

УДК 539.374

ВЛИЯНИЕ ОТЖИГА ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИИ КРУЧЕНИЕМ В КАМЕРЕ БРИДЖМЕНА НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА

© 2021 г. Н. А. Шурыгина^{1, *}, А. М. Глезер^{1, 2, 3}, Д. Л. Дьяконов¹, Р. В. Сундеев^{1, 4}

¹Федеральное государственное унитарное предприятие

“Центральный научно-исследовательский институт черной металлургии имени И.П. Бардина”,
Научный центр металловедения и физики металлов, Москва, Россия

²Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего профессионального образования
Национальный исследовательский технологический университет “МИСиС”, Москва, Россия

³Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“Тольяттинский государственный университет”, Научно-исследовательский институт
прогрессивных технологий, Тольятти, Россия

⁴Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
“МИРЭА – Российский технологический университет”, Москва, Россия

*E-mail: shnadya@yandex.ru

Поступила в редакцию 25.01.2021 г.

После доработки 25.02.2021 г.

Принята к публикации 29.03.2021 г.

Проанализировано влияние отжига после деформационной обработки в камере Бриджмена путем больших пластических деформаций кручением при высоком квазигидростатическом давлении на структуру, механические характеристики, исследована термическая стабильность ω фазы высокого давления, образующаяся при кручении при высоком квазигидростатическом давлении технически чистом титане марки ВТ1-0.

DOI: 10.31857/S0367676521070231

ВВЕДЕНИЕ

Одним из эффективных методов повышения прочностных характеристик чистого титана до уровня легированных сплавов является метод больших пластических деформаций, в частности, кручение под высоким квазигидростатическим давлением (КВД) в камере Бриджмена [1, 2].

Как было показано в статье [3], в результате КВД при 293 К в камере Бриджмена микроструктура технически чистого титана представляет собой смесь α - и ω -фаз. Для объяснения специфики структуры α -фазы, формирующейся при КВД, в работе [4] была предложена модель “двухфазной смеси”. Ее суть заключается в том, что структура α -фазы титана состоит из смеси двух “фаз”: первая включает в себя деформационные фрагменты (ДФ), имеющие деформационное происхождение [5], а вторая состоит из группы рекристаллизованных зерен (РЗ), сформировавшихся в результате непрерывной динамической рекристаллизации [6]. Каждая из этих “фаз” характеризуется определенной объемной долей и собственным распределением по размерам.

В [7] описывается исследование влияния отжига на коммерчески чистый титан ВТ1-0 после большой пластической деформации кручением. Авторами было установлено, что после отжига в течение 10 мин при температуре 200°C видимых изменений структуры не наблюдалось, однако уже при 250°C дислокации переместились из внутренних областей зерен к границам. При анализе механических свойств наблюдалось увеличение прочности на 30% и повышение пластичности после отжига при температуре 300°C по сравнению с исходным образцом. Однако повышение температуры отжига до 350°C приводило к ухудшению этих свойств. Значения предела текучести и предела прочности на растяжение оказывались самыми высокими в промежутке от 250 до 300°C. Пластичность также увеличивалась в этом температурном диапазоне.

Авторами [8] изучено влияние нагрева после деформации на структуру и свойства сплава ВТ1-0 после КВД. Ими установлено, что путем КВД в сплаве можно получить структуру со средним размером зерна 100 нм при наличии областей, в которых размер зерна может составлять 20–30 нм.

Авторами было выявлено два основных этапа структурных превращений при нагреве. Низкотемпературное превращение развивалось с достаточно большой скоростью и заключалось в перераспределении дислокаций и напряжений. При высокотемпературном превращении, начинающемся при 300–350°C, происходил рост зерен. Установлено, что деформированный ультрамелкозернистый титан обладал высокими значениями прочностных характеристик, но проявлял различие в температурных зависимостях предела текучести и микротвердости, что может быть связано с различием процессов деформационного упрочнения в деформированном и отожженном состояниях. Оптимальный комплекс свойств, соответствующий одновременно высокой прочности и пластичности, ультрамелкозернистый титан проявлял после отжига при 250°C.

