

05

Исследование влияния дефектной структуры на статическую и длительную прочность субмикроструктурного титана VT1-0, полученного после пластической деформации при винтовой и продольной прокатках

© В.И. Бетехтин,¹ Ю.П. Колобов,^{2,3} V. Sklenicka,⁴ А.Г. Кадомцев,¹ М.В. Нарыкова,¹ J. Dvorak,⁴
Е.В. Голосов,³ Б.К. Кардашев,¹ И.Н. Кузьменко²

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

² Научно-образовательный центр „Наноструктурные материалы и нанотехнологии“
Белгородского государственного университета,
308034 Белгород, Россия

³ Институт проблем химической физики РАН,
142432 Черноголовка, Московская обл., Россия

⁴ Institute of Physics of Materials AS CR,
Brno, Czech Republic
e-mail: vladimir.betekhtin@mail.ioffe.ru

(Поступило в Редакцию 29 апреля 2014 г.)

Выявлено и проанализировано влияние нанопористости и высокодисперсных частиц карбидов, образовавшихся в процессе винтовой и продольной прокаток титана VT1-0, на характеристики его механической и частично термической устойчивости.

Введение

Исследование высокопрочных наноструктурированных (НС) и субмикроструктурных (СМК) материалов является одним из актуальных направлений современного материаловедения. Для получения таких материалов используют обычно различные способы больших пластических деформаций (БПД) в квазигидростатических условиях (например, равноканальное угловое пресование, экструзию и др.) [1–3]. В последние годы было показано, что одним из эффективных и практически целесообразных способов БПД является пластическая деформация методом винтовой (в сочетании с продольной) прокатки [4–6]. Согласно результатам исследований, опубликованным в работах [4–6], использование этого метода позволяет получить широкую номенклатуру изделий (листы, пластины, прутки и др.) с субмикроструктурной структурой и, как следствие, высокими механическими свойствами.

Хорошо известно, что сформированная НС- и СМК-структура характеризуется неравновесным состоянием. В связи с этим для их практического использования является необходимым получение данных о механической и термической устойчивости таких материалов.

Для исследования механической и частично термической стабильности НС- и СМК-материалов в настоящей работе был выбран технически чистый титан, который в силу сочетания высокой удельной прочности и коррозионной стойкости находит в настоящее время широкое практическое применение.

Изучались характеристики длительной и для сравнения статической прочностей (долговечность при испытании в режиме усталости и ползучести, предел текучести, прочности, микротвердость, модуль Юнга) МКС-титана, полученного при винтовой и продольной прокатках. Оценивалось также влияние дефектной структуры на его термическую устойчивость.

Материал и экспериментальные методы

В работе исследовались две партии титана VT1-0 (партия А и партия В). Суммарное содержание примесей (С, N, Fe, O, H, Al, Si) в обеих партиях было примерно одинаково и составляло ~ 0.3 wt.%. Основное отличие исследуемых партий заключалось в том, что, как показал проведенный микроанализ, в партии А содержание углерода было в ≈ 2 раза меньше, чем в партии В. Режим БПД для обеих партий был одинаков: поперечно-винтовая прокатка от диаметра 30 mm до диаметра 20 mm за один проход при 673 K; продольная прокатка при 673 K до диаметра 12 mm; поперечно-винтовая прокатка при комнатной температуре до диаметра 8 mm. Полученные образцы диаметром 8 mm в субмикроструктурном состоянии для снятия внутренних напряжений отжигались при 623 K в течение 3 h.

Структурные исследования проводились с использованием растрового электронного микроскопа (Quanta 600 FEG) с полевой эмиссией и просвечивающего электронного микроскопа Теспаі G2 F20 с полевой эмиссией. При исследовании с использованием растровой электронной

микроскопии съемку проводили в режиме обратно-рассеянных электронов. Средний размер зерна в каждом образце определяли по результатам измерения более 100 отдельных зерен методом секущей в направлении, перпендикулярном плоскости прокатки. Часть структурных исследований проводилось с помощью просвечивающего электронного микроскопа (Philips CM 12).

