

УДК: 539.377; 548.24; 539.4.015.1

Особенности образования механических двойников в закаленном титане

© 2010 Н.В.Камышанченко, И.С.Никулин, Д.П.Кузнецов,
М.С.Кунгурцев, И.М.Неклюдов*, О.И.Волчок*

Белгородский государственный университет
E-mail: nikulin@bsu.edu.ru; funkofun@gmail.com; argus1985@rambler.ru

* ННЦ "Харьковский физико-технический институт", Украина
E-mail: neklyudov@kpt.kharkov.ua; volchok.oleg@hotmail.com

Поступила в редакцию 4 марта 2010 г.

Рассмотрены эффекты, сопровождающие двойникование титана в различном структурном состоянии после прокатки, отжига и закалки.

Ключевые слова: титан, горячая прокатка, отжиг, закалка, двойникование, структурные дефекты, дислокации.

Twinning of Ti in different structure conditions after hot rolling, annealing, and quenching has been studied.

Keywords: Ti, hot rolling, annealing, quenching, twinning, structure defects, dislocations.

Введение

Процессы пластической деформации двойнящихся материалов до сих пор изучены недостаточно и не поддаются прогнозированию. Отсутствие общепринятых представлений о механизмах этого явления, сложный характер взаимодействия полных и частичных дислокаций и наличие других, кроме двойников, дефектов кристаллического строения затрудняет построение общей теоретической модели и интерпретацию экспериментальных результатов. Нелинейный характер поведения двойнящегося материала под нагрузкой еще более усложняет физическую картину его деформации.

Предложенные модели двойнящихся дислокаций [1] и дислокационных источников [2] пригодны для объяснения образования упругих двойников в области кристалла, свободной от дефектов. Известны также дислокационные модели, объясняющие

образование двойников при наличии внутренних концентраторов напряжения [3,4].

Существуют надежные данные по влиянию дефектов, легирующих элементов и примесей на двойникование кристаллов [1,5], из которых следует, что механическое двойникование является фундаментальным свойством кристаллических систем, обусловленное анизотропией упругих свойств кристаллической решетки [6-8]. В [9-11] изучена роль дислокаций леса как потенциальных барьеров для движения двойнящихся дислокаций, влияющего на стадии деформационного упрочнения [12]. Однако в общем влияние дефектов (вакансий, вакансионных комплексов, дислокаций леса) на процессы деформационного двойникования в металлах изучено явно недостаточно.

В данной работе исследовано влияние закалки от высоких температур на структуру, прочностные свойства и развитие механических двойников в титане марки BT1-0.

Материалы и методика эксперимента

Исследования проводились на горячекатаном (прокатный стан ВЭМ-3 СМ, 500°C, деформация $\epsilon=75$, 85 и 93%) технически чистом титане марки ВТ1-0, отожженном при температуре 550°C. Образцы для исследования вырезались на установке Sodick AQ 300L вдоль направления прокатки, после чего часть образцов подвергалась отжигу при 700°C, а другая часть после такого отжига подвергалась закалке с 1100°C в воду.

Образцы механически шлифовались, полировались и подвергались электрополировке в электролите 10% HF + 30% HNO₃ + 60% H₂SO₄ при напряжении $U=14$ В и температуре 20°C, после чего травились в растворе 2 мл HNO₃ + 2 мл HF + 96 мл H₂O.

Ориентация кристаллической решетки и структура образцов изучалась с помощью растрового электронного микроскопа Quanta 200 3D в режиме дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD-анализ). Экспериментальные исследования зарождения и развития механических клиновидных двойников при микроиндентировании проводились с использованием одного и того же индентора на микротвердомере DM-8B по плоскости (0001) при комнатной температуре и минимальной нагрузке на

индентор, обеспечивающей образование механического двойника в отожженном и закаленном образцах.

Клиновидные механические двойники исследовались с помощью оптического (Olympus GX71) и зондового (Ntegra Aura) микроскопов. Рентгеноструктурный анализ образцов проводился на дифрактометре ARL X'TRA.