Данная работа посвящена анализу влияния отжига после деформационной обработки в камере Бриджмена путем больших пластических деформаций кручением при высоком квазигидростатическом давлении (КВД) на структуру, механические характеристики технически чистого титана марки ВТ1-0.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В качестве материала для исследования был выбран технически чистый титан ВТ1-0 (α -фаза). Образцы в исходном состоянии представляли собой пластины толщиной 200 мкм, которые были отожжены при 800°C в течение 3 ч. В исходном состоянии материал имел равноосную структуру зерен со средним размером ≈ 150 мкм. Затем образцы были подвергнуты КВД ($P = 6$ ГПа) в камере Бриджмена при комнатной температуре со скоростью вращения и при числе полных оборотов подвижного бойка 1 об./мин и $N = 1/4; 1/2; 1; 2; 3$ и 4 соответственно. После КВД был проведен отжиг в вакуумной печи при температурах 100–500°C в течение 30 мин.

Рентгеноструктурный анализ проводился на дифрактометре ДРОН-3 с использованием излучения $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1.54178 \text{ \AA}$). Анализ производился интегрально со всей плоскости образца. Исследования микроструктуры проводили после КВД с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM 200СХ при ускоряющем напряжении 160 кВ. Тонкие фольги для просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) получали методом струйной полировки на установке TenuPol-5. Состав электролита: 20% $\text{HClO}_4 + 80\% \text{CH}_3\text{CO}_2\text{H}$.

Измерения микротвердости HV выполнялись на микротвердомере LECO М 400А при нагрузке 500 Н и времени нагружения 5 с. Все исследования структуры и механических свойств проводи-

лись в областях, соответствующих половине радиуса дискообразных образцов.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

По результатам рентгеноструктурного анализа было установлено, что в исходном состоянии материал имеет однофазную структуру α -Ti. После КВД обнаружено появление пиков, соответствующих линиям гексагональной ω -фазы титана: ω -фаза появляется уже при $N = 1/4$ в количестве $V_\omega = 0.08$ и ее относительный объем плавно увеличивается с увеличением N до $V_\omega = 0.23$ ($N = 4$) [9]. При отжиге ω -фаза сохраняется в материале при $T_{\text{отж}} = 100$ и 200°C, при температурах выше 250°C ω -фазы в материале не наблюдается. Иными словами, ω -фаза испытывает обратное превращение $\omega \rightarrow \alpha$ после отжига при температуре выше 250°C.

На рис. 1 представлена эволюция структуры с увеличением температуры отжига $T_{\text{отж}}$ после КВД ($N = 2$). При температурах отжига 100 и 200°C структура представляет собой смесь двух фаз α и ω . Начиная с температуры примерно 250°C, заметен рост старых и образование новых зерен. При температурах 300 и 350°C наблюдается фрагментированная структура, содержащая большое количество динамически рекристаллизованных зерен.

При отжиге при температуре 400°C в исходной фрагментированной структуре видны крупные совершенные рекристаллизованные зерна равноосной формы. При отжиге при температуре 500°C структура полностью однофазная α -Ti с размером зерна ≈ 2 мкм, внутри зерен наблюдаются выделения карбидов (рис. 2).

На рис. 3а представлена зависимость среднего размера деформационных фрагментов D_Φ и рекристаллизованных зерен D_{P3} от температуры отжига $T_{\text{отж}}$, а на рис. 3б – зависимость относительной доли деформационных фрагментов S_Φ и рекристаллизованных зерен S_{P3} с ростом $T_{\text{отж}}$. Зависимости были получены с помощью метода ПЭМ по методике, изложенной в [4]. Представленные результаты соответствуют деформации $N = 2$, но аналогичные зависимости были также получены для других значений N .

Как видно из рис. 3б, после отжига при $T_{\text{отж}} < 300^\circ\text{C}$ заметных изменений в значениях D_Φ и D_{P3} не наблюдается.

Значительные изменения в структуре происходят после отжига при $T_{\text{отж}} = 350\text{--}500^\circ\text{C}$: наблюдается резкое возрастание доли рекристаллизованных зерен и снижение доли деформационных фрагментов, что соответствует протеканию первичной рекристаллизации. На рис. 3а видно, что наблюдается резкое повышение значения D_{P3} от ≈ 120 до 380 нм. Это свидетельствует о том,