Механические испытания на растяжение проводили при комнатной температуре на установке Instron 5882 со скоростью деформации 1.5 mm/min. Использовались круглые образцы диаметром 4 mm и длиной рабочей части 25 mm. Для определения модуля Юнга (E) деформация образцов на начальной стадии деформационной кривой измерялась тензометром. По результатам испытания определяли предел текучести (σ_S), предел прочности (σ_B), модуль Юнга и максимальное удлинение до разрыва (ϵ). Для испытания на усталость при изгибе с вращением использовалась высокоскоростная машина Р.Р. Мура Instron RRM-A2. Частота вращения составляла 50 Hz, исследовались образцы с имитирующим резьбовую канавку V-образным надрезом радиусом 0.5 mm у основания. Для определения предела выносливости строились кривые усталости (кривые Веллера) с оценкой ограниченной выносливости при 10^7 циклах. Испытания в режиме ползучести проводились при растяжении в диапазоне постоянных напряжений 150–300 МПа и температуре 673 К. Плоские образцы имели длину рабочей части 25 mm и площадь поперечного сечения 3 mm². При испытании в условиях ползучести определялось время до разрушения (долговечность).

Изучение упруго-пластических свойств проводилось акустическим резонансным методом составного пьезоэлектрического вибратора при продольных колебаниях на частоте около 100 kHz, при этом измерение модуля Юнга и амплитудно-независимого декремента (δ) проводилось в широком диапазоне деформаций, при котором плотность дислокаций после акустического воздействия не менялась [7]. При достаточно больших деформациях в этом диапазоне возникает амплитудно-зависимое поглощение, что позволяет оценить микропластические свойства в координатах „напряжение–неупругая деформация“ и определить условный предел микропластичности (σ_A) [8].

Определение плотности и ее изменения после БПД проводилось с помощью прецизионного метода гидростатического взвешивания, относительная погрешность измерения не превышала 10^{-4} . Модифицированным методом рентгеновского рассеяния в области сверхмалых углов (МРР) определялись размеры неоднородностей электронной плотности (неметаллических включений, нанопор и др.), возникающие при БПД. Для выяснения природы этих неоднородностей и оценке после этого их концентрации изучалось МРР до и после воздействия на образцы высокого (до 1 GPa) гидростатического давления, которое интенсивно влияет именно на неоднородности пониженной плотности (например, нанопоры), за счет их залечивания [9,10].

Результаты исследований и их анализ

Характерная микроструктура образцов титана двух партий после винтовой и продольной прокаток представлена на рис. 1. Видно, что в результате БПД в партиях А и В сформировалось достаточно однородное субмикроструктурное состояние, при этом, как показал металлографический анализ, средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры в партиях А и В практически одинаков и составляет 0.18 ± 0.01 и $0.19 \pm 0.06 \mu\text{m}$ соответственно. При этом размеры элементов структуры в партии А изменяются в пределах от 0.07 до 0.35 μm , а в партии В от 0.07 до 0.47 μm , т.е. степень однородности структуры в партии А несколько выше, чем в партии В.

