

## ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.295:539.89

### АНАЛИЗ СТРУКТУРНОГО СОСТОЯНИЯ, ФОРМИРУЮЩЕГОСЯ В ТИТАНЕ НА ФИНИШНОМ ЭТАПЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ

© 2020 г. О. И. Волчок<sup>а</sup>, В. В. Калиновский<sup>а</sup>, И. Ф. Кисляк<sup>а</sup>, И. В. Колодий<sup>а</sup>,  
Г. Е. Сторожилов<sup>а</sup>, Н. В. Камышанченко<sup>б, \*</sup>, А. В. Гальцев<sup>б</sup>

<sup>а</sup>Национальный Научный Центр “Харьковский физико-технический институт” НАН Украины,  
ул. Академическая, 1, Харьков, 61108 Украина

<sup>б</sup>ФГАОУ ОУ “Белгородский государственный национальный исследовательский университет”,  
ул. Победы, 85, Белгород, 308015 Россия

\*e-mail: kamysh@bsu.edu.ru

Поступила в редакцию 30.04.2020 г.

После доработки 01.06.2020 г.

Принята к публикации 02.06.2020 г.

Приведены результаты анализа и оценки структурного состояния йодированного титана после деформации волочением при 77 К, которая является финишным этапом интенсивной пластической деформации (ИПД), реализующейся путем последовательного сочетания таких способов деформации, которые обеспечивают различные эпюры напряжения (осадка–выдавливание–экструзия–волочение). На основании исследования температурной зависимости логарифмического декремента затухания крутильных колебаний в интервале температур 77–250 К дана физическая интерпретация немонотонного характера изменения прочности йодидного титана после используемой ИПД, а также сопоставимости полученных значений со значениями прочности титана низкой чистоты.

**Ключевые слова:** интенсивные пластические деформации (ИПД), волочение, внутреннее трение, декремент затухания, прочность, дефекты структуры

**DOI:** 10.31857/S0015323020090107

### ВВЕДЕНИЕ

Одним из основных направлений получения объемных металлических наноструктурных материалов является деформационное измельчение, реализация которого имеет место при интенсивных пластических деформациях [1]. Наряду с существованием сложных схем ИПД (например, равноканальное угловое прессование, изотермическая ковка, винтовая экструзия и др. [1–3]), нами впервые показано, что ИПД, формирующие в материале структурные элементы нанометрического масштаба, реализуются путем последовательного сочетания таких способов деформации, которые обеспечивают различные эпюры напряжения (осадка–выдавливание–экструзия–волочение) [4–9]. При этом деформации волочением, осуществляемые на финишном этапе в криогенных условиях (77 К), являются дополнительным и существенным фактором измельчения структуры.

Цель работы предусматривала анализ и оценку структурных состояний титана, определяющих особенности изменения его механических свойств от степени деформации волочением при 77 К, что

было выявлено ранее в [6] авторами настоящей работы.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

После электронно-лучевой переплавки в вакууме  $1.3 \times 10^{-3}$  Па слиток йодидного титана деформировали по схеме “осадка–выдавливание–волочение”. Осадку и выдавливание проводили при 800 К (степень истинной деформации  $e = 3.6$ ), полученный прутко диаметром 10 мм деформировали волочением до диаметра 3.75 мм ( $e = 2$ ). Далее после стадии предварительного волочения прутко разрезали электроискровым способом на две части, одна из которых прошла финишную деформацию волочением в среде жидкого азота (77 К), а другая, для сравнения, при 300 К. Деформации волочением в криогенных условиях осуществляли на специальной установке, подробно описанной в [10].

