

05

## Влияние температуры деформации в камере Бриджмена на особенности формирования дефектной структуры технически чистого титана

© Н.А. Шурыгина<sup>1</sup>, А.М. Глезер<sup>1,2,¶</sup>, Д.Л. Дьяконов<sup>1</sup>,  
А.А. Томчук<sup>1,3</sup>, А.Г. Кадомцев<sup>4</sup>, М.В. Нарыкова<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии им. И.П. Бардина, Москва, Россия

<sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет „МИСиС“, Москва, Россия

<sup>3</sup> Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана, Москва, Россия

<sup>4</sup> Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия

¶ E-mail: a.glezer@mail.ru

Поступило в Редакцию 28 мая 2018 г.

Методом просвечивающей электронной микроскопии установлено образование в структуре  $\alpha$ -фазы после кручения под высоким гидростатическим давлением при комнатной и криогенной температурах областей структуры, соответствующих деформационным фрагментам и динамически рекристаллизованным зернам. Показана применимость к описанию дефектных структур модели „двухфазной смеси“.

DOI: 10.21883/PJTF.2018.20.46808.17409

Повышение прочности чистых металлов, в том числе титана, до уровня прочности сильно легированных сплавов возможно путем различных экстремальных воздействий на объемный материал. К таким воздействиям можно отнести большую пластическую деформацию и деформирование при низких (криогенных) температурах.

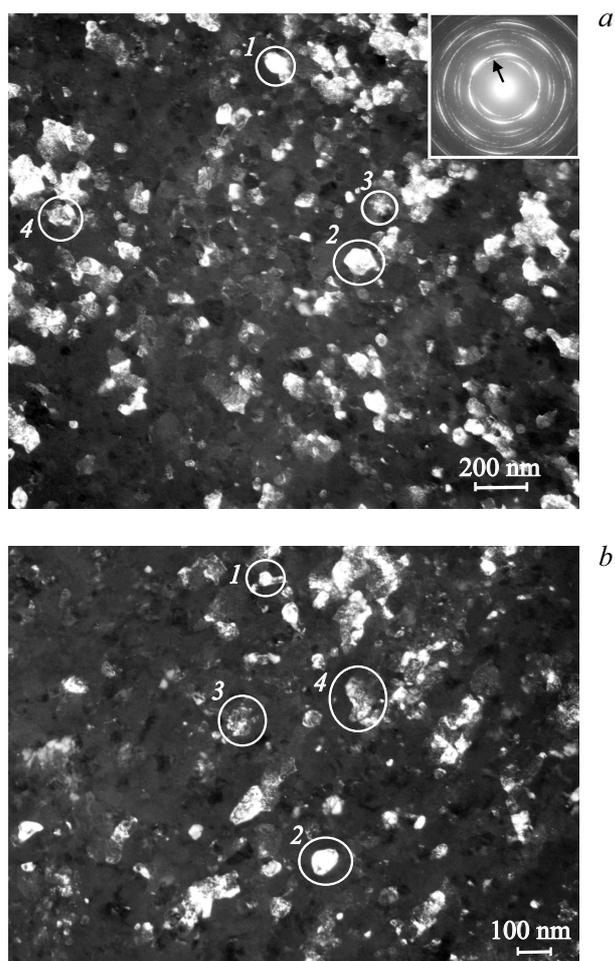
Один из распространенных способов создания больших степеней деформации — кручение под высоким давлением (КВД) в камере Бриджмена [1]. Особенностью больших пластических деформаций ме-

таллов и сплавов является образование фрагментированных структур с субмикронным размером сильно разориентированных фрагментов [2], а также одновременное протекание динамических рекристаллизационных процессов при комнатных температурах [3].

В настоящее время нет надежных литературных данных, касающихся сравнительного статистического анализа эволюции дефектной структуры поликристаллического титана в процессе КВД при различных (комнатных и криогенных) температурах. Интерес к исследованию структурных превращений в титане и его сплавах при низких температурах обусловлен востребованностью высокопрочных титановых сплавов в авиа- и космической отраслях.

Целью настоящей работы является детальное изучение эволюции дефектной структуры поликристаллического  $\alpha$ -Ti под воздействием КВД в камере Бриджмена при различных величинах и температурах деформации с использованием статистического анализа темнопольных электронно-микроскопических изображений. В качестве материала для исследования был выбран технически чистый титан ВТ1-0 ( $\alpha$ -фаза), в котором на процессы структурообразования при пластической деформации в минимальной степени влияют атомы примесей или избыточные фазы. Образцы в виде пластин толщиной  $50\ \mu\text{m}$  были подвергнуты деформации КВД ( $P = 6\ \text{GPa}$ ) в камере Бриджмена при комнатной температуре (293 К) и температуре кипения жидкого азота (77 К) со скоростью вращения подвижного бойка 1 грп при числе оборотов подвижной наковальни  $N = 1/4, 1/2, 1, 2, 3$  и  $4$ , что соответствовало интервалу значений истинных деформаций  $e = 5.5\text{--}8.3$  [1]. Структурные исследования проводились с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM 200СХ при ускоряющем напряжении 160 кV. Все исследования локальной структуры выполнялись в областях, примерно соответствующих половине радиуса дискообразных образцов.

