

Ю. Р. КОЛОБОВ[§], д-р физ.-мат. наук, Е. В. ГОЛОСОВ*, И. В. РАТОЧКА**, канд. физ.-мат. наук

ОСОБЕННОСТИ СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ И ЕЕ ВЛИЯНИЕ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ

Исследованы субмикроструктурная структура, сформированная при глубокой пластической деформации, и ее влияние на механические свойства титановых сплавов системы Ti–Al–V. Установлено, что деформационное поведение, прочностные и пластические характеристики сплава ВТ6 в субмикроструктурном состоянии во многом зависят от неоднородности элементов зеренно-субзеренной структуры.

Введение

Известно, что в результате формирования в металлах и сплавах ячеистых, полигонизованных и ультрамелкозернистых (УМЗ) структур можно существенно улучшить их механические свойства в широком интервале температур [1–6].

Благодаря созданию и развитию методов, позволяющих сформировать субмикроструктурную (СМК) или нанокристаллическую (НК) структуру в металлах и сплавах, значительно повысился интерес к таким материалам прежде всего в связи с их уникальными физико-механическими свойствами, существенно отличающимися от свойств материалов с мелкозернистой или крупнозернистой структурой [4–6]. В частности, в таких материалах эффективные коэффициенты зерно-границной диффузии могут на несколько порядков превышать соответствующие значения для индивидуальных границ зерен или границ зерен в крупнозернистых поликристаллах [5, 7, 8]. Уменьшение размера зерна до субмикронного интервала приводит к значительному увеличению прочности с сохранением при определенных условиях удовлетворительной пластичности [5]. В таких материалах обнаружен очень важный для практического применения эффект смещения температурного интервала проявления сверхпластичности в область более низких температур при одновременном увеличении на несколько порядков скорости сверхпластического течения [5, 7, 9, 10].

Однако в настоящее время среди исследователей нет единой точки зрения на характер изменения физико-механических свойств металлических материалов при формировании в них СМК и наноструктур. Одной из причин этого может быть недостаточно полная аттестация структурно-фазового состояния материалов для исследования тех или иных свойств. При глубокой пластической деформации металлов и сплавов может происходить перераспределение атомов внедрения вплоть до растворения и образования фаз внедрения. Известно также [5, 11], что существенное влияние на механические свойства и диффузионные параметры таких материалов может оказывать состояние границ зерен и неоднородное распределение элементов зеренно-субзеренной структуры по размерам [12–14]. Считается, что низкий уровень пластичности в материалах с размером зерен существенно менее 100 нм связан с подавлением внутривнедренных дислокационных механизмов де-

[§] Центр наноструктурных материалов и нанотехнологий Белгородского государственного университета, г. Белгород

^{**} Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск

формации, а деформация по границам зерен не обеспечивает достаточной пластичности [15–20]. В работе [21] на примере меди показано, что повысить пластичность наноструктурных материалов можно формированием бимодального распределения по размерам элементов структуры.

Бимодальная структура, состоящая из микрозерен (объем фракции до 25%), находящихся в матрице нанозерен [22], обладает высокой прочностью в сочетании с высокой пластичностью. Предполагается, что прочность обеспечивают нанозерна, а микрозерна стабилизируют деформацию при растяжении. Теоретический анализ возможности повышения пластичности наноструктурной меди с двух- и трехмасштабной структурой проведен в [22].

Существует несколько методов получения металлов и сплавов в ультрамелкозернистом, субмикроструктурном и наноструктурном состояниях. Среди них наиболее перспективными с практической точки зрения являются методы равноканального углового прессования (РКУП) и всестороннего прессования, позволяющие получать объемные полуфабрикаты таких материалов [5, 6, 23, 24]. К настоящему времени наиболее подробно изучено формирование структуры в процессе равноканального углового прессования. Этот метод основан на воздействии интенсивной пластической деформацией – за один технологический цикл он позволяет достичь степени истинной деформации $e > 1$ [5, 6, 23], однако применение его для получения промышленных полуфабрикатов достаточно больших размеров затруднено. Применение другого активно развиваемого в последние годы метода всестороннего прессования иликовки позволяет реализовать такой процесс для получения образцов промышленного размера с СМК структурой. Предпочтительным данный метод является также из-за использования несложной схемы деформирования без необходимости применения специальной оснастки (пресс-форм) [5, 6, 24].

