

05.1

Влияние термообработки на упругие и микропластические свойства ультрамелкозернистого титана с разным содержанием примесей

© Б.К. Кардашев¹, М.В. Нарыкова^{1,¶}, В.И. Бетехтин¹, А.Г. Кадомцев¹, А.Ю. Токмачева-Колобова^{2,3}¹ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург, Россия² Национальный исследовательский технологический университет „МИСиС“, Москва, Россия³ Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Московская обл., Россия

¶ E-mail: Maria.Narykova@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 9 июля 2019 г.

В окончательной редакции 7 августа 2019 г.

Принято к публикации 7 августа 2019 г.

Обсуждаются результаты изучения влияния повышенных температур на упругие и микропластические свойства ультрамелкозернистого титана, полученного в результате интенсивной пластической деформации. Исследованы образцы трех различных партий α -титана: ВТ1-0, Grade 4 и ПТЗ-В, отличающихся друг от друга исходной поликристаллической структурой и примесным составом. Как показали эксперименты, значительные изменения структуры (размеров зерен), упругих свойств и микропластических характеристик наблюдаются только для наиболее чистого титана марки ВТ1-0. Термическая стабильность свойств образцов Grade 4 и ПТЗ-В оказалась значительно выше, что связано с наличием в этих материалах большего количества примеси других элементов.

Ключевые слова: ультрамелкозернистый титан, модуль Юнга, внутреннее трение, упругие свойства.

DOI: 10.21883/PJTF.2019.22.48650.17969

Настоящая работа посвящена исследованию влияния интенсивной пластической деформации (ИПД) на упругопластические свойства титана. Этот металл в ультрамелкозернистом (УМЗ) состоянии после ИПД используется в медицине в качестве имплантата [1–4], поскольку мелкое зерно обеспечивает его высокую прочность [5]. Большое значение здесь имеет постоянство упругих и других механических свойств, в частности их термическая стабильность. Работа посвящена изучению влияния повышенных температур на поликристаллическую структуру, упругие и микропластические свойства титана различных марок, используемых в медицинской практике.

В наших экспериментах использовались три марки α -титана: ВТ1-0, Grade 4 и ПТЗ-В, существенно отличающиеся друг от друга содержанием примесей. В титане ВТ1-0 суммарная концентрация примесей была около 0.28 wt.%, из которых 0.12 wt.% составляло железо. Другая марка (Grade 4) содержала 0.78 wt.% примесей, в том числе 0.39 wt.% железа. Больше всего примеси (> 5.8 wt.%) было в титане ПТЗ-В, из которых 3.5 wt.% составлял алюминий, 2 wt.% — ванадий, 0.15 wt.% — железо.

Перевод в УМЗ-состояние осуществлялся с помощью отработанного режима винтовой и продольной прокатки [1,3]. Следует отметить, что после ИПД все исследованные марки титана имели почти одинаковую поликристаллическую структуру с размером зерен $\sim 250 \times 290$ nm. Однако исходная (до ИПД) крупнозернистая структура у них была различной. В случае ВТ1-0 зерна имели форму ламелей размером $\sim 150 \times 10$ μ m. Титан другой марки (Grade 4) имел в исходном состо-

янии почти равноосную структуру со средним размером зерна около 40 μ m. У титана ПТЗ-В в исходном состоянии наблюдались пластинчатые зерна размером $\sim 100 \times 5$ μ m.

Модуль Юнга E и внутреннее трение (логарифмический декремент δ) титана измерялись в широком диапазоне амплитуд колебательной деформации ϵ акустическим методом составного вибратора. Этот метод представляется более надежным и информативным, чем оценка упругих свойств по данным механических испытаний, например наноиндентирования, которое практически нечувствительно [6] к влиянию пористости, или ультразвукового метода [7]. Как и в предыдущих экспериментах [1,2], использовались умеренные амплитуды, такие, чтобы дислокационная структура не менялась после приложения к образцу акустической нагрузки. УМЗ-образцы титана для акустических измерений имели форму стержней прямоугольного сечения $\sim 2 \times 4$ mm длиной около 22 mm. Такая длина обеспечивала резонанс продольных колебаний на частотах около 100 kHz. Погрешность в определении величин модуля Юнга не превышала 1%. Для декремента эта величина была не более 5%.