Для анализа и оценки структурного состояния титана после финишного этапа волочения проводили измерения температурной зависимости ло-

гарифмического декремента затухания  $\delta(T)$  крутильных колебаний низкочастотного (частота 0.5 Гц) внутреннего трения в интервале температур 77–250 К на установке типа обратного крутильного маятника в режиме нагрева при стабилизации температуры (скорость нагрева 0/025 град/с, период измерения декремента затухания 150 с, вакуум  $1.3 \times 10^{-3}$  Па) в амплитудонезависимой области (относительная амплитуда деформации  $8 \times 10^{-8}$ ). Использовали провололочные образцы диаметром не менее 0.5 мм и длиной 40 мм. Измерение  $\delta(T)$  после финишного этапа ИПД путем волочения при 77 и 300 К проводили для двух степеней деформаций ( $e_1 = 0.92$  и  $e_2 = 1.45$ ), соответствующих экстремальным точкам на зависимостях микротвердости от степени деформации волочением  $H_\mu(e)$ , полученных в работе [6]. Для каждой экспериментальной кривой  $\delta(T)$ , имеющей, как будет показано далее, пикообразную форму, что позволило с помощью компьютерного расчета произвести разложение каждого пика на составляющие. Примененная методика дала возможность рассчитать энергию активации процессов и, следовательно, проанализировать структурное состояние титана после разных этапов волочения. Расчеты энергии активации проводили по формуле Верта–Маркса [11]:

$$U = RT \ln \left( \frac{kT}{hf} \right), \quad (1)$$

где  $T$  – температура максимума пика,  $f$  – частота измерения,  $R$  – газовая постоянная,  $k$  – постоянная Больцмана,  $h$  – постоянная Планка.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Исследование, проведенное в [6], показало, что в результате деформации волочением при 77 К на финишном этапе ИПД путем “осадки–выдавливания–волочения”, имеет место немонотонный характер зависимости изменения микротвердости и электросопротивления от степени деформации (рис. 1). Так, в области деформаций  $e \approx 0.92$  наблюдается резкое увеличение микротвердости и электросопротивления, что свидетельствует о существенном росте концентрации деформационных дефектов и, соответственно, увеличении уровня внутренних напряжений. При дальнейшем увеличении степени деформации волочением при 77 К до  $e > 0.92$  наблюдали падение микротвердости, что может быть результатом релаксации внутренних напряжений за счет раскрытия микротрещин, образующихся из пор, формирующихся в процессе слияния вакансий. Отметим, что вероятность такого процесса велика, так как вакансии образуются при пересечении краевых дислокаций разных знаков, которые, как известно, преобладают над винтовыми при деформациях в криогенных условиях [12, 13]. Отметим, что

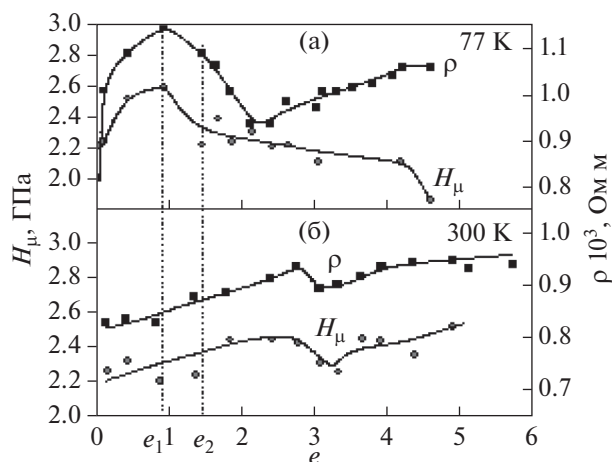


Рис. 1. Зависимость микротвердости и удельного электросопротивления титана от степени деформации волочением при 77 (а) и 300 К (б).

достигнутый в результате волочения при 77 К до  $e = 0.92$  уровень сопротивления пластической деформации при сохранении пластичности для йодидного титана является максимально возможным и сопоставимым с прочностью титана низкой чистоты [14, 15]. Проведенные в настоящей работе измерения температурной зависимости логарифмического декремента затухания показали, что после криогенной деформации до  $e_1$  и  $e_2$  наблюдаются широкие пики внутреннего трения в области температур 100–175 К (рис. 2). При этом режим деформирования существенно влияет на форму и высоту пиков. После деформации до  $e_1$  при 77 К пик внутреннего трения существенно выше, чем при большей деформации ( $e_2$ ), т.е. при меньшей степени деформации в титане образуется и сохраняется после выдержки при 300 К более высокая концентрация линейных и точечных дефектов. Следовательно, при увеличении степени деформации от  $e_1$  до  $e_2$  происходит не увеличение концентрации дефектов, а их уменьшение. Это обуславливает немонотонный характер изменения микротвердости и электросопротивления после финишного этапа ИПД волочением на разные степени деформации. В то же время отсутствие заметной разницы в ширине пиков внутреннего трения в зависимости от степени деформации в криогенных условиях (рис. 2а) свидетельствует о том, что тип (спектр) точечных дефектов, определяемый энергией связи их с дислокациями, не зависит от степени деформации.

