

УДК 539.4.015.1; 548.24

ЗАКОНОМЕРНОСТИ ИЗМЕНЕНИЯ МИКРОТВЕРДОСТИ ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА, ПОДВЕРЖЕННОГО РАЗЛИЧНОМУ МЕХАНИКО-ТЕРМИЧЕСКОМУ ВОЗДЕЙСТВИЮ

Н.В. Камышанченко^{*)}, И.С. Никулин ^{*)}, Д.П. Кузнецов ^{*)},
М.С. Кунгурцев ^{*)}, И.М. Неклюдов^{**)}, О.И. Волчок^{**)}

^{*)}Белгородский государственный университет
ул.Победы, 85, г.Белгород, 308015, Россия, e-mail: kamysh@bsu.edu.ru

^{**)} ННЦ «Харьковский физико-технический институт»
ул.Академическая, 1, г.Харьков, 61108, Украина

Анализируются результаты воздействия горячей пластической деформации, закалки от высоких температур и волочения при криогенных (-196°C) температурах на механические свойства титана марки ВТ1-0.

Ключевые слова: титан, двойникование, твердость, дислокации.

1. Введение. Механические свойства титана в большей степени определяются присутствующими в нём фазами, а также наличием примесей. Основной целью легирования (добавления примесей) титановых сплавов является повышение прочности и жаропрочности. Физико-механические свойства нелегированного титана, в отличие от титановых сплавов, трудно поддаются управлению посредством воздействия на него существующими механико-термическими режимами.

Высокая пластичность титана по сравнению с другими металлами, имеющими ГПУ-решетку (Zn, Mg, Cd), объясняется большим количеством систем скольжения.

Чистый титан обладает целым рядом физико-механических свойств, которые не позволяют применять его во многих конструкционных сооружениях. Например, титан обладает плохим сопротивлением ползучести, величина которого зависит от температуры. От температуры зависит не только сопротивление ползучести, но и пределы прочности, текучести, усталости, твердости и др.

Титан относится к числу химически активных металлов, что затрудняет и удорожает производство из него изделий. При технических и эксплуатационных нагревах, особенно выше 700°C, необходимо принимать меры для защиты титана от окисления и газонасыщения. Однако, титан хорошо обрабатывается давлением и прокаткой в горячем состоянии и удовлетворительно – в холодном, что делает процесс изготовления деталей экономически и технологически рациональным.

Несмотря на достигнутые успехи в понимании влияния на механические свойства чистого титана процесса эволюции его микроструктуры, получение устойчивого структурного состояния остаётся нерешённой проблемой.

Выбор титана в нашей работе в качестве материала исследования обусловлен его большой практической значимостью, а также необходимостью поиска путей улучшения его прочностных свойств. В работе приведены результаты изучения влияния интенсивной горячей прокатки и последующих неполного и полного отжига, закалки от высоких температур, низкотемпературного (-196°C) волочения на микроструктуру и механические свойства технического чистого титана марки ВТ1-0.

2. Материал, приборы и оборудование эксперимента. Для исследования был выбран технически чистый титан марки ВТ1-0, химический состав которого представлен в табл. 1.

Таблица 1

№ пп	Химический состав, %	H	C	N	O	Fe	Al	Ni	Mg	Cr	Cu
	Вид										
1	Допустимый процент в стадии поставки	0,01	0,07	0,04	0,20	0,25	0,06	0,019	0,049	0,034	0,025
2	После горячей прокатки	0,0015	0,005	0,01	0,06	0,03	0,05	0,01	0,05	0,024	0,015

Исследованию подвергались образцы титана, прошедшие следующие виды обработки:
 1) горячая прокатка при 500°C до величины с относительной остаточной деформацией $\varepsilon = (75-87-93)\%$;
 2) закалка от температур 1100°C и 1300°C в воде при 20°C;
 3) деформация волочением при -196°C.

Горячая прокатка осуществлялась на прокатном стане ДУО с обжатием за проход 0,2мм(15-20%). В табл. 2 приведены усредненные величины зерна после горячей прокатки и неполного отжига.