На основе измерений амплитудных зависимостей $E(\epsilon)$ строились диаграммы микропластического деформирования $\sigma(\epsilon_d)$, где $\sigma = E \cdot \epsilon$ (закон Гука), а ϵ_d — нелинейная неупругая микропластическая деформация. Подробности о процедуре подобных построений можно найти в [2].

Термическая обработка (отжиг) образцов проводилась в четыре этапа: 1) нагрев до 350°C и выдержка в течение 4 h; 2) нагрев до 430°C и выдержка 2 h;

3) нагрев до 430°C и выдержка 6 h; 4) нагрев до 490°C и выдержка 30 min. В результате было обнаружено, что увеличение температуры отжига и времени выдержки при фиксированной температуре приводит к плавному росту размеров зерен. Для VT1-0 зерно увеличивалось значительно: от начальных 250 nm до 1250 nm после выдержки при 490°C. Для Grade 4 и ПТЗ-В зерна выросли всего лишь до 380 и 360 nm соответственно.

Для образцов всех партий титана после ИПД и каждого этапа термической обработки проводилось прецизионное измерение плотности (погрешность около 0.01%). Было обнаружено, что нагрев и выдержка при повышенных температурах приводят лишь к небольшому повышению плотности. Максимальный нагрев до 490°C увеличил плотность VT1-0 и Grade 4 на величину менее 0.1%, а плотность ПТЗ-В — на 0.14%.

На рис. 1 в качестве примера приведены амплитудные зависимости $E(\varepsilon)$ для всех образцов исследованных материалов в УМЗ-состоянии до и после термической обработки при 430°C в течение 2 h. Обращает на себя внимание качественное изменение зависимости $E(\varepsilon)$ для титана VT1-0, которая стала похожей на аналогичные зависимости для других марок титана. На рис. 2 представлен пример (Grade 4) поведения диаграмм микро-

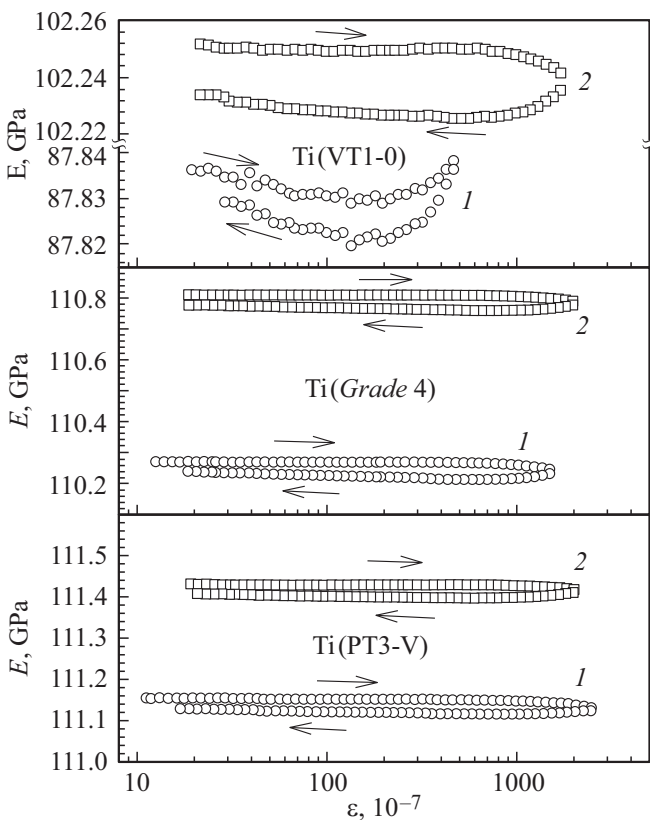


Рис. 1. Амплитудные зависимости модуля Юнга E для марок титана VT1-0, Grade 4 и ПТЗ-В до (1) и после (2) отжига при температуре 430°C. Измерения выполнены при комнатной температуре. Стрелки указывают направление изменения амплитуды.