Микроструктура титана после КВД при 293 и 77 К представляет собой смесь  $\alpha$ - и  $\omega$ -фаз. Участки  $\omega$ -фазы имеют неправильную форму с характерным полосчатым контрастом внутри частиц [4]. При детальном электронно-микроскопическом анализе микроструктуры  $\alpha$ -Ti на всех стадиях КВД при различных температурах деформации нами обнаружено, что на темнопольных изображениях четко выявляются отдельные зерна, имеющие форму почти правильных шестиугольников (зерна 1 и 2 на рис. 1, а). Внутри этих зерен плотность дислокаций



**Рис. 1.** Темнопольное электронно-микроскопическое изображение структуры  $\alpha$ -Ti и соответствующая микроэлектроннограмма после КВД ( $N = 4$ ) при различных температурах деформации.  $T, K$ :  $a$  — 293,  $b$  — 77. Стрелкой указан действующий рефлекс  $(100)\alpha$ . 1, 2 — рекристаллизованные зерна, 3, 4 — дислокационные фрагменты.

низкая, что, очевидно, свидетельствует о том, что они сформировались в результате динамической рекристаллизации в процессе КВД. Такого рода рекристаллизация, обозначаемая как непрерывная [5], может быть рассмотрена как релаксационный процесс в условиях значительных градиентов упругих напряжений внутри деформационных фрагментов [6]. Такие рекристаллизованные зерна наблюдаются нами в  $\alpha$ -Ti даже после КВД в условиях криогенных температур (зерна 1 и 2 на рис. 1, b).

В то же время некоторые участки структуры на темнопольных снимках (зерна 3 и 4 на рис. 1, a, b) следует отнести к так называемым деформационным фрагментам. Они имеют неправильную форму, сильно искаженные приграничные области обнаруживают высокую плотность дислокационной структуры и значительные внутризеренные разориентировки. Это, безусловно, свидетельствует об их деформационном происхождении в результате деформационной фрагментации [2].

В работе [7] для объяснения специфики структуры, формирующейся при КВД, была предложена модель „двухфазной смеси“. Суть этой модели заключается в том, что структура материала, формирующаяся при КВД, состоит как бы из двух „фаз“: деформационных фрагментов, образовавшихся в результате дисклинационно-дислокационных перестроек в процессе пластического течения, и динамически рекристаллизованных зерен, возникших как реализация дополнительного эффективного канала релаксации упругой деформации по механизму непрерывной низкотемпературной рекристаллизации.

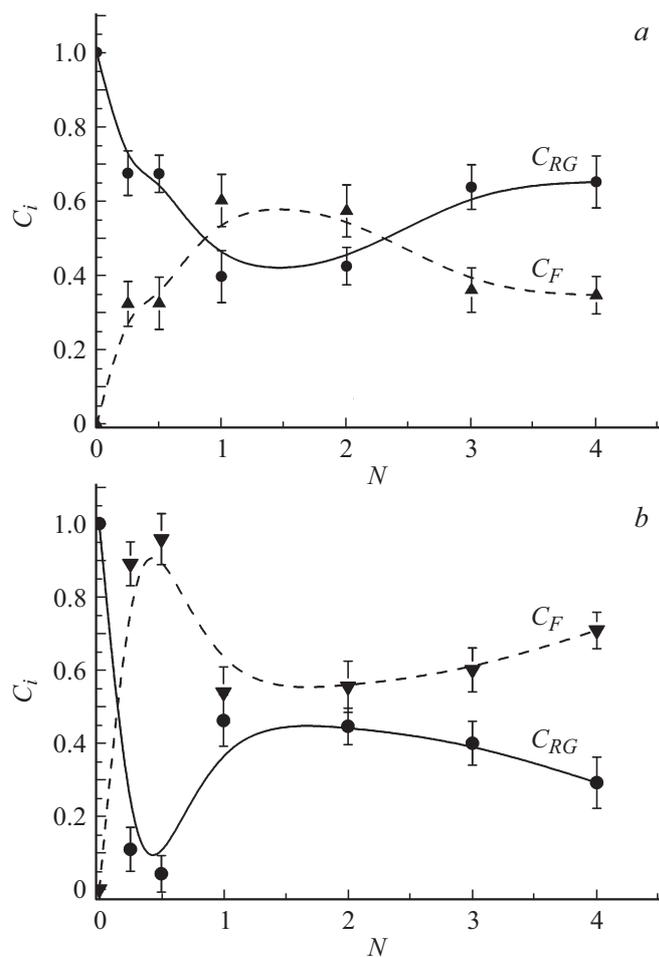
В связи с этим довольно интересным и важным представляется вопрос о том, какими структурными параметрами могут быть охарактеризованы эти „фазы“ в зависимости от величины и температуры непрерывной деформации КВД. Для установления структурных параметров деформационных фрагментов (ДФ) и рекристаллизованных зерен (РЗ) мы воспользовались методикой, предложенной Глезером и Томчуком [7].