Таблица 2

№ пп	Размер зерна, мкм	В состоянии поставки	Степень деформации		
			93	87	75
1	Средний размер	85,32	4,32	5,31	7,04
2	Минимальный размер	32,83	1,53	1,04	2,32
3	Максимальный размер	149,0	7,89	7,87	10,01
4	Среднеквадратичное отклонение	33,8	1,43	1,63	1,83

Из прокатанной полосы электроискровым способом на установке «Sodick AQ 300L» вдоль направления прокатки вырезались образцы, которые отжигались в вакууме 1Па в течение 1 часа при температуре 550°C (партия 1) и 700°C (партия 2).

Перед исследованием с помощью оптического микроскопа «OLYMPUS G71» образцы предварительно механически полировались и подвергались электрополировке в электролите (5мл perchloric кислотный и метанол на 95 мл) при напряжении $U=30V$ и температуре -40°C. Затем образцы протравливались в растворе, содержащем 1 мл HNO₃, 2 мл HF и 40 мл H₂O. Зернограничные распределения в прокатанных образцах определялись с помощью EBSD анализа на растровом электронном микроскопе с использованием программы «OIM Analysis 5.2».

Деформация титана волочением проводилась по схеме «осадка-выдавливание-волочение». Осадку и выдавливание проводили при 530°C, после чего пруток волочили при 20°C до степени истинной деформации $\varepsilon = 3,2$. Дальнейшая деформация волочением осуществлялась до различных степеней деформации ε при -196°C в среде жидкого азота. Волочение в криогенных условиях проводили на специальной установке, описанной в [1]. На поперечных шлифах полученных проволоочных образцов с помощью твердомера «DM8B» с автоматической системой анализа изображения измерялась микротвердость прокатанных и закаленных образцов. Рентгеноструктурный анализ осуществлялся на рентгеновском спектрометре «ARLX'TRA».

Рентгеноструктурный анализ показал, что титан BT1-0 в состоянии поставки после горячей прокатки на разные степени остаточной деформации после закалки от 1100°C и 1300°C в воде 20°C представляет собой стабильную α -модификацию, имеющую ГПУ-решетку.

Механические испытания на растяжение при комнатной температуре проводили на «INSTRON 5882» со скоростью нагружения 1,5 мм/мин.

Механические двойники в структуре титановых образцов создавали концентрированным напряжением нагрузкой на индентор микротвердомера «DM-8B» по плоскости (0001). При этом ориентация кристаллической решетки определялась при помощи растрового электронного микроскопа «Quanta 2003D» и методики EBSD-анализа.

Исследования протекания микроструктурных превращений в титане, отражающих его механические изменения в процессе индентирования, были проведены методом акустической эмиссии [2,3].

3. Результаты эксперимента. Обсуждение.

1. Горячая прокатка, в зависимости от степени обжатия, заметно влияет на размеры зерна (табл.2), что в свою очередь приводит к изменению механизмов пластической деформации. Известно, что склонность к образованию двойников значительно уменьшается с уменьшением размеров зерна. Субструктура исследуемого титана формировалась в процессе пластической деформации прокаткой на различную степень. При небольших обжатиях (до ~ 40%) характерен низкий уровень сдвига, и небольшая степень межатомаго воздействия способствует образованию механических двойников [4], т.е. основным механизмом при данной пластической деформации является двойникование. С увеличением деформации обжатием (до ~ 60%) количество выходов механических двойников уменьшается, и дислокационное скольжение будет основным механизмом пластической деформации. При обжатии свыше 90% на поверхности зерна механических двойников обнаруживаются, хотя и достаточно трудно, многочисленные полосы сдвига [5].

Поскольку двойникованию в металлических кристаллах, как правило, предшествует скольжение, которое сопровождает двойникование на всех этапах деформирования, и в объеме происходит непрерывное искажение исходной структуры. Поэтому невозможно обеспечить локальную идентичность условий развития двойниковых прослоек, поскольку размеры их не будут устойчивыми и воспроизводимыми характеристиками деформации.