Проанализируем это предположение, исходя из существующих представлений о явлениях неупругости в металлах с ГПУ-решеткой. Известно, что в результате пластической деформации таких металлов при изменениях  $\delta(T)$  в области температур 100–175 К возникают пики Хазигути, которые

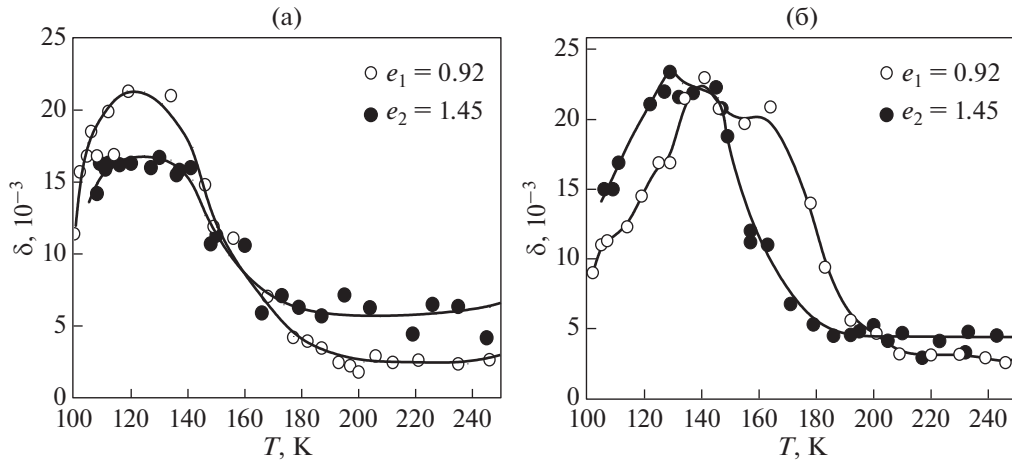


Рис. 2. Температурные зависимости внутреннего трения титана, деформированного волочением при 77 (а) и 300 К (б) на разные степени деформации.

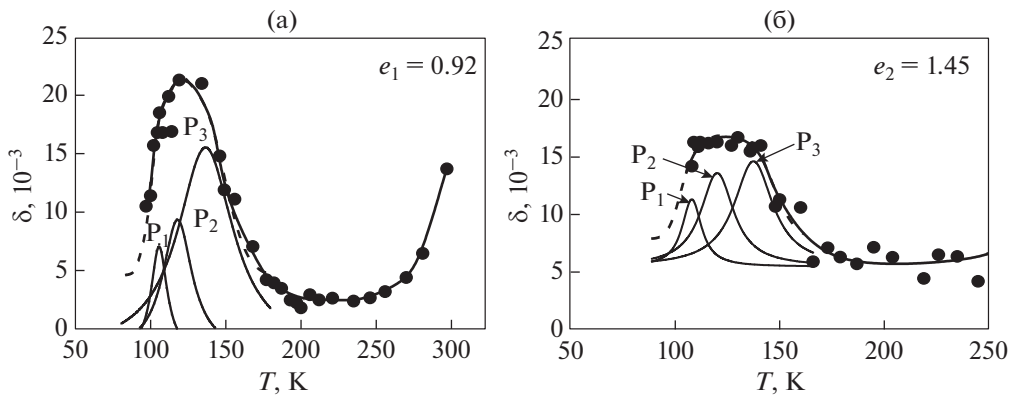


Рис. 3. Разложение экспериментальных температурных зависимостей внутреннего трения титана на дебаевские пики после волочения при 77 К на разные степени деформации.