Результаты и обсуждение

По мере увеличения деформации прокатки с 75 до 93% происходит измельчение полиэдрической структуры исходных зерен α -Ti (рис.1) при одновременном уменьшении величины среднеквад-

Таблица 1

Размер зерен (мкм) в Ti после прокатки при 500°C и неполного отжига при 550°C

	Степень деформации			
	Состояние поставки	93%	87%	75%
Средний размер	85,72	4,37	5,25	7,14
Минимальный размер	33,63	1,59	1,24	2,37
Максимальный размер	155	7,99	8,07	10,31
Среднеквадратичное отклонение	33,83	1,42	1,73	1,84

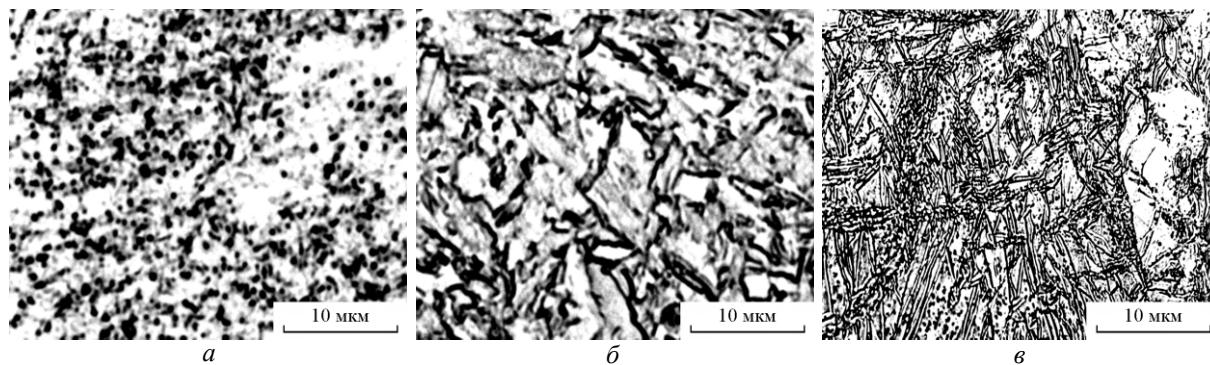


Рис.1. Микроструктура Ti после прокатки при 500°C: а — $\epsilon=93\%$; б — $\epsilon=85\%$; в — $\epsilon=75\%$. $\times 2000$.

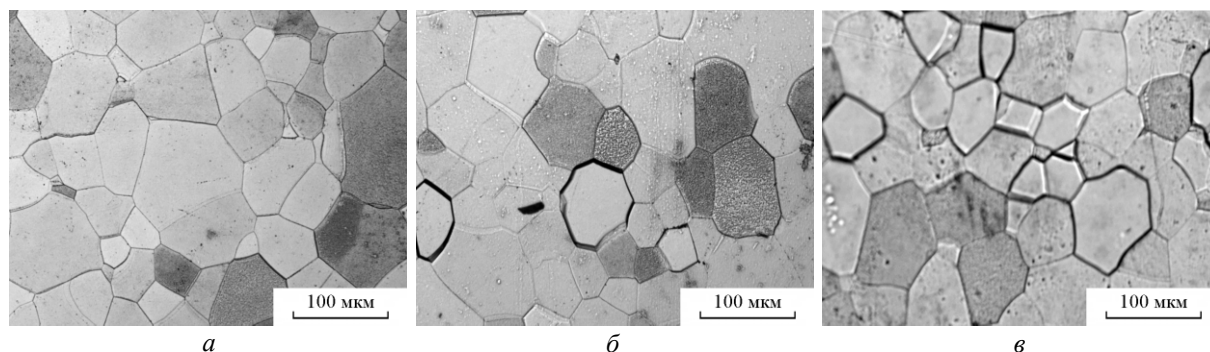


Рис.2. Микроструктура Ti после прокатки и отжига при 700°C: а — $\epsilon=93\%$; б — $\epsilon=85\%$; в — $\epsilon=75\%$. $\times 200$.