Под действием концентрированного напряжения в кристалле зарождаются упругие двойники, часть из которых выходят на поверхность и сохраняются в виде остаточных механических двойников (рис.1). Высокая чувствительность двойниковых границ к условиям нагружения и меняющаяся в процессе пластической деформации структура кристаллической решетки делает развитие каждого отдельного двойника невозможным во всех деталях явлением. Кроме того, уникальность зарождения и развития каждого двой-

ника, очевидно, обусловлена особенностями взаимодействия движущихся дислокаций с дефектами кристаллической решетки, распределение которых в объеме непредсказуемо и заранее неизвестно. Другими словами, определение мест появления двойников заранее предсказать невозможно. Их зарождение активизируется случайными концентраторами напряжений, роль которых выполняют скрытые внутренние дефекты структуры.

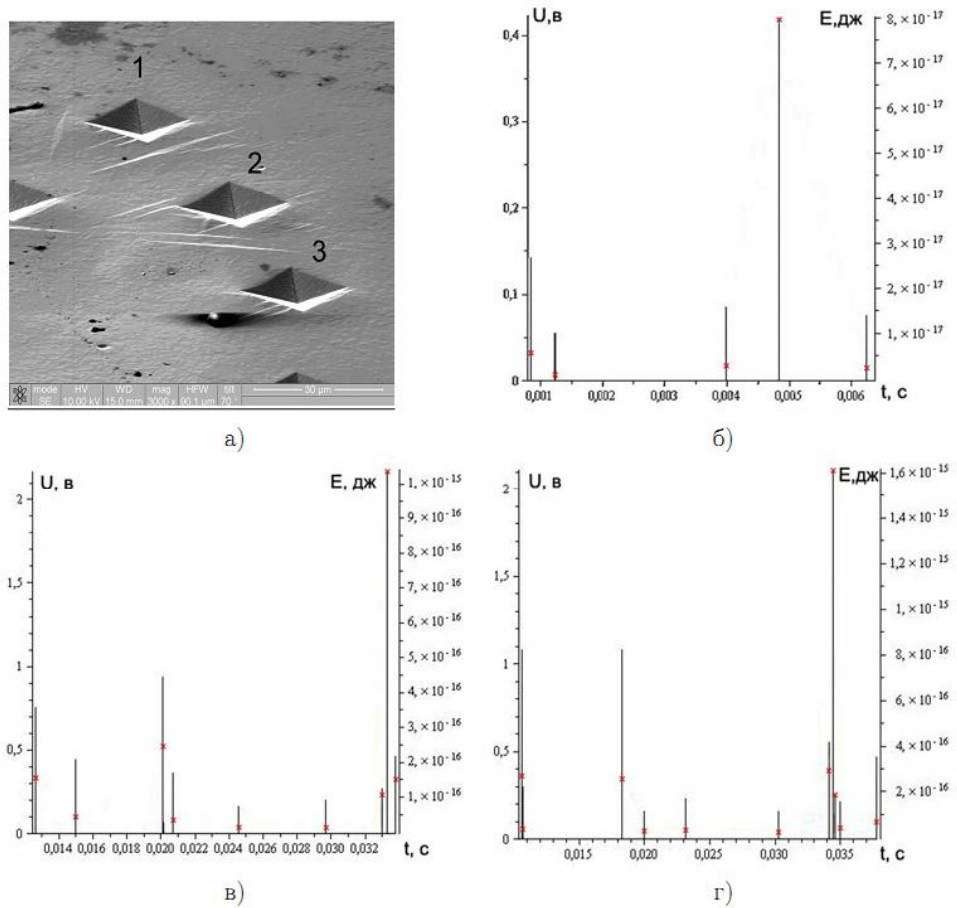


Рис. 1. Развитие двойняющих процессов в титане после горячей прокатки с обжатием $\sim 75\%$ и отжига при 700°C под действием концентрированного напряжения нагрузкой на индентор в 25 г, зафиксированных АЭ в ячейке 1 – б), в ячейке 2 – в) и в ячейке 3 – г); \times – обозначение энергии, затраченной на зарождение дефектов в данный момент времени при соответствующей величине сигнала АЭ.