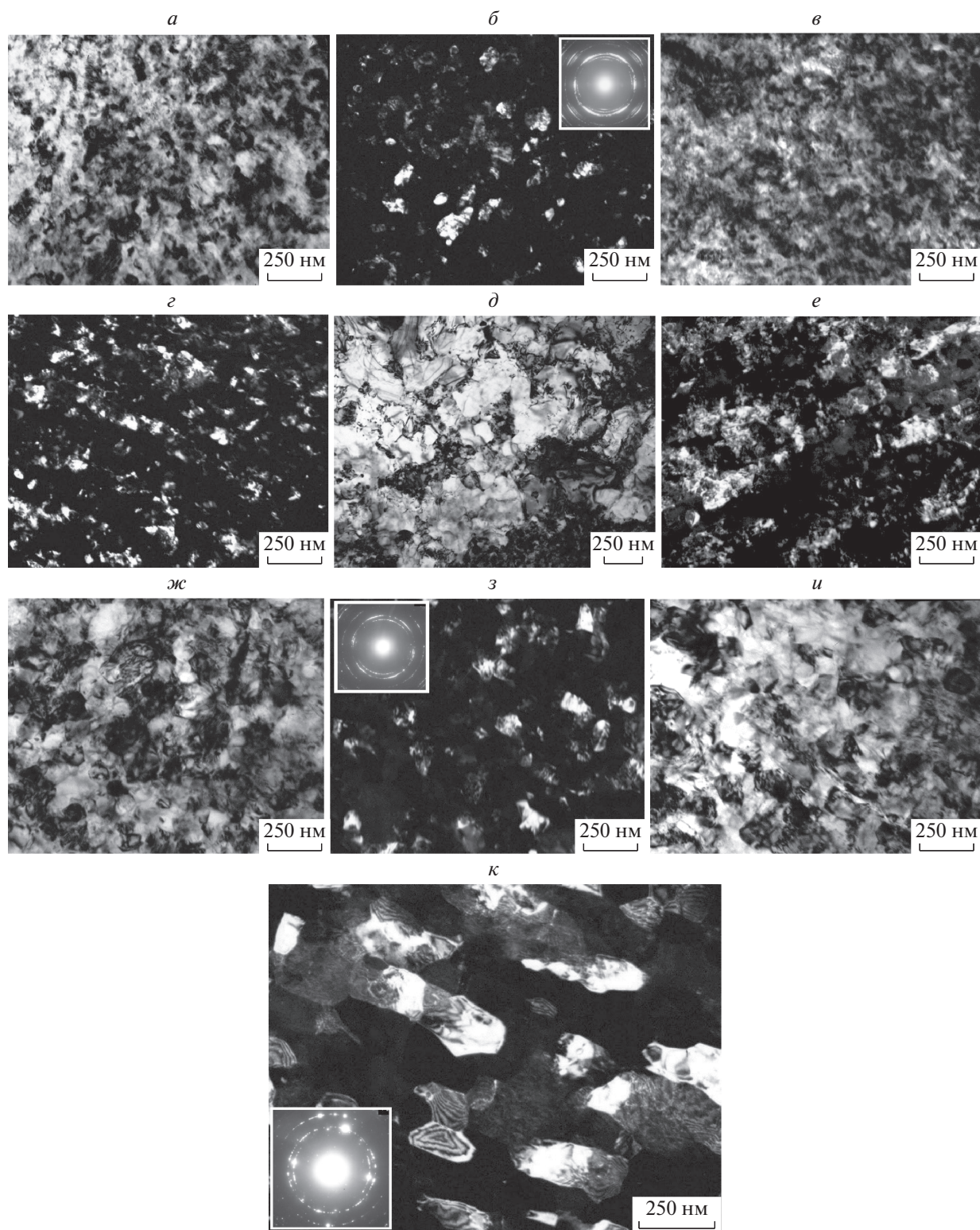


Рис. 1. Эволюция микроструктуры после КВД ($N = 2$) и последующего отжига при температурах: 100 (*a, б*), 200 (*в, г*), 300 (*д, е*), 350 (*ж, з*) и 400 (*и, к*) °С. *a, в, д, ж, и* – светлопольные изображения; *б, г, е, з, к* – темнопольные изображения в рефлексе $[100]_{\alpha}$.