обусловлены релаксационными процессами взаимодействия линейных и точечных дефектов (например, появлением и движением двойных перегибов на дислокациях, а также их взаимодействием с точечными дефектами) [17, 18]. После деформации волочением выявленные пики Хазигути оказались широкими и, следовательно, не могут быть описаны одним временем релаксации. Такая форма пиков может свидетельствовать о наличии нескольких перекрывающихся на температурной шкале пиков, характеризующихся одним временем релаксации, и при анализе пиков Хазигути их обычно раскладывают на несколько пиков Дебая [18, 19]. В нашем случае установлено, что каждому пику внутреннего трения, полученному после разложения широкого пика, характерна одна энергия активации, определяющая энергию взаимодействия дислокации с различным типом точечных дефектов. В результате проведенного разложения были получены три

дебаевских пика внутреннего трения (рис. 3) и подсчитаны соответствующие им энергии активации каждого релаксационного процесса. Результаты проведенного с помощью компьютерного расчета разложения экспериментальных кривых  $\delta(T)$  на составляющие пики и оценки соответствующих им энергий активации по формуле (1) представлены в табл. 1.

Анализ полученных значений энергии активации дебаевских пиков, возникающих после волочения, показал, что формирующийся спектр точечных дефектов соответствует один и тем же процессам – взаимодействиям дислокаций с дивакансиями, вакансиями и комплексами вакансия–атом внедрения [17–19].

Важно отметить, что высота дебаевских пиков после криогенной деформации до  $e_1$  больше, чем высота соответствующих пиков после деформации до  $e_2$  (рис. 3). Следовательно, после криогенной деформации до  $e_1$  и  $e_2$ , концентрация линей-

**Таблица 1.** Характеристики дебаевских пиков внутреннего трения титана, деформированного при 77 и 300 К до  $e_1$  и  $e_2$

Температура волочения, К	Степень истинной деформации $e$	Температура пиков после разложения экспериментальных пиков, К	Энергия активации процесса, эВ	Тип точечных дефектов взаимодействующих с дислокациями [16–18]
77	$e_1 = 0.92$	P <sub>1</sub> , 104 P <sub>2</sub> , 116 P <sub>3</sub> , 136	0.27 0.31 0.36	Дивакансии Моновакансии Комплексы вакансия–атомы внедрения (H, O)
77	$e_2 = 1.45$	P <sub>1</sub> , 110 P <sub>2</sub> , 116 P <sub>3</sub> , 137	0.29 0.31 0.37	Дивакансии Моновакансии Комплексы вакансия–атомы внедрения (H, O)
300	$e_1 = 0.92$	P <sub>1</sub> , 114 P <sub>2</sub> , 139 P <sub>3</sub> , 166	0.30 0.37 0.44	Дивакансии Комплексы вакансия–атом внедрения (H, O) Комплексы вакансия–атомы внедрения (N, C)
300	$e_2 = 1.45$	P <sub>1</sub> , 111 P <sub>2</sub> , 127 P <sub>3</sub> , 146	0.29 0.34 0.39	Дивакансии Комплексы вакансия–атом внедрения (H, O) Комплексы вакансия–атомы внедрения (O, N)

ных и точечных дефектов разных типов больше после меньшей степени деформации ( $e_1$ ). Такой результат дает возможность объяснить более высокий уровень микротвердости и электросопротивления после волочения до  $e_1$ , чем до  $e_2$ , и подтверждает высказанное ранее предположение о причине резкого падения зависимостей  $H_\mu(e)$  и  $\rho(e)$  после деформирования до  $e > e_1$ : за счет раскрытия микротрещин или коалесценции вакансий в вакансионные диски моноатомной толщины.