В рассмотренном эксперименте концентрированное напряжение создавалось индентором с нагрузкой 25 г в плоскости (0001). Количество образовавшихся механических двойников в близко расположенных на поверхности образца отпечатков различно. Они отличаются расположением вокруг отпечатка и величиной импульсов АЭ.

Повышение внешней нагрузки на индентор приводит к увеличению количества линейных размеров двойников. Увеличивается также время протекания процессов двойникования в объёме кристалла и возрастают относительные величины выделяемой в этих процессах суммарной энергии.

Изменение линейных размеров двойников даже при одинаковых нагрузках на индентор в разных местах поверхности образца в плоскости (0001) происходит неравномерно, и прослеживается только стохастическая связь.

Образование и развитие двойников в кристалле при пластической деформации отражает каждое состояние дефектной структуры и её эволюцию. Величина плотности дефектов и характер их распределения является основой деформационного упрочнения. Изменение структурного состояния образца в процессе пластического течения соответствует конкретным механизмам деформационного упрочнения.

Другими словами, в прокатанном титане основное влияние на прочностные свойства оказывают двойники деформации, плотность которых зависит от степени обжатия материала. В металлических кристаллах плотность двойникоующих дислокаций на границах прослоек может достигать $\sim 10^5 - 10^6 \text{ см}^{-1}$. Способность границ двойников перемещаться в кристалле под действием внешних механических напряжений или при повышенных температурах приводит к локальным понижениям прочностных свойств материала и, в целом, к понижению его прочностных свойств.

Введение дислокационного леса и других несовершенств (знакопеременным нагружением, легированием, термоциклированием, закалкой и другими способами) увеличивает количество стопоров, изменяет их периодичность и мощность. Пробег двойникоующих дислокаций с ростом плотности дефектов сокращается, что способствует повышению прочностных свойств.

Наличие зуба текучести (рис. 2) в образцах, прошедших предварительную горячую прокатку с $\varepsilon > 80\%$, обусловлено реализацией процесса закрепления дислокаций точечными дефектами.

Следует отметить, что степень остроты зуба текучести возрастает с уменьшением величины зерна (рис. 2, табл. 2). Связь текучести с поведением дислокаций в процессе действия приложенного напряжения была впервые рассмотрена Коттреллом и др., доказавшими, что пластическая деформация возникает в результате освобождения дислокаций от блокирующих атмосфер Коттрелла [6,7].

Известна способность границ двойников перемещаться в кристалле под действием механических напряжений, что приводит к локальным понижениям прочности материала. Кинетика этих процессов зависит от уровня внутренних напряжений. Величина механических параметров процессов двойникования в образце существенно меньше предела текучести деформированного образца. Поэтому основным механизмом деформирования, приводящего к снятию зуба текучести, является дислокационное скольжение.

С увеличением размера зерна ($\varepsilon < 80\%$) освобождающиеся от атмосфер Коттрелла дислокации перемещаются к границам зерна и скапливаются вблизи неё. Возникающая при этом концентрация напряжений воздействует на дислокационные источники в соседнем зерне, и в нём тоже происходит освобождение дислокаций. Последовательные освобождения дислокаций приводят к развитию процесса текучести [7].