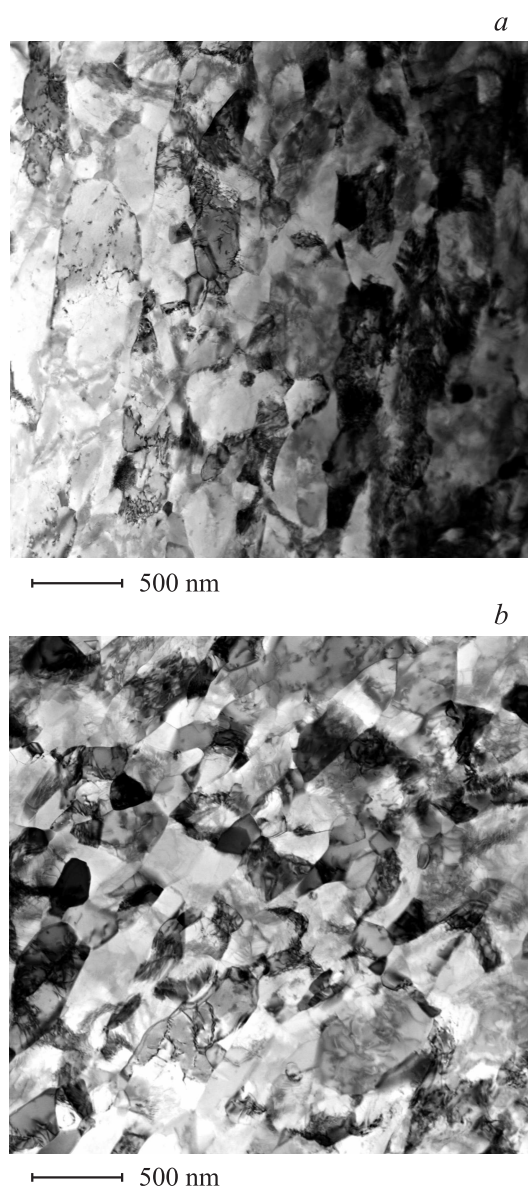


Рис. 1. Микроструктура титана VT1-0 после винтовой и продольной прокаток: а — партия А, б — партия В.

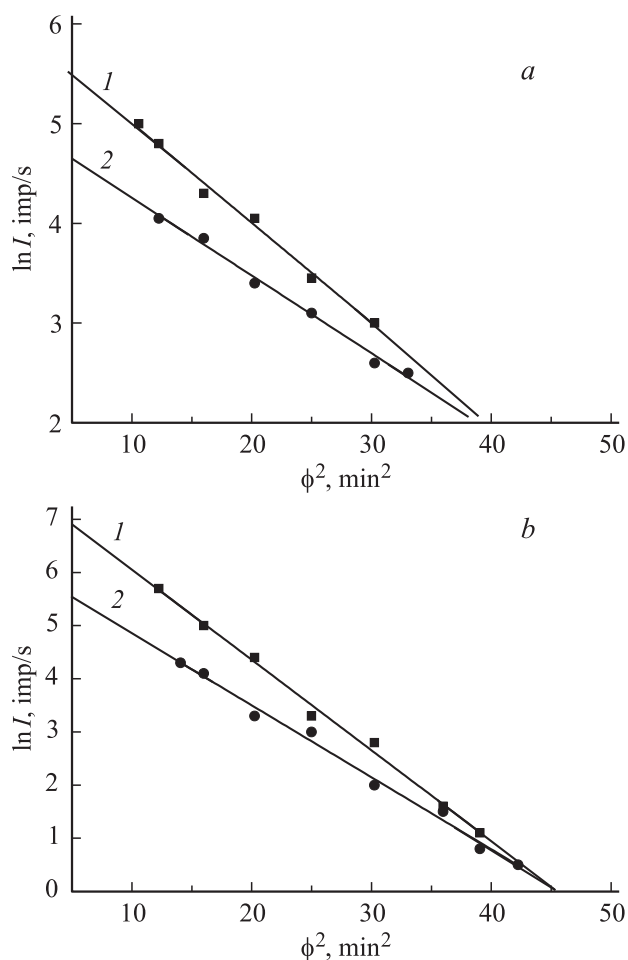


Рис. 2. Зависимость интенсивности рентгеновского рассеяния от его угла: *a* — партия А до (1) и после (2) воздействия гидростатического давления; *b* — партия В до (1) и после (2) воздействия гидростатического давления.

Тщательные, проведенные с большой статистикой измерения плотности образцов А и В (было измерено по 20 образцов каждой партии) показали следующее. Плотность образцов партии А составляет $4.5026 \pm 0.0007 \text{ g/cm}^3$, а партии В — $4.4930 \pm 0.0008 \text{ g/cm}^3$. Это свидетельствует о том, что степень „разрыхленности“, определяемая в том числе уровнем нанопористости, образцов партии В выше, чем партии А.

Исследования, проведенные методом МРР на образцах двух партий титана, подвергнутых БПД до и после воздействия на них высокого (1 GPa) гидростатического давления, позволили получить следующие результаты. На рис. 2 (кривая 1) в координатах $\ln I - \varphi^2$ показана обработанная (согласно [11]) зависимость интенсивности (I) малоуглового рентгеновского рассеяния от его угла (φ) для партии А и В.

Нетрудно убедиться, что наклоны указанных зависимостей, связанные с размером рассеивающих неоднородностей, близки; оценка исходя из [11] показала,

что средний размер для серии А $\approx 12\text{--}16 \text{ nm}$, а для серии В $\approx 15\text{--}17 \text{ nm}$. В то же время концентрация неоднородностей, которая и определяет интенсивность рассеяния, как видно из рис. 2, в партии В существенно выше, чем в партии А.