Каждый из двух типов структурных составляющих (ДФ и РЗ), имея различную природу образования, должен характеризоваться, очевидно, своей характерной функцией распределения по размерам этих структурных элементов. На основе данных просвечивающей электронной микроскопии были получены гистограммы распределения зерен и фрагментов по размерам как при комнатной температуре, так и при криогенной

температуре КВД. Полученные гистограммы на самом деле являются комбинированными и состоят из двух гистограмм распределения: одно распределение для ДФ, другое для РЗ.

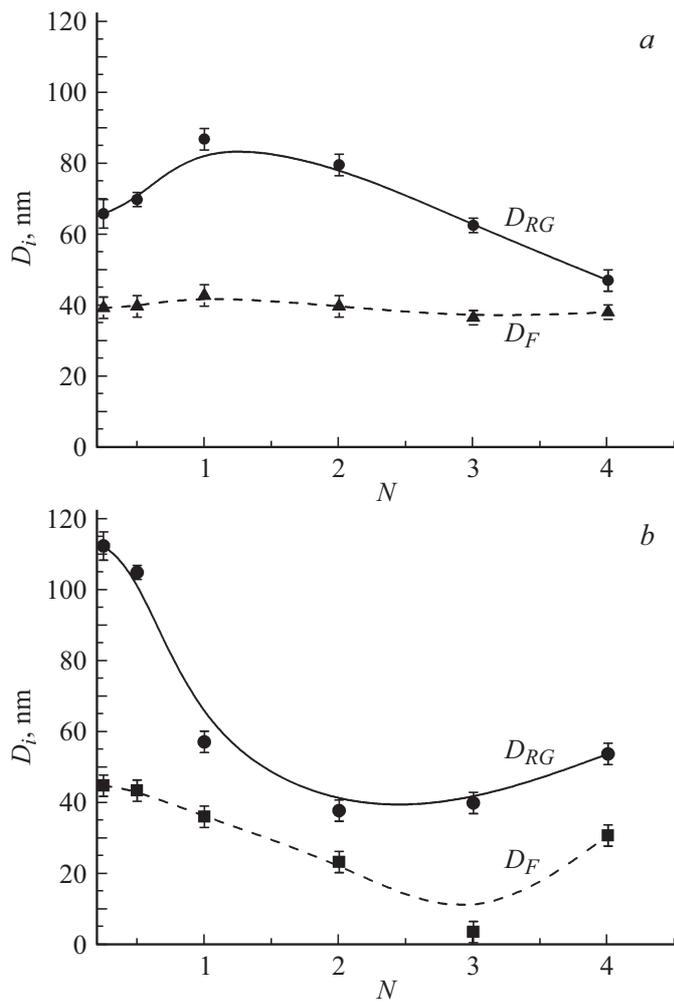
На основании расчета относительных площадей под гауссовыми распределениями были определены относительные объемные доли деформационных фрагментов  $C_F$  и рекристаллизованных зерен  $C_{RG}$  для каждого режима деформирования (рис. 2), а также средний размер областей, соответствующий фрагментам  $D_F$  и рекристаллизованным зернам  $D_{RG}$  (рис. 3). Как следует из рис. 3, *b*, в процессе КВД при 77 К наблюдается участок ( $2 < N < 4$ ) заметного снижения значения  $D_F$ , что связано, по-видимому, с затруднением в образовании ДФ в процессе мегапластической деформации. Можно предполагать, что при низкотемпературной деформации в определенной степени затрудняется протекание релаксационных процессов.