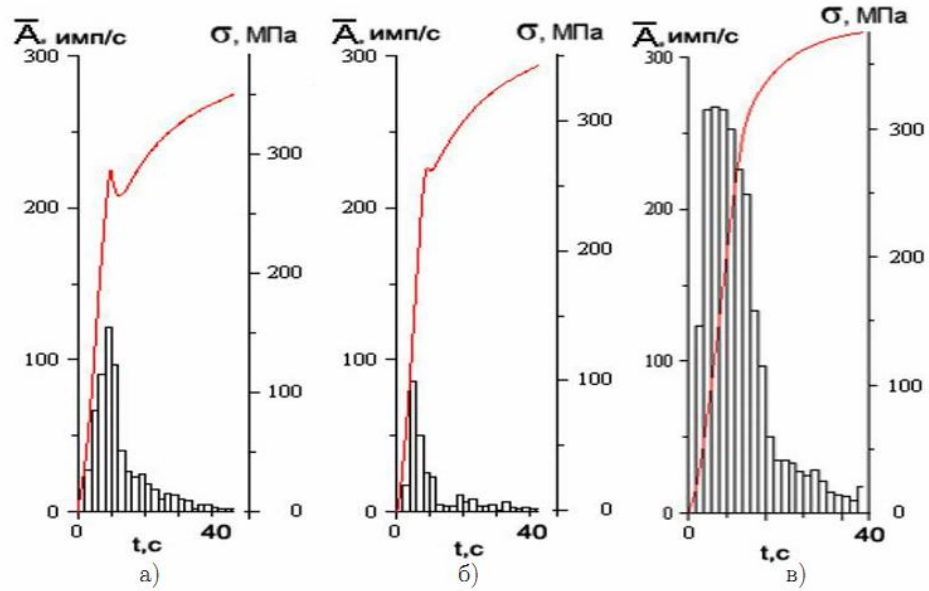


Рис. 2. Кривые деформации при испытаниях на растяжение титана ВТ1-0 и зависимости активности АЭ (\bar{A} , имп/с) после горячей прокатки на разные степени и последующего отжига при 550°C: а) – $\epsilon=93\%$; б) – $\epsilon=87\%$; в) – $\epsilon=75\%$.

Характерной особенностью созданной микроструктуры после горячей прокатки является однородность на протяжении всего поперечного сечения прокатанного титана, а величина микротвердости зависит от степени пластической деформации (рис. 3а).

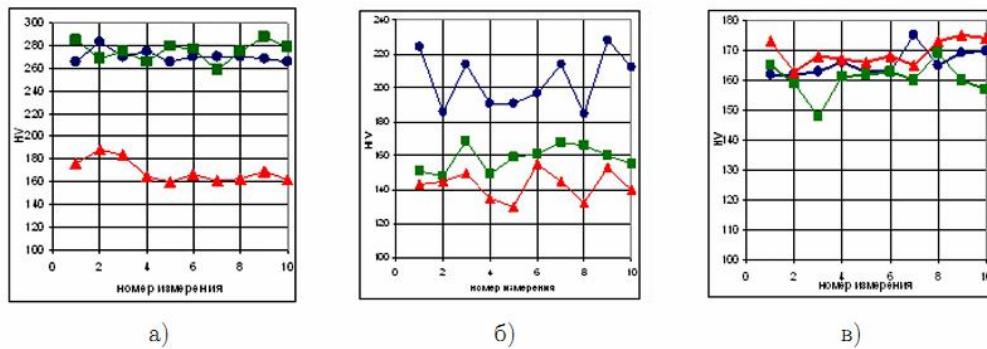


Рис. 3. Микротвердость титана, прошедшего горячую прокатку – а); неполный при 550°C – б); полный отжиг при 700°C отжиг – в). Степень деформации: ● – $\epsilon = 93\%$, ■ – $\epsilon = 87\%$, ▲ – $\epsilon = 75\%$.

Неполный стабилизирующий после прокатки отжиг, нарушив однородность кристаллического состояния титана, влияет на величину микротвердости структуры, сделав её одновременно зависимой от степени обжатия (рис. 3б).

Рекристаллизационный полный отжиг стабилизирует однородность кристаллического состояния титана, что приводит к равномерности микротвердости структуры, усилив независимость её от степени обжатия (рис. 3в). Следовательно, структура технически чистого титана, прошедшего механико-термическую обработку прокаткой с последующим отжигом, зависит от температуры отжига и степени обжатия и является неоднородной. Поэтому такой структурно неоднородный материал требует дополнительной термомеханической обработки.