Проанализируем связь полученных данных с результатами структурных исследований. Ранее было показано, что размеры нанопор [10] и карбидов титана [12–14], которые образуются в ВТ1-0 после аналогичного режима винтовой и продольной прокатки, составляют $\approx 5\text{--}20 \text{ nm}$. Это согласуется с результатами настоящей работы. Более высокую концентрацию неоднородностей разной природы в партии В можно объяснить, очевидно, следующим. В партии В, как уже отмечалось, концентрация углерода заметно выше, чем в партии А. Это обстоятельство и может способствовать более высокой концентрации карбидов. В свою очередь более высокая концентрация карбидов и других неметаллических включений ведет к более интенсивному порообразованию как в процессе винтовой и продольной прокатки, так и при других видах БПД, например, при равноканальном угловом прессовании [15]. На повышенную концентрацию пор в партии В указывает и ее большая „разрыхленность“, т.е. более низкая по сравнению с партией А плотность. В пользу вышесказанного свидетельствуют полученные в работе данные о влиянии на интенсивность рассеяния партий А и В высокого гидростатического давления.

Видно (рис. 2, кривые 2), что после действия давления интенсивность рассеяния в обеих партиях уменьшилась, при этом в партии В падение интенсивности больше, чем в партии А. В партиях А и В уменьшились также наклоны зависимостей $\ln I - \varphi^2$ (и, следовательно, размеры рассеивающих неоднородностей).

Анализ структурных и рентгеновских данных свидетельствует о том, что в качестве рассеивающих неоднородностей могут выступать две, разные по электронной плотности, фракции: карбиды и нанопоры. Логично допустить, что эти рассеивающие неоднородности могут представлять комплексы из карбидов и примыкающих к ним нанопор. Под действием высокого давления параметры карбидов (их размеры и концентрация) практически не должны меняться, в то время как параметры нанопор, согласно [9,15], за счет их залечивания уменьшаются. Таким образом, результаты анализа влияния давления на малоугловое рассеяние подтверждают, во-первых, наличие в субмикроструктурном титане нанопор и их более высокую концентрацию в партии В. Во-вторых, не менее важным является вывод о наличии в титане наноразмерных неметаллических включений типа карбидов, концентрация которых из-за повышенного содержания углерода в партии В также выше, чем в партии А.

Перейдем к рассмотрению и анализу данных механических испытаний образцов обеих партий титана. Результаты механических испытаний на растяжение представлены в табл. 1. Из таблицы видно, что формирование субмикроструктурной структуры в технически

чистом титане ВТ1-0 с использованием разработанного в [4–6] метода, который сочетает винтовую и продольную прокатки, привел к значительному (практически в 2 раза) повышению предела текучести и прочности, небольшому росту модуля и снижению пластичности. При этом, как видно из табл. 1, механические характеристики образцов партии В примерно на 10% выше, чем в партии А.

Рассмотрим результаты изучения упруго-пластических свойств титана партий А и В. На рис. 3 показаны амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ для двух партий титана. Зависимости $E(\epsilon_A)$ и $\delta(\epsilon_A)$ измерялись последовательно при увеличении

Таблица 1. Статические характеристики прочности титана партий А и В в исходном состоянии и после винтовой и продольной прокаток

№ партии	σ_B , МПа	σ_S , МПа	ϵ , %	$\sigma_{0.2}$, 10^7 МПа	E , GPa
Исходное состояние	490	376	29	—	—
Партия А	850	670	12.5	252 ± 0.3	103 ± 1.5
Партия В	905	722	10	214 ± 12	105 ± 0.8