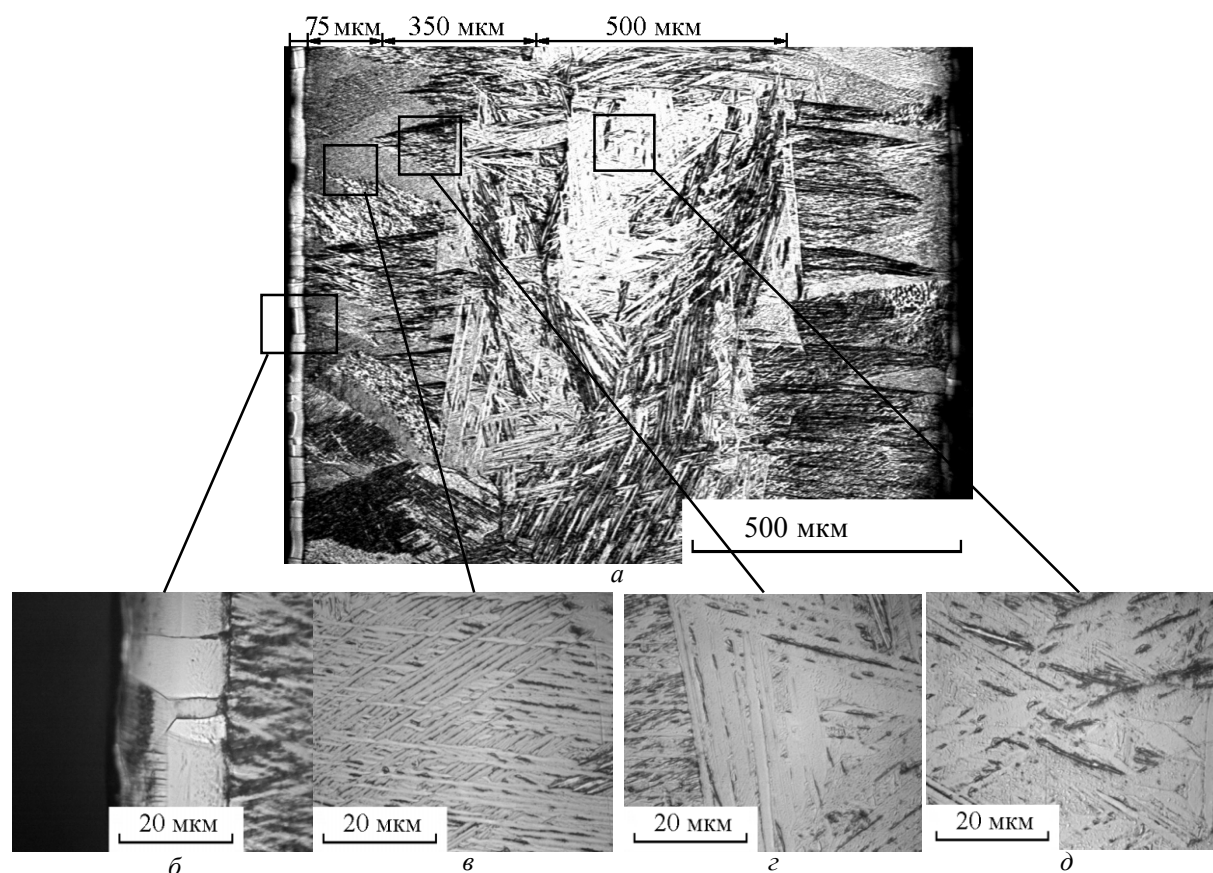


Рис.3. Микроструктура Тi после закалки от 1100°C в воду: а — общий вид; б-д — увеличенное изображение выделенных участков.

тичного отклонения от среднего значения (табл.1). После отжига при 700°C зерна становятся более равноосными и почти одинаковыми по размеру и площади (рис.2). Рентгеноструктурный анализ показал, что структура образцов в состоянии поставки, после горячей прокатки при 500°C, отжига при 700°C и закалки состоит из зерен α -Ti с ГПУ решеткой.