Проведенное в настоящей работе электронно-микроскопическое исследование фрагментированной структуры  $\alpha$ -фазы со всей очевидностью показало корректность описания структурных превращений на различных стадиях КВД с помощью ранее предложенной модели „двухфазной смеси“, которая реализуется в железе и его сплавах [7]. С ее помощью нам удалось проследить за эволюцией деформационных фрагментов и динамически рекристаллизованных зерен по мере роста величины деформации  $N$  при различных температурах КВД. Самым поразительным оказалось то, что непрерывная динамическая рекристаллизация в процессе КВД протекает не только при комнатных, но и при криогенных температурах деформирования (77 К). Как видно из рис. 2, *b*, при низких температурах наблюдается стадия, когда практически весь объем деформированной  $\alpha$ -фазы состоит из ДФ ( $C_F = 0.9$  при  $N = 1/2$ ), и лишь затем начинают активно протекать процессы формирования РЗ при  $N > 1/2$ . В случае КВД при 293 К динамическая рекристаллизация реализуется практически одновременно с началом процесса деформирования. При этом следует учесть, что определенный вклад в значение  $C_{RG}$  на ранних стадиях КВД вносят также исходные зерна, соответствующие недеформированному состоянию. В целом максимальная относительная доля РЗ при 77 К составляет  $C_{RG} = 0.4$ , в то время как при 293 К  $C_{RG} = 0.6$ . Вне зависимости от температуры КВД наблюдается очевидная тенденция к стабилизации относительных удельных объемов ДФ и РЗ по мере увеличения  $N$ , что,



**Рис. 2.** Относительные объемные доли РЗ и ДФ ( $C_{RG}$  и  $C_F$  соответственно) в зависимости от  $N$  при температурах КВД 293 (a) и 77 К (b).

очевидно, является следствием формирования стационарной структуры в условиях процессов, подчиняющихся законам неравновесной термодинамики [8].



**Рис. 3.** Средние размеры областей для РЗ и ДФ ( $D_{RG}$  и  $D_F$  соответственно) в зависимости от  $N$  при температурах КВД 293 (а) и 77 К (b).

Наиболее парадоксальный факт — протекание непрерывной динамической рекристаллизации при криогенных температурах дефор-

мирования — безусловно, связан с заметным выделением тепловой энергии. Мы исходим из того, что воздействие на твердое тело больших пластических деформаций следует рассматривать в рамках термодинамики неравновесных процессов как открытую механическую диссипативную систему, в которой полная механическая энергия непрерывно уменьшается или рассеивается, переходя в другие, немеханические формы энергии (упругую, химическую, тепловую и т.п.) [9]. При этом тепловая энергия является значимым каналом диссипации энергии пластической деформации в такой системе. Это приводит к кратковременному (несколько нано- или микросекунд) повышению температуры в локальных областях пластического сдвига на 500–600 К [10] и как следствие к протеканию кооперативных процессов перестройки дефектной структуры, которая ведет к появлению РЗ. Детальный структурный механизм подобной перестройки еще предстоит проанализировать в дальнейших исследованиях.

Авторы выражают благодарность РФФИ за финансовую поддержку (проекты № 18-08-00640а и 18-08-00360а). Исследование структуры титана после криогенных деформаций проводилось в рамках государственного задания Министерства образования и науки РФ № 2017/113.

## Список литературы

- [1] Zhilyaev A.P., Langdon T.G. // Prog. Mater. Sci. 2008. V. 53. N 6. P. 893–979.
- [2] Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.
- [3] Sakai T., Miura H., Goloborodko A., Sitdikov O. // Acta Mater. 2009. V. 57. N 1. P. 153–162.
- [4] Ivanisenko Yu., Kilmametov A., Rosner H., Valiev R.Z. // Int. J. Mater. Res. (formerly Z. Metallkd.). 2008. V. 99. N 1. P. 36–41.
- [5] Humphreys F.J., Hatherly M. Recrystallization and related annealing phenomena. Amsterdam: Elsevier, 2004. 574 p.
- [6] Глезер А.М. Большие пластические деформации // Основы пластической деформации наноструктурных материалов / Под ред. А.М. Глезера. М.: Физматлит, 2016. С. 206–259.

- [7] *Glezer A.M., Tomchuk A.A., Sundeev R.V., Gorshenkov M.V.* // *Mater. Lett.* 2015. V. 161. P. 360–364.
- [8] *Метлов Л.С.* Неравновесная эволюционная термодинамика и ее приложения. Донецк: Ноулидж, 2014. 176 с.
- [9] *Хаазе Р.* Термодинамика необратимых процессов. Пер. с нем. М: Мир, 1967. 545 с.
- [10] *Glezer A.M., Timshin I.A., Shchetinin I.V., Gorshenkov M.V., Sundeev R.V., Ezhova A.G.* // *J. Alloys Compd.* 2018. V. 744. P. 791–796.