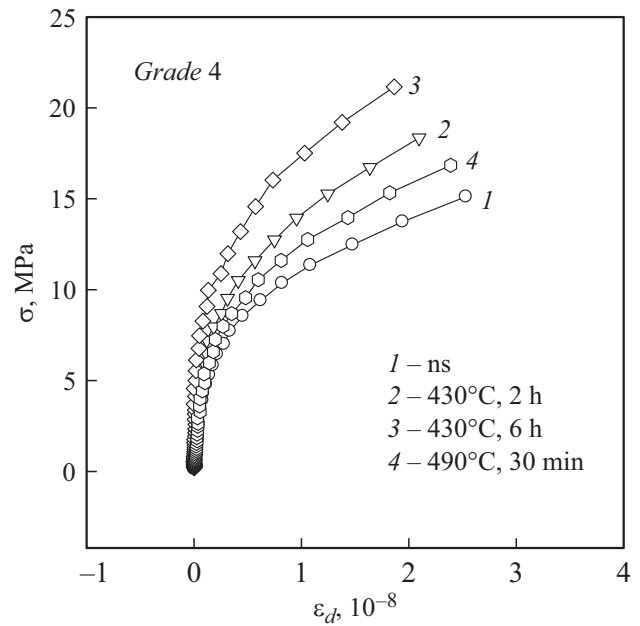


Рис. 2. Диаграммы микропластического деформирования образца наноструктурированного (ns) титана Grade 4 до (1) и после (2–4) различных термообработок.

пластического деформирования $\sigma(\varepsilon_d)$ в зависимости от той или иной термообработки. Из рисунков видно, что температурная обработка УМЗ-титана заметно влияет на изучаемые параметры. Однако это влияние оказывается различным для разных марок титана.

Сведения о значениях декремента δ_i (амплитудно-независимые величины, измеренные при малых амплитудах), а также условного предела микротекучести σ_s , соответствующего некоторой фиксированной величине неупругой деформации ($\varepsilon_d = 1.0 \cdot 10^{-8}$), приведены в таблице.

Наиболее интересный результат выполненных исследований — существенный рост модуля Юнга с увеличением температуры и времени выдержки при повышенной температуре для титана VT1-0 (~20%) и очень небольшие изменения модуля для Grade 4 и ПТЗ-В. Рис. 3 наглядно демонстрирует влияние температуры на поведение модуля Юнга у исследованных материалов (при построении кривых на рис. 3 не учитывалось время выдержки образцов при той или иной температуре).

Значительному росту E у VT1-0 при нагреве до 350°C, что хорошо видно из рис. 3, соответствует (см. таблицу) значительное уменьшение декремента δ_i (более чем в 4 раза). Дальнейший нагрев до 430 и 490°C мало меняет δ_i . Наблюдаются лишь небольшие изменения как в сторону увеличения, так и в сторону уменьшения. Аналогично мало меняется декремент у Grade 4 и ПТЗ-В.

Что касается условного предела микротекучести σ_s (см. таблицу), то здесь также наблюдаются небольшие, как правило немонотонные, изменения значений σ_s при увеличении температуры и времени отжига.

Амплитудно-независимый декремент δ_i и условный предел микротекучности σ_s при неупругой деформации $\epsilon_d = 1.0 \cdot 10^{-8}$ до (ns) и после термообработки образцов нанокристаллического титана

Термообработка	VT1-0		Grade 4		ПТЗ-В	
	$\delta_i, 10^{-5}$	σ_s, MPa	$\delta_i, 10^{-5}$	σ_s, MPa	$\delta_i, 10^{-5}$	σ_s, MPa
20°C, ns	408	—	107	10.5	57	13
350°C, 4 h	90.2	16	121	11.5	66	15
430°C, 2 h	90.3	14	85	14	82	16
430°C, 6 h	74.5	18.5	71	17	100	16
490°C, 30 min	81.1	17	87	11.5	85	18

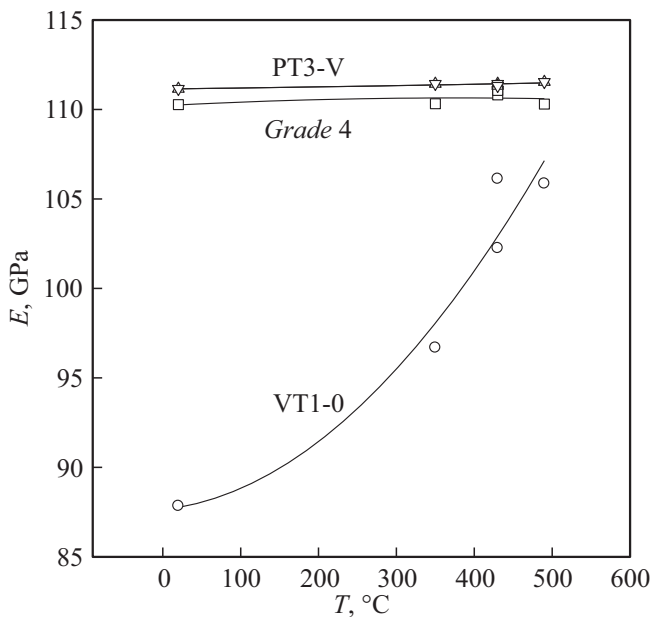


Рис. 3. Модуль Юнга образцов титана в зависимости от температуры термообработки.