Микроструктура закаленных образцов, предварительно деформированных на 75%, характеризуется сложным и неоднородным строением. В результате взаимодействия химически активного Ti с газовой атмосферой (O, N, H) закалочной печи формируются слои различной толщины с различной структурой (рис.3а). Поверхностный хрупкий слой толщиной ~25 мкм (рис.3б) обладает максимальной твердостью (рис.4а), толщина более глубоких слоев составляет ~75, 350 и 800 мкм соответственно (рис.3в-д). В отличие от горячекатаных и отожженных образцов Ti, прочность, пластичность и микротвердость которых зависит, в основном, от степени деформации и температуры последующего отжига [13], в закаленном образце свойства материала зависят от глубины

залегания анализируемого слоя от поверхности (рис.4).

Повышение предела текучести ГПУ металлов после быстрого охлаждения от высоких температур впервые экспериментально наблюдалось в Zn [14]. Было высказано предположение, что эффект упрочнения связан с избыточной концентрацией закалочных вакансий, сохраняющихся в металле при его быстром охлаждении. Дальнейшие исследования на Zn и Mg подтвердили справедливость предположения о влиянии закалочных дефектов на прочностные свойства металлов. Повышение концентрации точечных дефектов, так же как и введение в материал дислокаций леса, качественно изменяет структуру кристалла, определяющую уровень скалывающих напряжений [12,14-16].

Величина нагрузки на индентор, достаточная для образования механического двойника, зависит от предыстории и структурного состояния материала. Так, в образцах Ti, прокатанных до $\epsilon=75\%$ и отожженных при 700°C, для образования механических двойников в плоскости (0001) достаточно приложить к индентору нагрузку 10 г, тогда как в закаленных

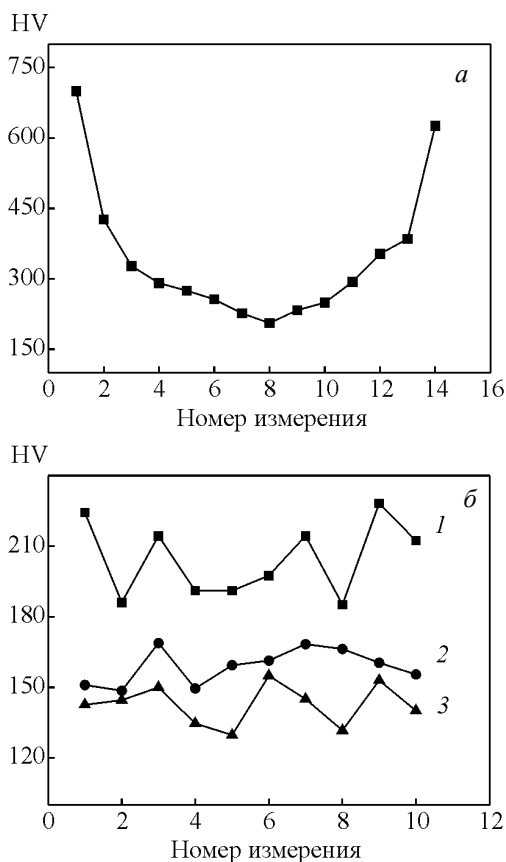


Рис.4. Микротвердость Ti после закалки (а) и после горячей прокатки и отжига при 550°C (б): 1 — $\epsilon=75\%$; 2 — $\epsilon=87\%$; 3 — $\epsilon=93\%$.

образцах после снятия поверхностных слоев (рис.3б,в,г) для этого требуется нагрузка 25 г. Средняя длина границы двойниковой прослойки в образцах, деформированных прокаткой, заметно больше, чем в закаленных, а образующиеся при этом механические двойники различаются не только геометрическими размерами, но и конфигурацией клиновидного строения (рис.5).

Если в деформированных прокаткой и отожженных при 700°C образцах граница двойниковой прослойки от устья к вершине достаточно прямолинейна, то в закаленном образце она имеет изогнутую форму с заметным проявлением второй границы на поверхности двойниковой прослойки. В отожженном образце вдоль аккомодационной плоскости выделяются линии скольжения, которые пересекают двойниковую плоскость, в тог время как в закаленном образце проявляются полосы сброса перед аккомодационной плоскостью за границей двойниковой плоскости.