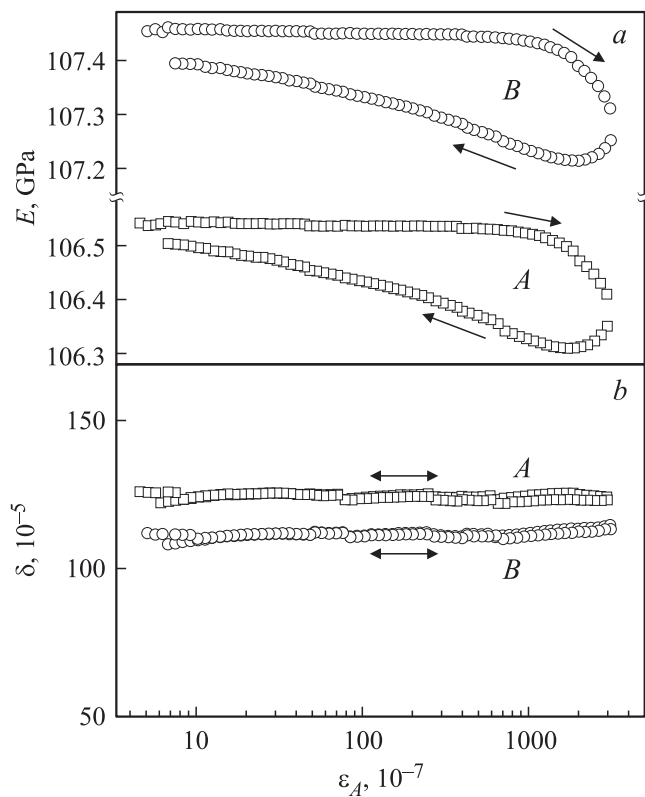


Рис. 3. Амплитудные зависимости модуля Юнга E и декремента δ двух партий субмикроструктурированного титана — А и В, измеренные последовательно при увеличении и уменьшении амплитуды ϵ_A (стрелки указывают направление изменения ϵ_A). Измерения проводились в вакууме при комнатной температуре.

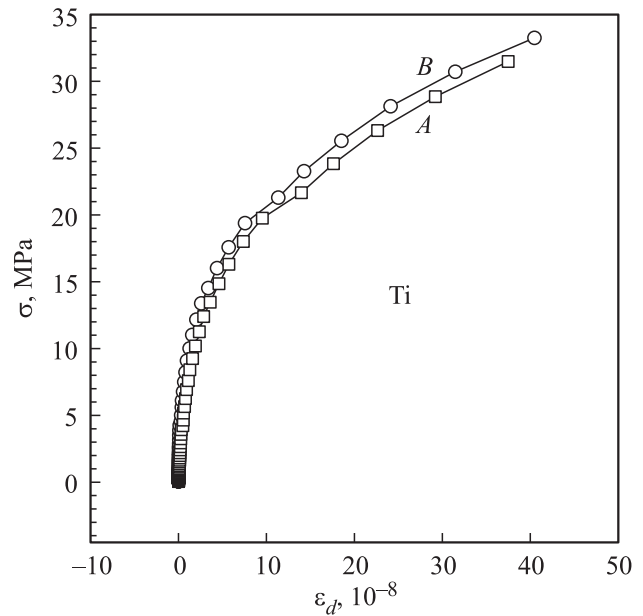


Рис. 4. Диаграммы „напряжение–неупругая деформация“, полученные по данным акустических измерений образцов титана партий А и В.

Таблица 2. Упруго-пластические характеристики прочности субмикроструктурированного титана партий А и В

№ партии	E_A , GPa	σ_A , МПа	δ , 10^{-5}
Партия А	106.50	22.05	125
Партия В	107.45	22.40	110

и уменьшении амплитуды ϵ_A . Видно, что для модуля упругости наблюдается амплитудный гистерезис: кривые, снятые при увеличении и уменьшении амплитуды, не совпадают друг с другом. На рис. 4 из зависимостей $E(\epsilon_A)$, приведенных на рис. 3 и снятых при первом увеличении амплитуды, построены диаграммы акустического деформирования $\sigma(\epsilon_d)$. Из этих диаграмм определялся условный предел микротекучести σ_A для неупругой деформации ϵ_d на уровне $2 \cdot 10^{-7}$. Численные значения E_A , σ_A , δ для образцов титана партии А и В приведены в табл. 2.

Из табл. 2 видно, что полученные с высокой точностью из акустических измерений значения модуля упругости и предела микротекучести (на базе деформации $\approx 10-100$ nm) для титана партий А и В качественно согласуются с результатами измерения модуля упругости и предела текучести при механических испытаниях. Таким образом, можно констатировать, что статические характеристики прочности титана партии В несколько выше, чем титана партии А. Возникает вопрос, с чем связаны наблюдаемые различия.