Объяснить наблюдаемые явления можно следующим образом. Очевидно, что основным фактором, влияющим на термическую стабильность исследованных свойств титана, является концентрация примеси. Только малым содержанием примеси можно объяснить существенный рост размеров зерен в титане VT1-0 и коренное изменение зависимостей $E(\epsilon)$ после термообработки (рис. 1). По всей видимости, этому способствует высокая подвижность дислокаций в более чистом титане по сравнению с таковой для Grade 4 и ПТЗ-В, где большая концентрация примеси стабилизирует структуру.

Действительно, теория дислокационного внутреннего трения [8] объясняет увеличение модуля упругости и уменьшение декремента при отжиге диффузией точечных дефектов к дислокациям. Дефекты закрепляют дислокации, их подвижность становится меньше, дислокационная деформация затрудняется. Это сказывается на измеряемых величинах E и δ_i : модуль Юнга растет, декремент уменьшается. Особенно ярко это видно для

более чистого титана, где примеси мало и материал после ИПД находится в более неравновесном состоянии, чем в случае Grade 4 и ПТЗ-В, где большое количество примеси мешает дислокациям перемещаться.

Необходимо отметить, что после нагрева до 350°C титан VT1-0 ведет себя качественно так же, как и Grade 4 и ПТЗ-В. Здесь характерными являются небольшие, почти всегда немонотонные изменения всех трех параметров (E , δ_i и σ_s) при увеличении температуры и длительности отжига. Это может быть связано с тем, что помимо подвижности дислокаций на эти параметры могут оказывать влияние другие факторы, такие как площадь границ зерен, пористость, суммарная плотность дислокаций и дальнедействующие поля внутренних напряжений [1]. Перечисленные факторы способны как увеличивать, так и уменьшать значения E , δ_i и σ_s . Так, увеличение размера зерна при отжиге уменьшает общую площадь границ, что приводит к уменьшению зернограничного затухания: падает δ_i . Уменьшающаяся пористость (как отмечалось выше, плотность титана всех марок в результате отжига немного увеличивается) должна вызывать небольшой рост модуля E . Плотность внутризеренных дислокаций после отжига, как правило, становится меньше, что увеличивает E и σ_s . Релаксация внутренних напряжений, имеющая место после высокотемпературного нагрева, должна, наоборот, уменьшать модуль E .

Таким образом, исследование влияния термообработки образцов различных марок УМЗ-титана, полученных в результате ИПД, показало, что основным фактором, который обеспечивает термическую стабильность структуры и упругопластических свойств, является концентрация примеси, которая контролирует подвижность внутризеренных дислокаций. Это обстоятельство важно учитывать при разработке использования ультрамелкозернистого титана в качестве имплантатов.

Финансирование работы

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 19-12-00221).

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- [1] Кардашев Б.К., Бетехтин В.И., Кадомцев А.Г., Нарыкова М.В., Колобов Ю.Р. // ЖТФ. 2017. Т. 87. В. 9. С. 1362–1366.
- [2] Кардашев Б.К., Бетехтин В.И., Нарыкова М.В. // ЖТФ. 2015. Т. 85. В. 12. С. 94–106.
- [3] Колобов Ю.Р. // Рос. нанотехнологии. 2009. Т. 4. № 11-12. С. 69–81.
- [4] Stráskýa J., Harcubaa P., Václavová K., Horváth K., Landa M., Srba O., Janeček M. // J. Mechan. Behav. Biomed. Mater. 2017. V. 71. P. 329–336.
- [5] Valiev R.Z., Estrin Y., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Y.T. // Mater. Res. Lett. 2016. V. 4. P. 1–21.
- [6] Zhou Y., Erb U., Aust K.T., Palumbo G. // Scripta Mater. 2003. V. 48. P. 825–830.
- [7] Chaim R., Heletz M. // J. Mater. Sci. 2004. V. 39. P. 3054–3061.
- [8] Gremaud G. // Mater. Sci. Forum. 2001. V. 366-368. P. 178–246.