В настоящей работе проведены исследования субмикроструктурной структуры, сформированной при глубокой пластической деформации, и ее влияние на деформационное поведение, прочность и пластичность титановых сплавов системы Ti–Al–V.

Материал и методика исследований

Проведены исследования структуры и механических свойств титановых сплавов Ti–4,6Al–1,9V (BT6) и Ti–4,6Al–1,9V (ПТЗВ) в состоянии поставки и после формирования субмикроструктурной структуры. В сплаве BT6 субмикроструктурная структура была сформирована при всестороннем прессовании по различным режимам в интервале температур 1073–823 К. Испытания на растяжение образцов в виде двойной лопатки с размерами рабочей базы $5 \times 1,7 \times 0,8$ мм³ в вакууме 10^{-2} Па со скоростью $6,9 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹ в интервале температур от комнатной до 1073 К.

В сплаве ПТЗВ субмикроструктурная структура была сформирована всесторонним прессованием в температурном интервале 1073–823 К при скорости деформации 10^{-3} с⁻¹. После такой обработки образец дополнительно подвергал тепловой прокатке в ручьевых валках (квадратного сечения) при температуре $0,4T_{пл}$. Испытания на растяжение образцов в виде двойной лопатки с размерами рабочей базы $7 \times 1,7 \times 0,8$ мм³ проводили при комнатной температуре со скоростью деформации $6,9 \cdot 10^{-3}$ с⁻¹.

Для исследования микроструктуры использовали просвечивающие электронные микроскопы ЭМ-125 и ЭМ-200. Тонкие фольги готовили методом струйной полировки на установках «Микрон-103» и «ТепиРо1-5» с применением электролита: 20% HClO₄ + 80% CH₃CO₂H. Размеры элементов зеренно-субзеренной структуры определяли по темнопольному изображению.

Механические испытания на растяжение проводили на установке ПВ-3012М. По результатам испытаний оценивали предел текучести $\sigma_{0,2}$, временное сопротивление σ_b , относительное удлинение δ до разрыва. Образцы вырезали электроискровым способом. Перед испытанием с поверхности образцов удаляли слой толщиной около 100 мкм механической шлифовкой и последующей электролитической полировкой.

Результаты исследований и их обсуждение

Влияние неоднородности распределения по размерам элементов субмикроструктурной структуры на механические свойства сплава ВТ6

В исходном (крупнозернистом) состоянии ($\alpha + \beta$) сплав ВТ6 имеет две структурные составляющие – области с глобулярными зёрнами и области с пластинчатой (мартенситной) структурой. Размер фрагментов глобулярной формы изменяется в пределах от 1 до 5 мкм. Большую часть объема материала занимает пластинчатая структура. При этом размеры пластин в основном составляют 1–2 мкм в ширину и от 3 до 7 мкм в длину (рис. 1).

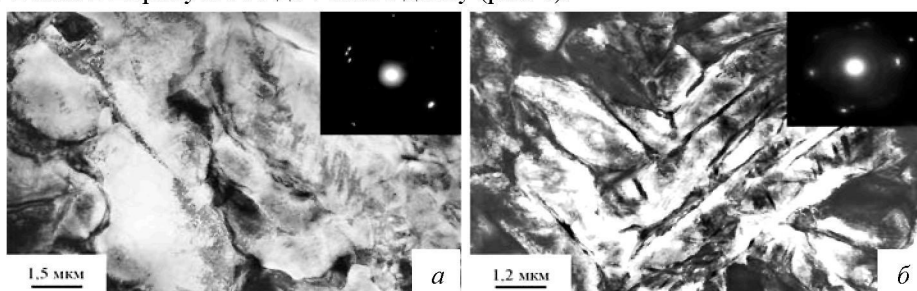


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение микроструктуры сплава ВТ6 в исходном состоянии: а – глобулярная структура; б – пластинчатая структура

После всестороннего прессования в сплаве формируется однородная зеренно-субзеренная структура со средним размером элементов $d_{cp} \sim 0,25$ мкм (рис. 2 и 3, а). При этом размеры элементов структуры изменяются, как правило, в пределах от 0,1 до 0,6 мкм. Формирование такой СМК структуры приводит к увеличению временного сопротивления и предела текучести при комнатной температуре примерно на 45% по сравнению с аналогичными характеристиками для сплава с крупнокристаллической структурой. При этом деформация до разрушения (относительное удлинение δ до разрыва) остается на исходном уровне.