Из данных структурных исследований следует, что размеры элементов зеренно-субзеренной структуры в титане обеих партий практически одинаковы, примерно

одинакова и степень однородности структуры. При этом уровень нанопористости в титане партии *A* несколько выше, чем в партии *B*, что должно приводить даже к снижению характеристик прочности. В связи с этим можно полагать, что более высокие характеристики статической прочности титана партии *B* связаны с повышенным содержанием дисперсных частиц карбида титана в партии *B*.

Рассмотрим характеристики длительной прочности обоих партий титана и прежде всего результатов усталостных испытаний.

Для определения предела выносливости исследуемых титановых сплавов были построены кривые усталости (кривые Веллера) в полулогарифмических координатах (рис. 5). Предел ограниченной выносливости при 10⁷ циклов определяли по кривой, уравнение которой подбиралось методом наименьших квадратов по экспериментальным точкам. В результате установлено, что величина предела выносливости для исследуемых состояний титана партий *A* и *B* равна 252 ± 0.3 и 214 ± 12 МПа соответственно.

Полученные данные свидетельствуют о том, что длительная прочность титана партии *A* (в отличие от статической) заметно (на $\approx 15\%$) выше, чем в партии *B*.

Рассмотрим результаты испытаний образцов титана при их растяжении в условиях ползучести. Основные исследования были проведены при $T = 673$ К и $\sigma = 200$ МПа, хотя интервал изученных условий испытания был более широким. В качестве типичного примера на рис. 6 показаны кривые ползучести титана партий *A* и *B*; видно, что долговечность образцов партии *B* заметно (почти в 5 раз) выше, чем образцов партии *A*. На рис. 7 приведены данные по долговечности образцов двух партий, полученных при испытании в режиме ползучести при 673 К в интервале напряжений ≈ 100 –400 МПа. Из приведенного графика наглядно видно, что во всем изученном интервале напряжений долговечность титана партии *B* заметно выше, чем в партии *A*.

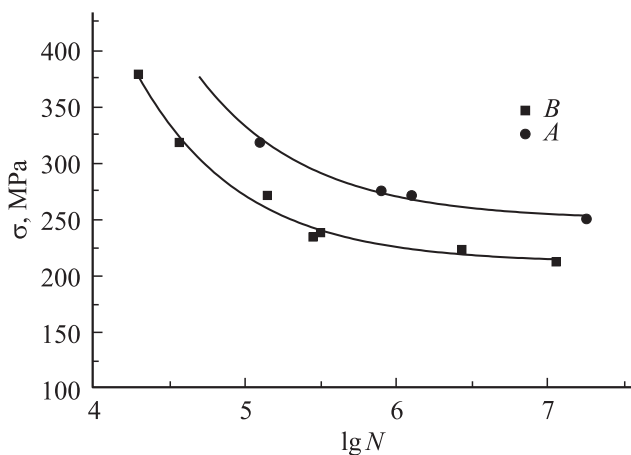


Рис. 5. Кривые усталости (кривые Веллера) в полулогарифмических координатах для титана, партии *A* и *B*.

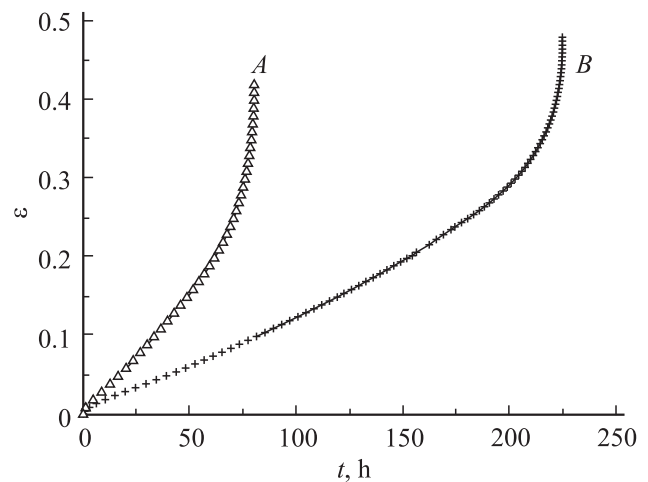


Рис. 6. Кривые ползучести для субмикроструктурного титана (партии *A* и *B*), $\sigma = 150$ МПа, $T = 673$ К.