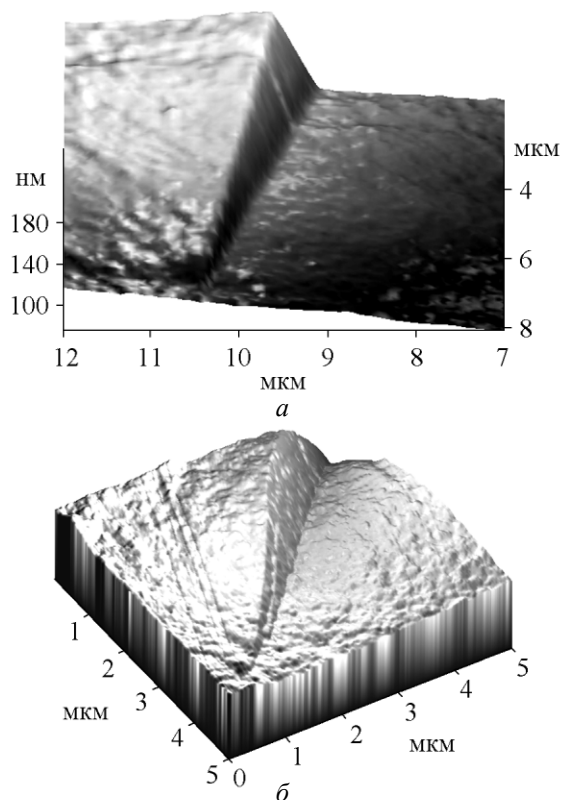


Рис.5. Поверхность Ti в зоне клиновидного двойника: а — отжиг при 700°C; б — закалка с 1100°C в воду.

Искривление двойникующей границы может происходить в результате столкновения двойника с различными структурными дефектами или под действием нескомпенсированных локальных напряжений, существующих в кристалле. Профиль двойниковой границы при этом будет изменяться поразному, в зависимости от места расположения и мощности стопора [17].

Полученные данные по утолщению двойниковой прослойки в закаленном образце, оцениваемому как отношение ширины двойника h к его длине L [18], и по средней плотности двойникующих дислокаций позволяют высказать предположение, что основным фактором, определяющим движение двойникующей дислокации, является структура кристаллической решетки, в которой распространяется двойник. Как видно из представленных в табл.2 данных, плотность двойникующих дислокаций в закаленном Ti заметно ниже, чем в отожженном.

Очевидно, в процессе образования механического двойника происходит взаимодействие двойникующих дислокаций, движение которых обеспечивает структурную релаксацию в деформированном объеме кристалла, с дефектами кристаллической

Таблица 2

Геометрические размеры двойников и плотность двойнивающих дислокаций в отожженном и закаленном Тi							
№ п/п	Способ обработки	Степень деформации ϵ , %	Нагрузка на индентор, г	Длина двойника L , мкм	Ширина двойника h , мкм	h/L	Средняя плотность двойнивающих дислокаций $\rho_{ср}$, см ⁻²
1	Горячая прокатка+отжиг при 700°C	75	10	17	1,2	0,07	$1,194 \cdot 10^6$
2	Закалка от 1100°C в воду при 20°C	75	25	7	1,6	0,23	$0,387 \cdot 10^6$

решетки. При взаимодействии со стопорами происходит торможение двойнивающих дислокаций и в результате протекания соответствующих дислокационных реакций они исключаются из процесса двойнирования.

Подтверждением этому могут служить результаты исследования протравленной поверхности Тi (рис.6). Состояние поверхности в зоне двойнирования отожженных и закаленных образцов существенно отличается. В отожженном образце на границе двойника и базисной плоскости за двойником име-

ется глубоко протравленная область, в которой трудно определить места выхода отдельных дислокаций. Растворенная область на границе двойниковой плоскости распространяется от устья к вершине двойника. В закаленном образце глубина протравленной зоны меньше, а сама эта зона более равномерна от устья к вершине двойника. Таким образом, можно сделать вывод, что в отожженном образце протравленная область образуется на границе механического двойника в аккомодационной зоне, то в закаленном образце она смещается к зоне, где наблюдаются полосы сброса.