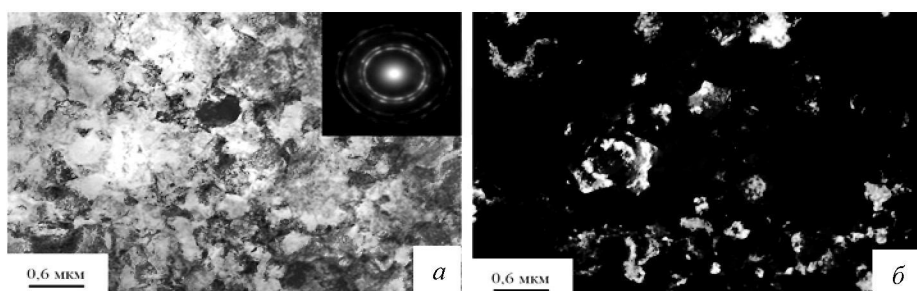


Рис. 2. Электронно-микроскопическое изображение микроструктуры сплава ВТ6 после всестороннего прессования: а – светлое поле; б – темное поле

Исследование температурной зависимости прочностных характеристик сплава в СМК состоянии показало, что при температурах до 673 К они выше, чем для крупнозернистого материала (рис. 4, а и б). При дальнейшем повышении темпера-

туры испытаний сплав в СМК состоянии разупрочняется более интенсивно, чем крупнокристаллический, в результате чего σ_b и $\sigma_{0,2}$ становятся существенно ниже, чем для сплава в крупнокристаллическом состоянии. В то же время относительное удлинение до разрыва резко увеличивается и при 873 К составляет уже около 500% (рис. 4, в, кривая 2).

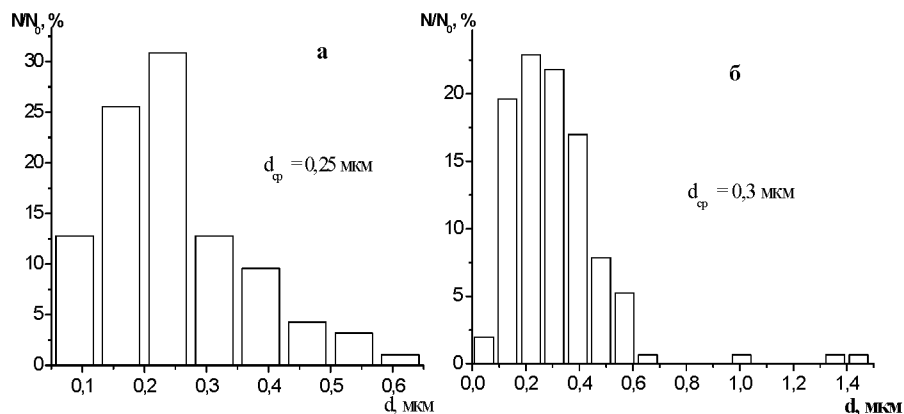


Рис. 3. Гистограммы распределения элементов зеренно-субзеренной структуры сплава ВТ6 по размерам после всестороннего прессования:
а – однородная структура; б – неоднородная структура

