. 1, c(с применением противодавления 4 kbar).

Из полученных экструдатов были изготовлены образцы в виде таблеток толщиной 0.8–1 mm и диаметром 3–4 mm. Как и таблетка из исходного титана, они были механически отполированы до получения ровной бле-



**Рис. 2.** Пределы текучести (*a*) и прочности (*b*) технического титана ВТІ-0 после БКД со степенью  $\delta$ , полученного экструдированием по режимам: І (при 300 K) — кривая *1*, ІІ (при 77 K) — кривая *2* и ІІІ (при 77 K по схеме с противодавлением) — кривая *3*.



**Рис. 3.** Количество экстрагированного водорода при нагреве титана ВТ1-0 после БКД со степенью  $\delta$ , полученного экструдированием по режимам: І (при 300 K) (*a*), ІІ (при 77 K) (*b*) и ІІІ (при 77 K по схеме с противодавлением) (*c*). Обозначения кривых приведены на легенде в поле графиков.

стящей поверхности. Вначале все образцы подвергали индентированию с записью сигналов АЭ, а затем в этих же образцах измеряли содержание водорода.

Были измерены пределы текучести ( $\sigma_{0.2}$ ) и прочности ( $\sigma_b$ ) получаемого материала для каждого режима (рис. 2).



**Рис. 4.** Содержание водорода в титане ВТ1-0 после БКД со степенью  $\delta$  (кривые Н) и количество сигналов АЭ (кривые AE) при индентировании образцов материала, полученного по режимам I (*a*), II (*b*) и III (*c*).

Инициирование АЭ осуществлялось путем внедрения твердосплавного конического индентора на механической испытательной машине ИМ-4А. Максимальная нагрузка на индентор составляла 1000 N.<sup>1</sup> Для регистрации и преобразования АЭ-сигналов в электрические применяли датчик АЭ MSAE-L2 и усилитель MSAE-FA010 с общим усилением 87 dB.

Измерение концентрации водорода и разделение его по энергиям связи проводилось методом высокотемпературной вакуумной экстракции при помощи анализатора водорода AB-1. Анализировалось количество экстрагированного водорода при последовательном нагреве титановых образцов до температур 200, 350, 450, 500, 550, 700 и 850°C (рис. 3). При нагреве образцов сначала выделяется водород, адсорбированный на поверхности исследуемого образца (при нагреве до 200°С). При температурах 350–550°С выделяется диффузноподвижный водород (с низкими энергиями связи), и при температурах выше 550°С выделяется сильно связанный водород (с наибольшими энергиями связи).

Подробно методика измерения водорода и способы анализа параметров сигналов АЭ описаны в [7].

На рис. 3 представлены термодиффузионные спектры экстракции водорода для всех рассмотренных образцов.

Видно, что при всех схемах экструдирования наибольшее количество водорода выделяется при высоких температурах нагрева, т.е. водород в рассматриваемом материале содержится в основном в сильно связанном состоянии (с энергиями связи порядка 1.4 eV).

Понижение температуры экструдирования до 77 К (режим II) приводит к практически равной концентрации водорода во всех изученных образцах (рис. 3, *b*).

Применение противодавления (режим III) резко увеличивает общее содержание водорода в титане при небольших (до 40%) степенях деформации (рис. 3, *c*).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Обычно изменение пластичности металлов исследуют с нагрузками 1–10 N. В рассматриваемом случае необходимое для регистрации АЭ число дислокаций при таких нагрузках не достигается. Поэтому авторы используют макротвердость и рассматривают корреляцию между АЭ и влиянием концентрации водорода на деформационные процессы применительно к макрообъему.



**Рис. 5.** Спектральные портреты сигналов АЭ при индентировании технического титана ВТ1-0 после БКД со степенью  $\delta$ , полученного экструдированием по режимам I (*a*), II (*b*) и III (*c*). Обозначения кривых приведены на легенде в поле графиков. Кривая  $\delta = 0\%$  соответствует материалу в исходном состоянии.



**Рис. 6.** Средние энергии (*a*) и медианные частоты (*b*) сигналов АЭ при индентировании технического титана ВТ1-0 после БКД со степенью δ, полученного по режимам I, II и III. Обозначения режимов приведены на легенде в поле графиков.

Этот эффект можно было бы объяснить большей дефектностью получаемой структуры. Но данные механических испытаний, наоборот, демонстрируют увеличение приделов текучести и прочности при таком способе экструдирования. Этот факт можно объяснить только за счет увеличения объема ловушек водорода при всестороннем сжатии. По аналогии с нержавеющими сталями, для которых были проведены комплексные микроскопические исследования [7], можно предположить, что при барокриодеформировании титанового сплава в нем образуются ультрамелкодисперсные упорядоченные структуры. Общее число зарегистрированных сигналов АЭ (кривые AE на рис. 4, a-c) было минимальным для образцов титана после БКД при 77 К (*b*), мало изменялось для титана после БКД с противодавлением (*c*) и во всех случаях обнаруживало явную корреляцию с содержанием водорода в материале. Увеличение концентрации водорода приводило к подавлению АЭ.