Известно, что в отожженном Тi распространению двойниковой прослойки препятствует развитие скольжения в основном материале и в зоне прослойки. Скольжение в основном материале происходит, главным образом, по плоскостям базиса (0001). Согласно [19], скопления двойнивающих дислокаций на границе создают на определенной глубине под поверхностью кристалла поля напряжений, и двойниковые границы упруго взаимодействуют с этими полями, что приводит к интенсивному развитию процессов скольжения в окрестностях границ раздела. В результате, плотность дислокаций леса может возрастать на несколько порядков по сравнению со средними значениями, и это будет приводить к уменьшению толщины двойников [20,21].

Скользкие дислокации останавливаются на границе двойнивающей прослойки и параллельных плоскостях (0001), что вызывает изменение рельефа и повышение уровня внутренних напряжений в области материала за границей двойнивающей прослойки, в которой происходит наиболее сильное растравливание. Перед границей двойнивающей прослойки сохраняется узкая область со структурой исходного материала, в которой не происходила пластическая деформация скольжением и которая поэтому обладает слабой травимостью. Аналогичные процессы наблюдались в монокристаллах Zn [22].

Известно, что увеличением концентрации легирующих элементов свыше предела растворимости можно изменять предел текучести материала при

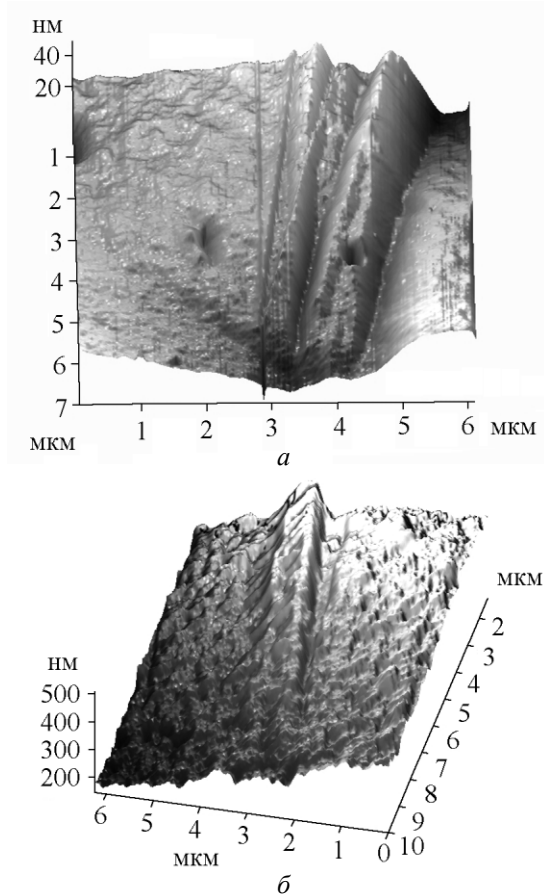


Рис.6. Поверхность Тi в зоне клиновидного двойника после травления: а — отжиг при 700°C; б — закалка с 1100°C в воду.

скольжении. Можно предположить, что значительное увеличение плотности дефектов до $\sim 10^9$ см⁻² при закалке от высоких температур также будет способствовать увеличению предела текучести при скольжении, и двойничающие дислокации при этом могут свободно выходить на поверхность кристалла и не создавать значительных полей внутренних напряжений. Кроме того, в металлах с ГПУ структурой возможны реакции между базисными и двойничающими дислокациями, приводящие к релаксации внутренних напряжений на двойниковых границах и, тем самым, облегчающие двойникование.

Существование в закаленных образцах более равномерной и менее глубокой зоны травления в области основного материала за двойничающей плоскостью дает основания полагать, что закалочные дефекты способствуют структурной релаксации в области образования двойника.

Выводы

Показано, что введение структурных дефектов при закалке Ti приводит к образованию механических двойников в результате воздействия концентрированного нагружения, форма и размеры которых отличаются от двойничающих прослоек в отожженных образцах.