При всестороннем прессовании в случае нарушения оптимальных условий обработки в структуре материала могут формироваться или наследоваться из исходной структуры достаточно крупные зерна размерами порядка 1–1,5 мкм (рис. 3, б). Из представленных гистограмм видно, что распределение элементов зеренно-субзеренной структуры по размерам для образцов с однородной и неоднородной структурами в области малых размеров (примерно до 0,5 мкм) качественно подобно. Основное различие рассматриваемых гистограмм заключается в наличии «хвоста» у гистограммы на рис. 3, б, образованного единичными достаточно крупными зернами. Но, несмотря на то, что относительная объемная доля таких элементов структуры не превышает 10–15%, наблюдается заметное изменение механических свойств сплава с неоднородной структурой как при комнатной, так и при повышенных температурах. Например, снижение временного сопротивления и предела текучести при комнатной температуре по сравнению с образцами, имеющими однородную структуру, может составлять около 10% (табл. 1). Так же отрицательно эти неоднородности в структуре сказываются и на сверхпластичности сплава. Так, при 973 К относительное удлинение до разрыва образцов с неоднородной структурой примерно в 1,5 раза ниже, чем для образцов с однородной структурой (700 и 450% соответственно). При этом средний размер зерна в таком материале изменяется незначительно (в нашем случае для неоднородной структуры $d_{ср} \sim 0,3$ мкм (рис. 3, б)).

Необходимо отметить, что оценку наличия таких неоднородностей и, тем более, их объемной доли в исследуемом материале проводить достаточно трудно, поскольку на металлографических снимках они не выявляются, а при электронномикроскопическом исследовании, при малой площади фольги, их можно просто не зафиксировать.

При этом свойства исследуемых образцов могут значительно (и практически непредсказуемо) меняться в зависимости от места их вырезки из заготовки. Для сравнения на рис. 4 приведены данные для сплава ВТ6 со средним размером зерна

0,45 мкм. Как видно из данных, приведенных на рис. 4 и в табл. 2, свойства образцов с неоднородной структурой могут быть близкими как к образцам со средним размером элементов зеренно-субзеренной структуры 0,25 мкм, так и к образцам с $d_{cp} \sim 0,45$ мкм. Причем подобная картина наблюдается во всем исследованном интервале температур. Естественно, при попытке анализа таких результатов будет достаточно сложно сделать какие-либо выводы о влиянии среднего размера зерна на свойства СМК материалов.

Таблица 1

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА ВТ6 ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ, СКОРОСТЬ РАСТЯЖЕНИЯ $6,9 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Состояние материала	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
Исходное состояние	900 ± 20	990 ± 20	14
Всестороннее прессование, $d_{cp} = 0,25$ мкм	1320 ± 20	1430 ± 20	13
Всестороннее прессование ($d_{cp} = 0,3$ мкм, неоднородная структура)	1270 ± 50	1350 ± 50	14
Всестороннее прессование, $d_{cp} = 0,45$ мкм	1220 ± 20	1270 ± 20	14