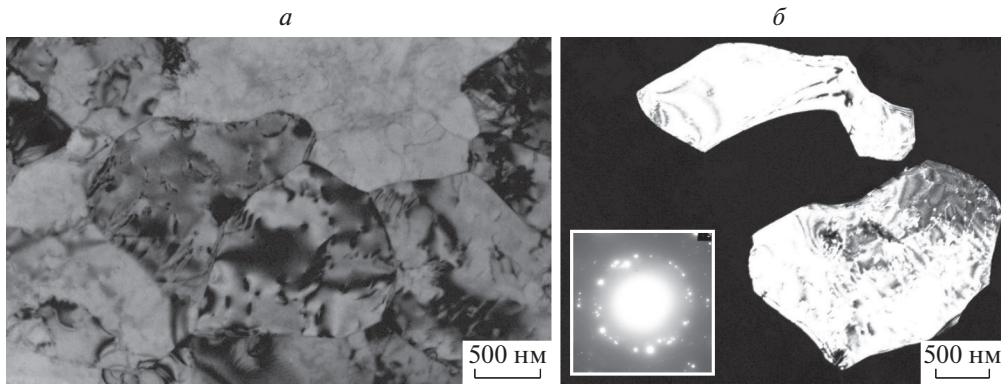


Рис. 2. Микроструктура после КВД ($N = 2$) и последующего отжига при температуре 500°C . Внутри зерен наблюдаются выделения карбидов (светлопольное изображение (а); темнопольное изображение (б) в рефлексе $[100]_\alpha$).

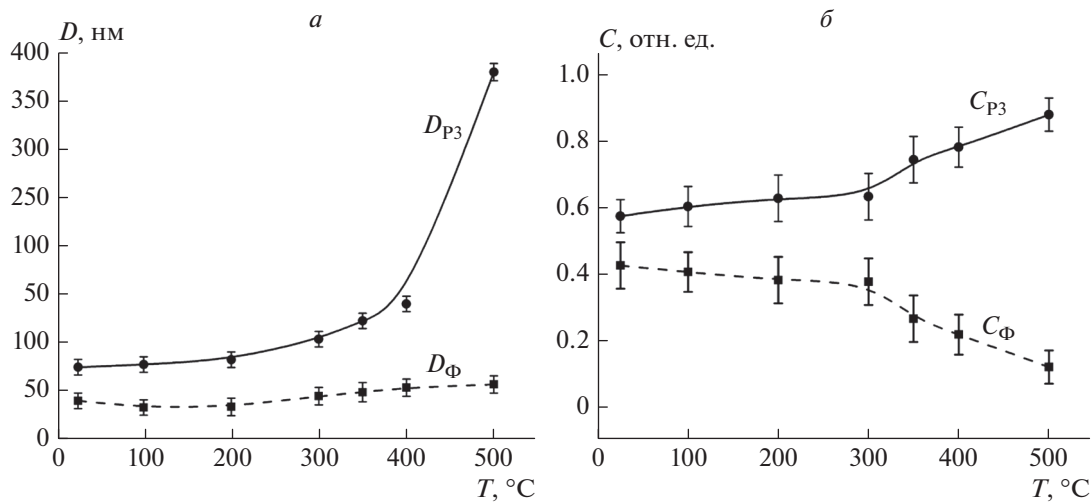


Рис. 3. Зависимости от температуры отжига $T_{отж}$: относительных долей фрагментов и рекристаллизованных зерен (а) и их средних размеров (б). $N = 2$.

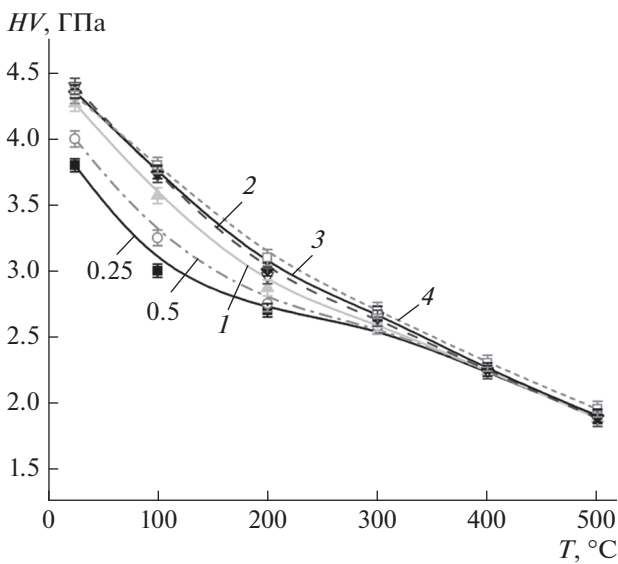


Рис. 4. Зависимость микротвердости от температуры отжига. Цифрами указано значение N .