Выявляющаяся при химическом травлении дефектная двойниковая область в отожженных образцах Ti локализована в зоне контакта основного материала с плоскостью двойничающей прослойки и распространяется вдоль механического двойника на всю его длину.

Увеличение плотности дефектов в объеме кристалла при его закалке от высоких температур повышает предел текучести скольжения и способствует свободному выходу на поверхность двойничающих дислокаций.

Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования БелГУ.

Литература

1. Владимирский К.В. О двойниковании кальцита. ЖЭТФ, 1947, т.17, вып.6, с.530-536.
2. Cottrell A.H., Billy B.A. A mechanism for of deformation twins in crystals. Phil.Mag., 1951, v.329, No.42, p.573-581.
3. Трефилов В.Н., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. Киев: Наукова думка, 1975, 315 с.
4. Yoo H.M., Wei C.T. Twinning in zinc by indentation. J.Appl.Phys., 1967, v.38, No.7, p.2974-2976.
5. Башмаков В.Н. Физические закономерности механического двойникования ГПУ и ромбоэдрических металлических кристаллов под действием статических, переменных и импульсных нагрузок. Дисс.докт.физ.-мат. наук. Мозырь, 1986, 319 с.
6. Ван Бюрен. Дефекты в кристаллах. М.: ИЛ, 1962, 583 с.
7. Лихачев В.А., Кузьмин С.Л., Каменцева З.П. Эффект памяти формы. Л.: Изд-во ЛГУ, 1987, 216 с.
8. Финкель В.М., Федоров В.А., Королев А.П. Разрушение кристаллов при механическом двойниковании. Ростов-на-Дону: Изд-во РГУ, 1990, 176 с.
9. Лаврентьев Ф.Ф., Владимиров В.А. О роли дислокаций леса в пластической деформации монокристаллов цинка. ФММ, 1970, т.29, с.150-156.
10. Лаврентьев Ф.Ф. Взаимодействие дислокаций в цинке, висмуте и сурьме при двойниковании. ФММ, 1964, т.18, вып.3, с.428-436.
11. Загоруйко Л.Н., Солдатов В.П. Влияние дислокаций леса на ползучесть монокристаллов цинка. ФММ, 1980, т.50, №2, с.415-423.
12. Лаврентьев Ф.Ф. Роль дислокаций леса в упрочнении металлических кристаллов. В сб.: Элементарные процессы пластической деформации кристаллов. Киев: Наукова думка, 1978, с.64-74.
13. Камышанченко Н.В., Неклюдов И.М., Волчок О.И., Никулин И.С. Влияние режимов отжига при механико-термической обработке титана на особенности его механического поведения и физико-механические свойства. Перспективные материалы, 2009, №6, с.30-35.
14. Li C.H., Washburn J., Parker E.R. Trans. AIME, 1953, v.197, p.1223.
15. Смирнов Б.Н. Дислокационная структура и упрочнение кристаллов. Л.: Наука, 1981, 236 с.
16. Баранов А.А. Фазовые превращения и термоциклирование металлов. Киев: Наукова думка, 1974, 231 с.
17. Косевич В.М., Мороз Н.Г., Башмаков В.Н. Влияние включений на двойникование кристаллов цинка. 1960, т.5, вып.3, с.426-431.
18. Бойко В.С., Гарбер Р.И., Косевич А.М. Обратимая пластичность кристаллов. М.: Наука, 1996, 278 с.
19. Бойко В.С., Гарбер Р.Н., Косевич А.М. Обратимая пластичность кристаллов. М.: Наука, 1991, 278 с.
20. Башмаков В.И., Шинкаренко С.П. Движение границ некогерентных двойников при циклировании. Изв. ВУЗов, Физика, 1972, №9, с.125-127.
21. Башмаков В.И., Босин М.Е., Пахомов П.П. Феноменологическое описание эффекта Баушингера на единичных двойниках в металлических кристаллах. УФЖ, 1971, т.16, №12, с.2202-2209.
22. Лаврентьев Ф.Ф., Старцев В.И. О структуре области аккомодации в монокристаллах цинка и висмута. ФММ, 1962, т.13, №3, с.441-450.