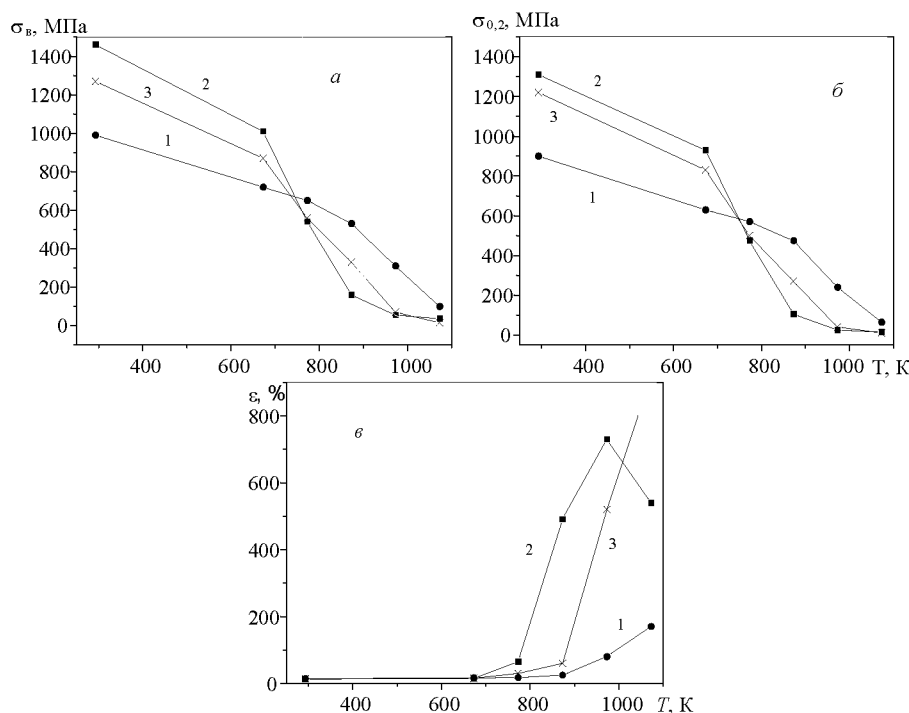


Рис. 4. Температурная зависимость временного сопротивления (а), предела текучести (б) и пластичности (в) сплава ВТ6: 1 – исходное состояние; 2, 3 – после всестороннего прессования; 2 и 3 – средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры 0,25 и 0,45 мкм соответственно

Влияние формирования субмикроструктурной структуры на механические свойства сплава ПТЗВ

Псевдо- α -сплав ПТЗВ относится к той же системе легирования, что и ВТ6, однако содержание легирующих элементов – алюминия и ванадия в нем примерно

на 1,5–2% меньше. По этой причине содержание β -фазы в этом сплаве не превышает 3–5%. По прочностным характеристикам сплав ПТЗВ относится к титановым сплавам средней прочности. После стандартной обработки горячей прокаткой сплав имеет крупнозернистую структуру «корзинчатого плетения». В структуре наблюдаются крупные пластины α -фазы, ограниченные полиэдрическими зернами ($d > 40$ мкм) «превращенной» β -фазы.

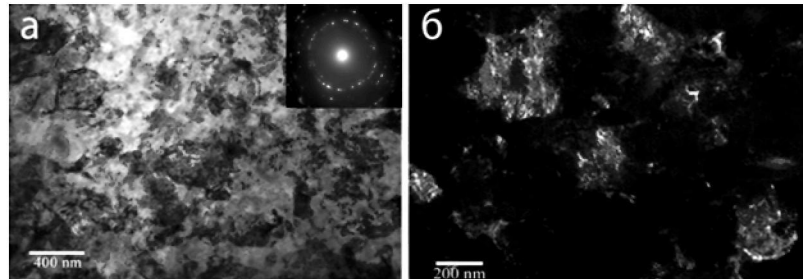


Рис. 5. Электронно-микроскопическое изображение микроструктуры сплава ПТЗВ после всестороннего прессования:
а – светлое поле; б – темное поле

После всестороннего прессования в сплаве формируется однородная глобулярная зеренно-субзеренная структура со средним размером элементов структуры $d_{ср} \sim 0,35$ мкм, при этом размер элементов изменяется в интервале от 0,1 до 0,7 мкм (рис. 5, 6). Формирование такой субмикроструктурной структуры в сплаве ПТЗВ приводит к повышению механических свойств при комнатной температуре примерно на 45% по сравнению со свойствами сплава с крупнокристаллической структурой (табл. 2, рис. 7, кривая 2). При этом деформация до разрушения δ снижается на 6% (с 12,5 до 6,5%). Деформационное поведение сплава с такой структурой характеризуется небольшой стадией деформационного упрочнения (менее 2 %) с последующей локализацией и быстрым разрушением материала.

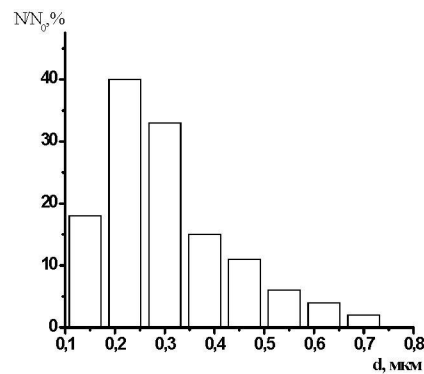


Рис. 6. Гистограмма распределения по размерам элементов зеренно-субзеренной структуры сплава ПТЗВ после всестороннего прессования