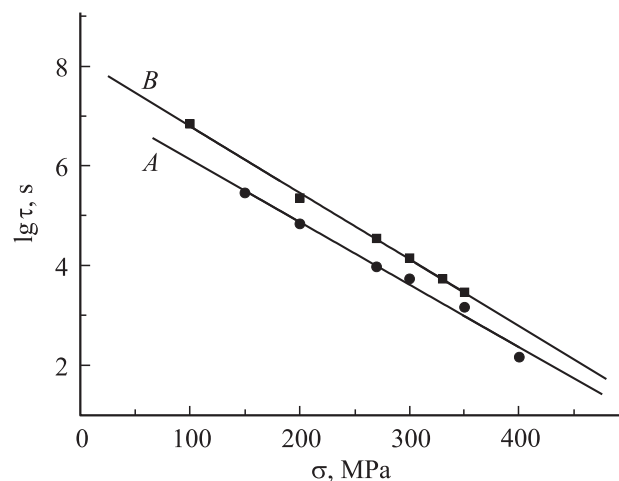


Рис. 7. Долговечности партий *A* и *B* субмикроструктурного титана; $T = 673$ К.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что длительная прочность двух партий субмикроструктурного титана ВТ1-0, полученного методом винтовой и продольной прокатки, зависит от условий нагружения: при усталостных испытаниях она выше у партии *A*, а при растяжении в условиях ползучести она (как и статическая прочность) выше у партии *B*.

Учитывая, что обе партии титана получены по одинаковому режиму БПД и имеют практически одинаковую структуру, обнаруженное различие статических и длительных характеристик прочности обусловлено, очевидно, особенностями таких характеристик их дефектной структуры, как нанопористость и наличие неметаллических дисперсионных включений типа карбидов.

Известно, что усталостные характеристики особенно чувствительны к микроскопическим концентраторам напряжений, сформировавшимся в процессе БПД [16] (в нашем случае — винтовой и продольной прокатке).

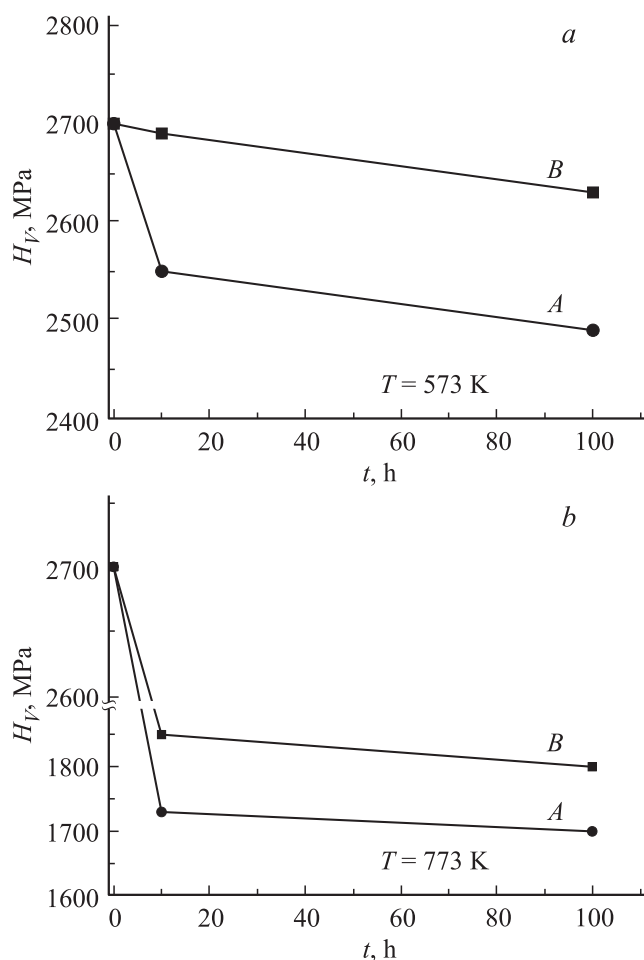


Рис. 8. Зависимость микротвердости титана от длительности отжига двух партий (A и B) при $T = 573$ (a) и $T = 773$ К (b).