что в процессе отжига растут те зерна, которые возникли в результате динамической рекристаллизации в процессе КВД. Изменений в размерах деформационных фрагментов в процессе отжига практически не наблюдается. Последнее свидетельствует о низкой подвижности границ ДФ по сравнению с границами РЗ. В соответствии с современными подходами к природе фрагментации при больших пластических деформациях [1] в границах зерен ДФ существует высокая плотность частичных дисклиниаций, подвижность которых действительно невелика.

На рис. 4 представлено изменение микротвердости HV после различных режимов КВД и температуры отжига. Видно, что с увеличением температуры отжига микротвердость HV плавно уменьшается для всех режимов деформации. Значительное снижение микротвердости при низких температурах отжига $100\text{--}300^\circ\text{C}$ обусловлено, скорее всего, процессами релаксации упругих искажений, возникших при больших пластических деформациях.

При $T_{\text{отж}} > 300^\circ\text{C}$ значения микротвердости HV после всех режимов деформации практически совпадают и продолжают снижаться. При этих температурах начинаются процессы первичной рекристаллизации (рис. 3), которые приводят к увеличению размера и доли рекристаллизованных зерен.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследована термическая стабильность ω -фазы высокого давления, образующейся при КВД в технически чистом титане. Установлено, что обратный фазовый переход $\omega \rightarrow \alpha$ реализуется при $T_{\text{отж}} > 250^\circ\text{C}$. С использованием ПЭМ установлено, что после отжига при $350\text{--}500^\circ\text{C}$ наблюдается резкое возрастание доли рекристаллизованных зерен и снижение доли деформационных фрагментов, что соответствует протеканию первичной рекристаллизации. При этом резко возрастает значение $D_{\text{PЗ}}$ от ≈ 120 до 380 нм, изменений в размерах деформационных фрагментов в процессе отжига практически не наблюдается. Показано, что с увеличением температуры отжига микротвердость плавно уменьшается для всех режимов деформации. За это, вероятнее всего, ответственные процессы первичной рекристаллизации, которые приводят к увеличению размера и доли рекристаллизованных зерен.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 18-08-00640а).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Глезер А.М. // Сб. тр. ПРОСТ-2018. 2018. С. 7.
2. Латыш В.В., Бурлаков И.А., Забелян Д.М. и др. // Пробл. машиностр. Надежн. маш. 2018. № 6. С. 54.
3. Шурыгина Н.А., Глезер А.М., Дьяконов Д.Л. и др. // Письма в ЖТФ. 2018. Т. 44. № 20. С. 70; *Shurygina N.A., Glezer A.M., D'yakonov D.L. et al. // Tech. Phys. Lett.* 2018. V. 44. No. 10. P. 934.
4. Glezer A.M., Tomchuk A.A., Sundeev R.V., Gorshenkov M.V. // *Mater. Lett.* 2015. V. 161. P. 360.
5. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. М.: Логос, 2000. 272 с.
6. Утяшев Ф.З. Деформационные методы получения и обработки ультрамелкозеренных материалов. Уфа: Гилем, 2013. 376 с.
7. Valiev R.Z., Sergueeva A.V., Mukherjee A.K. // *Scr. Mater.* 2003. V. 49. P. 669.
8. Попов А.А., Валиев Р.З., Пышминцев И.Ю. и др. // ФММ. 1997. Т. 83. № 5. С. 127.
9. Шурыгина Н.А., Черетаева А.О., Глезер А.М. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2018. Т. 82. № 9. С. 1226; *Shurygina N.A., Cheretaeva A.O., Glezer A.M. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys.* 2018. V. 82. No. 9. P. 1113.

Effect of annealing after deformation by torsion in Bridgman anvils on the structure and properties of technically pure titanium

N. A. Shurygina^{a, *}, A. M. Glezer^{a, b, c}, D. L. D'yakonov^a, R. V. Sundeev^{a, d}

^a*Bardin Central Research Institute for Ferrous Metallurgy, Scientific Center of Metals Science and Physics, Moscow, 105005 Russia*

^b*National University of Science and Technology MISIS, Moscow, 119049 Russia*

^c*Togliatti State University, Research Institute of Progressive Technologies, Togliatti, 445020 Russia*

^d*MIREA – Russian Technological University, Moscow, 119454 Russia*

**e-mail: shnadya@yandex.ru*

The effect of annealing after deformation processing in camera Bridgman by severe plastic deformation by torsion under high quasi-hydrostatic pressure on structure, mechanical properties was analyzed. We investigated thermal stability of high-pressure ω phase formed by torsion under high quasi-hydrostatic pressure of technically pure titanium grade 2.