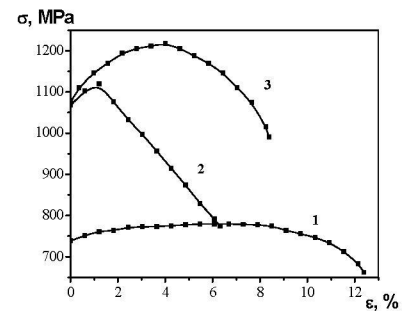


Рис. 7. Кривые течения титанового сплава ПТЗВ в исходном состоянии (1), после всестороннего прессования (2) и последующей прокатки (3)

Дополнительная термомеханическая обработка (прокатка при температуре $0,4T_{пл}$) приводит, по данным электронномикроскопического исследования, к существенному изменению структурного состояния (рис. 8): средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры уменьшается до 0,2–0,3 мкм. Зерна приобретают вытянутую вдоль направления прокатки форму.

После дополнительной прокатки также изменяются механические свойства исследуемого сплава: временное сопротивление увеличивается на 15% (рис. 7, кривая 3), предел текучести не изменяется, а деформация до разрушения повышается до 8,5%. Изменяется также деформационное поведение этих материалов: стадия деформационного упрочнения увеличивается более чем в два раза.

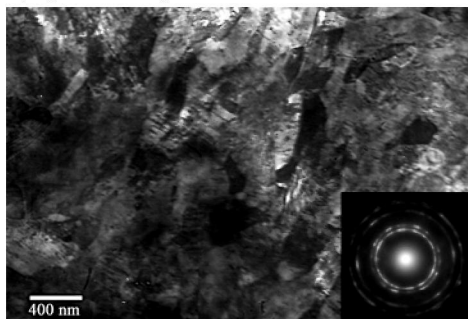


Рис. 8. Электронно-микроскопическое изображение структуры сплава ПТЗВ после всестороннего прессования и последующей прокатки

Таблица. 2

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА ПТЗВ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ, СКОРОСТЬ РАСТЯЖЕНИЯ $6,9 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

Состояние материала	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	δ , %
Исходное состояние	640 ± 20	760 ± 20	12
Всестороннее прессование	1060 ± 20	1120 ± 20	13
Всестороннее прессование с последующей прокаткой	1070 ± 10	1220 ± 10	14

Особенностью сплава ПТЗВ является малое содержание ОЦК β -фазы, по-видимому, это приводит к значительному снижению пластичности сплава при формировании субмикроструктурной структуры.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Прочностные и пластические характеристики титанового сплава Ti-6Al-4V (BT6) могут заметно изменяться даже при наличии относительно небольших неоднородностей (по размеру) элементов зеренно-субзеренной структуры, формируемой при глубокой пластической деформации (аналогично тому, как изменяются механические свойства исследуемого материала при увеличении среднего размера элементов зеренно-субзеренной структуры почти в два раза). Появление относительно крупных зерен в субмикроструктурной структуре также негативно влияет на сверхпластичность сплава BT6. Следовательно, при анализе зависящих от параметров структуры механических свойств, принципиально важным является учет факторов, связанных с неоднородностью структуры.

Прочность малолегируемого псевдо- α -сплава Ti-4,6Al-1,9V (ПТЗВ) также существенно повышается благодаря формированию субмикроструктурной структуры.

Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП (грант № 02.513.11.3160) и РФФИ (грант № 06-02-17336) на оборудовании Центра коллективного пользования – Центра наноструктурных материалов и нанотехнологий БелГУ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Рыбин В. В., Большие пластические деформации и разрушение металлов. – М.: Металлургия, 1986. – 224 с.
2. Трефилов В. И., Мильман Ю. В., Фирстов С. А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. – Киев: Наукова думка, 1975. – 315 с.
3. Колобов Ю. Р. Диффузионно-контролируемые процессы на границах зерен и пластичность металлических поликристаллов – Новосибирск: Наука (Сиб. отделение РАН), 1998. – 184 с.
4. Gleiter H. Nanocrystalline materials // *Physica status solidi*. В. – 1992. – V. 172, N 1. – P. 41.
5. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов/ Ю. Р. Колобов, Р. З. Валиев, Г. П. Грабовецкая и др. – Новосибирск: Наука, 2001. – 232 с.
6. Носкова Н. И., Мулюков Р. Р. Субмикроструктурные и нанокристаллические металлы и сплавы – Екатеринбург: УрО РАН, 2003. – 279 с.
7. Effect of grain-boundary diffusion fluxes of copper on the acceleration of creep in submicrocrystalline nickel / Yu. R. Kolobov, G. P. Grabovetskaya, I. V. Ratochka e. a. // *Annales de Chimie*. – 1996. – N 11. – P. 483–492.
8. Grain boundary diffusion characteristics of nanostructured nickel. Yu. R. Kolobov, G. P. Grabovetskaya, M. B. Ivanov et. al. // *Scripta Met.* – 2001. – V. 44, N 6. – P. 873–878.
9. Проявление сверхпластичности и истинного зернограничного проскальзывания в сплавах Al–Mg–Li после равноканального углового прессования/ Ю. Р. Колобов, Е. Ф. Дударев, Т. Г. Лэнгдон и др. // *Металлы*. 2004. – № 2. – С. 116.
10. The effect of equal-channel angular pressing on structure-phase changes and superplastic properties of Al–Mg–Li alloy/ E. V. Naidenkin, E. F. Dudarev, Yu. R. Kolobov e. a. // *Materials Science Forum* V. 503–504. – January 2006. – P. 983–988.
11. Сравнительные исследования зернограничной диффузии меди в субмикроструктурном никеле/ Г. П. Грабовецкая, И. В. Раточка, Ю. Р. Колобов, Л. Н. Пучкарева // *ФММ*. – 1997. – Т. 83, № 3. – С. 112–116.
12. Kolobov Yu. R., Grabovetskaya G. P. Severe Plastic Deformation. Toward Bulk Production of Nanostructured Materials. – Nova Science Publishers, Inc. Monograph, 2005. – P. 275–293.
13. Салищев Г. А., Миронов С. Ю., Мышляев М. М. Особенности механического поведения и эволюции структуры субмикроструктурного титана в условиях холодной деформации // *Вопросы материаловедения*. – 2002. – № 1. – С. 168–179.
14. Андриевский Р. А., Рагуля А. В. Наноструктурные материалы. – М.: Академия, 2005. – 192 с.
15. Ductility of nanostuctured materials/ C. C. Koch, D. G. Morris, K. Lu, A. Inoue // *Materials Research Society Bull.* – 1999. – V. 24. – P. 54–58.
16. Weertman J. R., Farkas D., Hemker K. et al. Structure and mechanical behavior of nanocrystalline materials // *Materials Research Society Bull.* – 1999. – V. 24, N 2. – P. 44–50.
17. Андриевский Р.А., Глезер А. М. Размерные эффекты в нанокристаллических материалах // *Физика металлов и материаловедение*. – 2000. – Т. 89, № 1. – С. 91–112.
18. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation/ R. Z. Valiev, I. V. Aleksandrov, Y. T. Zhu, T. C. Lowe // *Journal of Materials Reseach*. – 2002. – V. 17. – P. 5–8.
19. Near-perfect elastoplasticity in pure nanocrystalline copper/Y. Champion, C. Langlois, S. Guerin-Maitty e. a. // *Science*. – 2003. – V. 300. – P. 310–311.
20. Tensile properties of in situ consolidated nanocrystalline Cu /S. Cheng, E. Ma, Y. M. Wang et al. // *Acta Mater.* – 2005. – V. 53. – P. 1521–1533.
21. High tensile ductility in a nanostructured meta/Y. Wang, M. Chen, F. Zhou, E. Ma // *Letters to Nature*. – 2002. – V. 419. – P. 912–914.
22. Поздняков В. А. Пластичность нанокристаллических материалов с двухмасштабной структурой// *Деформация и разрушение материалов*. – 2007. – № 4. – С. 9–14.
23. Процессы пластического структурообразования металлов/В. М. Сегал, В. И. Резников, В. И. Копылов и др. – Минск: Навука і тэхніка, 1994. – 232 с.
24. Формирование субмикроструктурной структуры в титане и титановых сплавах и их механические свойства/ Г. А. Салищев, Р. М. Галеев, С. П. Малышева и др. // *Материаловедение и термическая обработка материалов*. – 2006. – № 2. – С. 19–26.