В качестве таких концентраторов в образцах титана могут выступать нанопоры, количество которых в образцах партии B больше, чем в партии A. Это, вероятно, и ведет к более низкому пределу выносливости у образцов этой партии.

При статических же испытаниях и растяжениях в условиях высокотемпературной ползучести негативное влияние нанопористости может, вероятно, полностью перекрываться упрочнением за счет наличия мелкодисперсных включений (карбидов). Последнее и определяет более высокие характеристики статической и длительной (при ползучести) прочностей титана партии B. Отметим, что этот же фактор влияет и на модуль упругости, который, в частности, зависит и от фазового состава [17].

Для неравновесных по своей природе наноструктурных материалов важное значение имеет не только их механическая, но и термическая устойчивость.

В настоящей работе исследовалось влияние температуры и времени ее действия на микротвердость образцов титана двух партий (рис. 8).

Из рис. 8 видно, что микротвердость образцов партии B при нагреве уменьшается на 8–10% меньше, чем в партии A. Полученный результат естественно можно связать с более высокой концентрацией карбидов в партии B, которые тормозят рост зерен, повышая термическую устойчивость [12–14].

Заключение

1. Определено влияние дефектной структуры на характеристики статической и длительной прочностей технической чистого титана BT1-0 в субмикроструктурном состоянии, полученном воздействием больших пластических деформаций методом, сочетающим винтовую и продольную прокатки.

2. Сделан вывод, что образование высокодисперсных частиц карбидов ведет к повышению предела текучести, прочности, модуля Юнга, долговечности при растяжении в режиме высокотемпературной ползучести, а также термостабильности высокопрочного субмикроструктурного титана.

3. Образование в процессе прокатки нанопористости способствует снижению долговечности в процессе усталостных испытаний при комнатной температуре, понижая предел выносливости субмикроструктурного титана.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ (договор № 02.G25.31.0103) и РФФИ (№ 13-02-00054, 13-02-01107).

Список литературы

- [1] Сегал М., Резник В.И., Дробышевский А.Е., Копылова 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] Иванов М.Б., Пенкин А.В., Колобов Ю.Р., Голосов Е.В., Нечаенко Д.А. // Деформация и разрушение материалов. 2010. № 9. С. 13–18.
- [5] Kolobov Yu.R. // Nanotech. Russia. 2009. Vol. U11–12. P. 758–775.
- [6] Иванов М.Б., Колобов Ю.Р., Голосов Е.В., Кузьменко И.Н., Вейнов В.П., Нечаенко Д.А., Кунгурцев Е.С. // Российские нанотехнологии. 2011. Т. 6. № 5–6. С. 108–114.
- [7] Никаноров С.П., Кардашев Б.К. Упругость и дислокационная неупругость кристаллов. // М.: Наука, 1985. 254 с.
- [8] Бетехтин В.И., Кардашев Б.К., Кадомцев А.Г. // ФТТ. 2006. Т. 48. Вып. 8. С. 1421–1426.
- [9] Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Sklenicka V., Saxl I. // ФТТ. 2007. Т. 49. Вып. 10. С. 1787–1790.
- [10] Бетехтин В.И., Колобов О.Р., Нарыкова М.В., Кардашев Б.К., Голосов Е.В., Кадомцев А.Г. // ЖТФ. 2011. Т. 81. Вып. 11. С. 58–62.
- [11] Guinier A., Fournet G. Small-angle scattering of X-rays. NY: J. Wiley, 1955. 263 p.

- [12] Колобов О.Р., Липницкий А.Г., Иванов М.Б., Неласов И.В., Манохин С.С. // Изв. вузов. Физика. 2011. № 8. С. 77–95.
- [13] Иванов М.Б., Манохин С.С., Нечаенко Д.А., Колобов Ю.Р. // Известия высших учебных заведений. Физика. 2011. Т. 54. № 7. С. 19–25.
- [14] Манохин С.С. Закономерности фазовых и структурных превращений в нелегированном титане ВТ1-0. Автореф. дисс. канд. физ.-мат. наук. Белгород, 2012. 19 с.
- [15] 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.
- [16] Виноградов А.Ю., Хасимото С. // Металлы. 2004. № 1. С. 51–62.
- [17] Chaim R., Hefetz M.J. // J. Mater. Sci. 2004. Vol. 39. P. 3057–3063.