2. Текстура образца в процессе закалки от высокой температуры отличается неоднородностью: наружная часть представляет собой химическое соединение титана с кислородом (TiO_2) и насыщена соединением титана с азотом (TiN). Последующие слои, плавно переходящие в глубь образца, отличаются структурным строением зёрен от наружной части титана. И если в прокатанных образцах механические свойства зависели от степени деформации, то в закалённых образцах, в основном, – от скорости закалки (рис. 4).

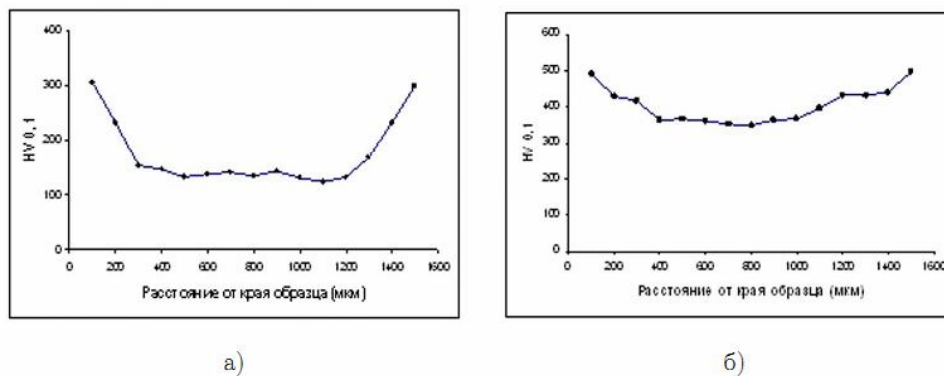


Рис. 4. Микротвердость титана: а) закалка от $1100^{\circ}C$, б) закалка от $1300^{\circ}C$.

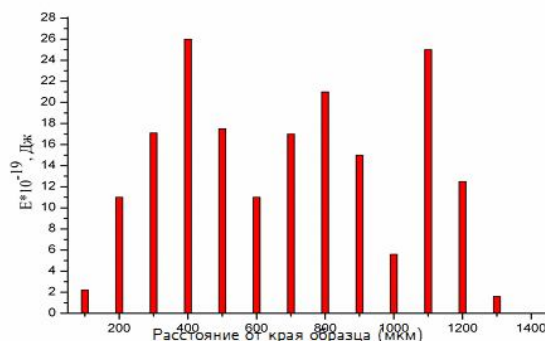


Рис. 5. Развитие АЭ в закаленном от $1100^{\circ}C$ титана, образованной в процессе индентирования вдоль поперечного сечения образца.

АЭ в наружном слое отличается низкой активностью и интенсивностью, и только при переходе в глубь образца с незначительным насыщением N и O₂. Наблюдается активизация АЭ. Повышенное значение микротвердости в этих слоях в сравнении с микротвердостью прокатанных образцов связано, очевидно, с повышением плотности закалочных дефектов [8], величина которой может достигать $10^{-11} - 10^{-12} \text{см}^{-1}$.

3. Применение больших пластических деформаций является одним из технологических приемов создания субмикроскопических и нанокристаллических структур в металлах. Следствием больших деформаций в кристаллических материалах является фрагментация зерен. Существенным дополнительным фактором оптимизации процессов фрагментации структуры являются низкотемпературные (криогенные) условия деформации [9].

Как следует из полученных волочением при -196°C результатов (рис. 6), структура вдоль поперечной плоскости образца образуется неоднородной, что оказывает влияние на величину и характер распределения микротвердости по сечению образца.