Анализ сигналов акустической эмиссии показал, что спектральные портреты (усредненные кривые спектральной плотности мощности) для всех рассмотренных случаев деформации очень похожи на спектр исходного материала (кривая  $\delta = 0\%$  на рис. 5, *a*). Общей закономерностью является снижение высоты пиков с увеличением степени деформации.

Деформирование при криогенных температурах (режимы II и III) приводит к уменьшению энергии и медианной частоты (частоты, делящей площадь под кривой спектральной плотности пополам) сигналов АЭ (рис. 6). Это явление отмечалось еще в работах [7,8], но пока так и не получило объяснения. С увеличением степени деформации для всех рассмотренных режимов деформации уменьшается средняя энергия сигналов АЭ и увеличение медианных частот. Представляется естественным связать это с повышением дисперсности формирующейся структуры. Об этом же свидетельствует прежде всего хорошая корреляция между концентрацией водорода и параметрами акустической эмиссии. С изменением структуры связаны изменения в распределении водорода по энергиям связи и в объеме образца. Полученные данные позволяют предположить, что его ловушки в титановом сплаве связаны именно с межзеренными границами. Чем мельче зерно, тем больше объем границ. Анализ экспериментальных данных по концентрации водорода показывает, что характерный размер структурных элементов не монотонно связан со степенью деформации. Можно предположить, что степень пластической деформации порядка 40% является предельной, при более сильном деформировании уменьшается количество малых структурных элементов, они начинают укрупняться.

Для сигналов акустической эмиссии в обычных сталях характерна монотонно возрастающая зависимость от концентрации водорода. Это объясняется, в том числе и образованием индуцированных водородом трещин. Уникальность полученных данных состоит в том, что наблюдается убывающая зависимость (рис. 4). Такая зависимость также может быть связана с тем, что вместо роста трещин при барокриодеформировании происходит активное двойникование, приводящее к значительному уменьшению характерного размера зерна и увеличению объема межзеренных границ, которые осуществляют демпфирование высокочастотных сигналов АЭ.

Сопоставление всех данных показывает, что физическое запирание водорода внутри титанового сплава во время всестороннего сжатия (режим III) приводит к большему измельчению структуры и увеличению связанных с таким измельчением пределов прочности и текучести.

## Заключение

Таким образом, применение криогенных температур при экструдировании технического титана ВТ1-0 позволяет получить материал с улучшенными механическими характеристиками.

Установлена корреляция между характерным размером структурных элементов, концентрацией водорода и степенью деформации.

Противодавление увеличивает содержание водорода в металле, особенно при небольших степенях деформации, что может говорить о большей эффективности такого деформирования с точки зрения измельчения структуры титанового сплава. Об этом свидетельствуют увеличение предела текучести и степени пластической деформации, которое наблюдается у образцов, полученных с помощью противодавления.

С другой стороны, большие концентрации водорода могут сыграть отрицательную роль с точки зрения критериев разрушения, особенно при циклических нагрузках.

Полученные экспериментальные данные позволяют сделать вывод о том, что растворенный в металле водород облегчает образование ультрамелкодисперсной структуры. Таким образом, контролируемое наводораживание титана может способствовать его наноструктурированию при барокриодеформировании.

Сопоставление всех полученных результатов выявило корреляцию акустических параметров с содержанием водорода при всех режимах деформирования и подтвердило широкие возможности методики, совмещающей измерения концентрации водорода, метод акустической эмиссии и индентирования, для оценки свойств материалов, получаемых различными способами.

## Список литературы

- [1] Верещагин Л.Ф. Избранные труды. Твердое тело при высоких давлениях. М.: Наука, 1981. 386 с.
- [2] Огибалов П.М., Кийко И.А. Очерки по механике высоких параметров. М.: Изд-во МГУ, 1966. 272 с.
- [3] Береснев Б.И., Верещагин Л.Ф., Рябинин Ю.Н., Лившиц Л.Д. Некоторые вопросы больших пластических деформаций металлов при высоких давлениях. М.: Изд-во АН СССР, 1960. 80 с.
- [4] Стародубов Я.Д., Хаймович П.А. // Проблемы прочности. 1975. Вып. 10. С. 116–117.
- [5] *Хаймович П.А.* На пути к барокриодеформированию металлов / В кн. Перспективные материалы. Т. III. 2009. С. 363–406.
- [6] Хаймович П.А. Матер. V Междунар. науч. конф. "Прочность и разрушение материалов и конструкций" 12–14 марта 2008 г. Оренбург. Т. 1. С. 33–2008.
- [7] Черняева Е.В., Полянский А.М., Полянский В.А., Хаймович П.А., Яковлев Ю.А., Мерсон Д.Л. // ЖТФ. 2010. Т. 80. Вып. 7. С. 143–146.
- [8] Черняева Е.В., Хаймович П.А, Полянский А.М., Полянский В.А., Мерсон Д.Л., Замлер Е.Г., Яковлев Ю.А. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 4. С. 131–134.