Качественно иной характер структуры титана формируется в процессе волочения при 300 К (рис. 2б). В отличие от криогенной деформации, высота пика внутреннего трения после волочения при 300 К до  $e_2$  несколько выше, чем после  $e_1$ , т.е. наблюдается рост концентрации деформационных дефектов по мере увеличения степени деформации, но этот рост небольшой, что соответствует и незначительному приросту микротвердости при повышении степени деформации (рис. 1б). Проведенное в настоящей работе аналогичное разложение экспериментальных пиков внутреннего трения на дебаевские для случая деформации при 300 К и проведенный соответствующий расчет энергии активации релаксационных процессов взаимодействия дислокаций с одним видом точечных дефектов подтвердили, что при меньшей степени деформации ( $e_1$ ) развиваются процессы с большей энергией активации взаимодействия дислокаций с точечными дефектами, чем после волочения при  $e_2$ . Однако разница в значениях этих энергий незначительна (см. табл. 1). Это может быть следствием взаимодействия дислокаций с комплексами вакансия–атомы внедрения разных

примесей (H, O, N и C), имеющими разные атомные радиусы и создающими разные уровни внутренних напряжений. Обращает на себя внимание появление после деформации при 300 К до  $e_1$  пика внутреннего трения при 166 К, отсутствующего для других деформационных обработок. По энергии активации (0.44 эВ) можно сделать заключение, что данный пик может быть связан с наличием винтовых дислокаций. Увеличение степени деформации при 300 К до  $e_2 = 1.45$  приводит к смещению пиков в сторону низких температур, т.е. фактически пик при 166 К с более высокой энергией активации исчезает. Из анализа энергий активации выявленных пиков внутреннего трения следует, что после увеличения степени деформации волочением при 300 К до  $e_2 = 1.45$  происходит существенное снижение количества винтовых дислокаций, увеличение количества краевых дислокаций, а также комплексов “краевая дислокация–точечный дефект”. Точечными дефектами, ответственными за появление пика, могут быть как вакансии деформационного происхождения, так и примесные атомы, например, водород [20]. Важно отметить, что высота и форма пика внутреннего трения титана, деформированного при 300 К на  $e_2 = 1.45$ , совпадает с высотой и формой пика титана, деформированного при 77 К на  $e_1 = 0.92$ , т.е. влияние увеличения степени деформации при 300 К на форму пика аналогично снижению температуры деформации до 77 К. Этот факт представляет практическую значимость, поскольку, если конечные габариты изделия лимитированы (например, диаметр проволоки), то достичь наноструктурного состояния можно и после малых степеней деформации

волочением, но в низкотемпературных (криогенных) условиях.

## ВЫВОДЫ

Полученные экспериментальные данные температурных зависимостей низкочастотного внутреннего трения  $\delta(T)$  для йодидного титана позволяют сделать следующие заключения:

1. Для примененной в настоящей работе технологии ИПД путем последовательного сочетания таких способов деформации, которые обеспечивают различные эпюры напряжения (осадка—выдавливание—экструзия—волочение), достижения максимального уровня прочности имеет место на финишном этапе ИПД путем волочения при 77 К на малые степени деформации ( $0.5 < e < 0.9$ ).