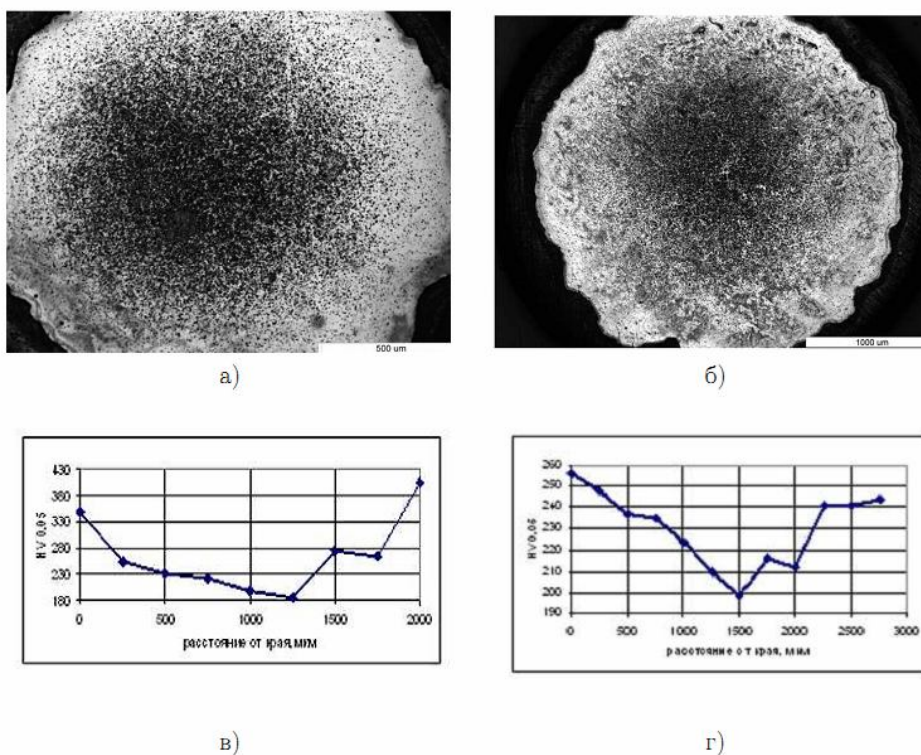


Рис. 6. Изменение микротвёрдости титана вдоль диаметра образца (в, г) после низкотемпературного волочения при остаточной деформации волочением: а) – $\epsilon = 47\%$; б) – $\epsilon = 20\%$.

Увеличение степени деформации приводит к заметному изменению микротвердости по краям прутка (рис. 6в). С приближением к центральной части прутка происходит спад микротвердости, и в центральной части величина микротвердости выравнивается. При меньшей степени деформации величина микротвердости по краям образца будет меньше значений микротвердости с большей деформацией (рис. 6в,6г). Относительный спад

микротвердости образца (рис. 6а) находится в пределах 53% и 23% относительного спада образца при меньшей деформации (рис. 6б). Следовательно, можно предположить, что имеется большая неоднородность структуры в образцах, подвергнутых большей деформации. В отличие от состояния микротвердости в прокатанных образцах, где микротвердость остается практически однородной вдоль поперечного сечения образца, в образцах после волочения характер изменения микротвердости сравним с характером изменения микротвердости в закалённых образцах.

При низкотемпературной деформации усиливается роль двойникования. Уже при небольших степенях деформации двойникованию подвергаются практически все зерна поликристаллического агрегата. Этому благоприятствуют многообразие систем двойникования, что в свою очередь способствует измельчению зерна. Дополнительная фрагментация зёрен происходит также за счёт очень развитого вторичного и третичного двойникования, пересечения двойников, при взаимодействии двойников с границами зерен. С уменьшением размеров зерна в объёме кристаллита происходит насыщение плотности двойников с одновременным увеличением прочностных характеристик. Это подтверждается в данном эксперименте увеличением микротвердости в сравнении с экспериментальными данными в бразце титана, прошедшем прокатку и полный отжиг. Таким образом, в структурном отношении границы двойников, полученные криомеханическим методом, будут отличаться от границ зёрен в титане, полученном интенсивной пластической деформацией.