2. Из анализа полученных значений энергии активации процессов взаимодействия точечных дефектов и дислокаций следует, что после разных степеней деформации путем волочения при 77 К, формирующийся спектр точечных дефектов соответствует одним и тем же процессам — взаимодействиям дислокаций с дивакансиями, вакансиями и комплексами вакансия—атом внедрения.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Валиев Р.З., Александров И.В.* Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос. 2000. С. 5–60.
2. *Бельгейзимер Я.Е., Орлов Д.Ф., Сынков Д.В., Решетов А.В.* Винтовое прессование: технологические аспекты // Физика и техника высоких давлений. 2002. Т. 12. № 4. С. 40–46.
3. *Мулюков Р.Р., Имаев Р.М., Назаров А.А., Имаев М.Ф., Имаев В.М.* Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: Эксперимент, теория, технологии. М.: Наука. 2014. 284 с.
4. *Аксенов В.К., Андриевская Н.Ф., Волчок О.И., Олексенко М.М., Стародубов Я.Д., Тихоновский М.А.* Микроструктура и физико-механические свойства естественного композита Cu—Nb после волочения при 77 К // Металлофизика. 1991. Т. 13. № 5. С. 24–28.
5. *Chernyi O.V., Storozhilov G.E., Andrievskaya N.F., Illicheva V.O., Starodubov Ya.D., Volchok O.I., Chirkina L.A., Lazareva M.B., Okovit M.B.* Structure and Properties of Differently Directed Deformed Niobium-Titanium Alloy // IEEE Trans. Appl. Superconductivity. 2005. V. 15. № 2. P. 3502–3505.
6. *Тихоновский М.А., Кисляк И.Ф., Волчок О.И., Рудычева Т.Ю., Яровой В.Г., Кузьмин А.В., Камышанченко Н.В., Никулин И.С.* Физико-механические свойства титана после интенсивной пластической деформации волочением в криогенных (77 К) условиях // Физика и техника высоких давлений. 2008. Т. 18. № 4. С. 96–99.
7. *Неклюдов И.М., Волчок О.И., Калиновский В.В., Оковит В.С., Соколенко В.И., Хаймович П.А., Черняк Н.А., Чиркина Л.А.* Влияние сочетания деформаций при 77 К волочением и квазигидроэкструзией на физико-механические свойства и структурное состояние стали 06X16N15M3B. // Вопросы атомной науки и техники. 2008, сер.: “Вакуум, чистые металлы, сверхпроводники(17),” № 1. С. 108–114.
8. *Kutniy K.V., Volchok O.I., Kislyak I.F., Tikhonovsky M.A., Storozhilov G.E.* Obtaining of pure nanostructured titanium for medicine by severe deformation at cryogenic temperatures // Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. 2011. V. 42. № 2. S. 114–117.
9. *Сторожиллов Г.Е., Андриевская Н.Ф., Тихоновский М.А.* Диффузионный распад интенсивно деформированного Nb—Ti сплава // ФММ. 2014. Т. 115. С. 756–762.
10. *Volchok O.I., Neklyudov I.M., Starodubov Ja.D.* Effects of cryogenic deformation on hardening of 06Kh16N15M3D steel // Cryogenics. 1992. ICMC Supplement. V. 32. P. 114–116.
11. *Wert K., Marx I.* A new method for determining the heat of activation for relaxation processes // Acta Metall. 1953. № 1. P. 113–115.
12. *Гундин И.А., Стародубов Я.Д., Аксенов В.К.* Структура и прочностные свойства металлов с предельно искаженной кристаллической решеткой // Металлофизика. 1980. Т. 2. № 2. С. 4967.
13. *Гундин И.А., Волчок О.И., Аксенов В.К.* Влияние температуры озвучивания и чистоты материала на акустическое упрочнение // ФММ. 1979. Т. 48. В. 3. С. 641–646.
14. *Штремель М.А.* Прочность сплавов. Дефекты решетки. М.: Металлургия. 1982. 278 с.
15. *Колачев Б.А.* Физическое металловедение титана. М.: “Металлургия” 1976. 184 с.
16. *Miyada-Naborikava L.T., De Batist R.* Effect of plastic deformation at 8 K on the damping spectrum of zirconium // J. Physique. 1983. V. 44. С. 9-651–9-656.
17. *Okuda S., Hasiguti R.R.* Internal friction peaks of cold worked gold and copper // Acta Metal. 1963. V. 11. P. 257–265.
18. *Новик А., Бери Б.* Релаксационные явления в кристаллах. М.: Атомиздат. 1975. 472 с.
19. *Golovin I.S., Pavlova T.S., Golovina S.B., Sinning H.R., Golovin S.A.* Effect of severe plastic deformation on internal friction of an Fe—at % Al alloy and titanium // Mater. Sci. Eng. A. 2006. V. 442. P. 165169.
20. *Numakura H., Minonishi Y., Koiwa M.* Internal-friction and electron microscopy studies of cold-worked single-crystal and polycrystalline titanium // Philos. Mag. A. 1991. V. 63. P. 785–792.