При низких температурах, в условиях ориентационного запрета для скольжения, двойникование титана будет начинаться в упругой стадии. Скольжение не будет играть главную роль в пластической деформации в процессе волочения. Интенсивное измельчение кристаллов с одновременным увеличением плотности упругих двойников приводит для концентрации внутренних напряжений на границах раздела, к созданию условий для проявления упругих свойств границ и к интенсивному проскальзыванию зёрен. В процессе волочения заготовка деформируется и поперечное сечение её изменяется, принимая форму и размеры наименьшего сечения канала. Интенсивная пластическая деформация способствует увеличению плотности дефектов кристаллической структуры, и в первую очередь росту плотности дислокаций в приповерхностных слоях. По мере развития деформации, вновь образованные дислокации взаимодействуют с существующими, и структура кристалла проходит этап формирования фрагментарной структуры. Низкая подвижность дислокаций обуславливает высокие прочностные характеристики, в том числе и твёрдость.

4. Выводы.

1. Технически чистый титан, прошедший интенсивную прокатку и последующий отжиг, является структурно неоднородным материалом, что делает его зависимым от внешних энергетических воздействий.

2. Дефектная структура закалённого от высоких температур титана отличается неоднородностью структуры в объёме кристалла, и, в отличие от предыдущей МТО, в центральной части образца образуется более устойчивая в определённом температурном интервале дефектная структура.

3. Созданная волочением структура отличается неоднородностью механических характеристик по сечению образца, что не позволяет утверждать об её зависимости от внешних энергетических воздействий.

Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования БелГУ.

Литература

1. Волчок О.И., Неклюдов И.М., Стародубов Я.Д., Черный Б.П. // МиТОМ. – 1993. – 28;12. – С.28.
2. Бунина Н.А. Исследованием пластической деформации металлов методом акустической эмиссии / Н.А. Бунина. – Л.: Изд. Ленингр. ун-та, 1990. – 156 с.
3. Семашко Н.А. Акустическая эмиссия в экспериментальном материаловедении / Н.А. Семашко, В.Н. Шпорт, А.Н. Марьин, А.Н. Пекарш, В.Н. Муравьев, А.Н. Евстигнеев. — М.: Машиностроение, 2002. – 240 с.
4. Christian J.W., Mahajan S. // Prog. Mater. Sci. – 1995. – 39. – P.51-157.
5. Бернштейн М.Л. Механические свойства металлов / М.Л. Бернштейн, В.А. Займовский. — М.: Металлургия, 1979. — 320 с.
6. Cottrell A.N., Bieby V.A. // Proc. Phys. Soc. Loud. – 1949. – 62. – P.19-28.
7. Екобори Т. Физика и механика разрушения и прочности твердых тел / Т. Екобори; пер. с англ. и ред. В.С. Ивановой. — М.: Металлургия, 1971. – 264 с.
8. Кимура Г., Маддин Р. Влияние закаленных вакансий на механические свойства металлов и сплавов // Дефекты в закаленных металлах / под ред. А.А. Цветаева. — М.: Атомиздат, 1969. – 384 с.
9. Тихоновский М.А., Кисляк И.Ф., Волчок О.И., Камышанченко Н.В. и др. Физико-механические свойства титана после интенсивной пластической деформации волочением в криогенных (77К) условиях // Физика и техника высоких давлений. – 2008.

SOME REGULARITIES OF THE MICROHARDNESS VARIING IN CP-TITANIUM UNDER VARIOUS MECHANICAL AND THERMAL STRESSES

N.V. Kamyshanchenko^{*)}, I.S. Nikulin^{*)}, D.P. Kuznetsov^{*)},
M.S. Kungurtsev^{*)}, I.M. Neklyudov^{**)}, O.I. Volchok^{**)}

^{*)}Belgorod State University

Pobedy St., 85, Belgorod, 308015, Russia, e-mail: kamysh@bsu.edu.ru

^{**)} National Science Center «Kharkov Institute of Physics and Technology»
Akademicheskaya St., 1, Kharkov, 61108, Ukraine

Results concerning the influence of the hot plastic deformation, the hardening by high temperatures and the cryogenic temperatures drawing (at -196°C) on mechanical properties of titanium VT1-0 are analyzed.

Key words: titanium, twinning, hardness, dislocations.