

УДК 531/534

## ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ ЗАРОЖДЕНИЯ И РАЗВИТИЯ КЛИНОВИДНЫХ МЕХАНИЧЕСКИХ ДВОЙНИКОВ С ИЗМЕНЯЮЩЕЙСЯ ЗАВИСИМОСТЬЮ ПАРАМЕТРОВ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ

© Н.В. Камышанченко, В.В. Красильников, И.С. Никулин,  
А.В. Гальцев, А.Д. Березнер

*Ключевые слова:* титан; способы интенсивной пластической деформации; двойникование; скольжение; акустическая эмиссия; механические двойники.

Рассмотрены различные способы интенсивной деформации в широком температурном диапазоне, дающие возможность получить кристаллическую структуру с различной плотностью дефектов двойникового типа. Интенсивное пластическое деформирование до величины истинной деформации в пределах  $\varepsilon = 0,5 \div 2,6$  способствует одновременному развитию скольжения и двойникования и является сложным процессом определения в комплексе научных представлений о механизмах этого явления.

Исследование эволюции зарождения и развития клиновидных механических двойников в технически чистом титане ВТ1-0 в проведенных экспериментах осуществлялось в результате действия сосредоточенной нагрузки, полученной вдавливанием алмазной пирамидки в плоскость (0001) кристалла. Была выявлена стадийность развития остаточных клиновидных механических двойников с ростом нагрузки, подтвержденная электронно-микроскопическими наблюдениями и соответственно изменяющейся зависимостью параметров акустической эмиссии.

### ВВЕДЕНИЕ

Титан и его сплавы, обладая уникальным сочетанием физико-механических свойств, нашли широкое применение как конструкционные материалы. Для получения изделий из титана и его сплавов с улучшенными свойствами широко используют разные методы интенсивной пластической деформации (ИПД), среди которых выделяются такие, как метод радиального прессования [1], кручения под давлением [2], прокатки [3], винтовой экструзии [4] и другие, обеспечивающие необходимым комплексом свойств за счет существенного диспергирования структуры, изменения плотности и конфигурации линейных, точечных и других структурных дефектов. Степень деформации и температура, при которой происходит процесс интенсивной пластической деформации, играют существенную роль в образовании мелкодисперсной микроструктуры. Важной особенностью технически чистого титана является возможность реализовать пластическое деформирование без нарушения плотности материала в широкой области температур, включая и низкие температуры. Такое деформирование возможно за счет активного развития как скольжения, так и двойникования. Сравнение структуры титанового материала в состоянии стадии поставки, представляющей собой поликристалл с равноосными зёрнами и с большим разбросом по размерам (от 7 до 75 мкм), осуществлялось со структурой в образцах, прошедших пластическое деформирование при комнатной, высокой и низкой температурах при максимальной относительной деформации 93 %. Структурные особенности образцов характеризуются существенным различием в зеренном строении и дефектном разнообразии. Так, после прокатки при комнатной температуре до  $\approx 93$  % структура харак-

теризуется высокой плотностью дислокаций преимущественно в дислокационных ячейках со средним размером зерна 0,1–0,2 мкм. Роль механического двойникования, способствующего формированию объемного наноструктурного титана, при комнатной температуре играет незначительную роль и отличается низкой плотностью. Это дает возможность выделить двойник из объема структуры и определить его характеристические данные.

Криопробатка при  $-200$  °С и относительной степени деформации  $\approx 86$  % приводит к сильной фрагментации зеренной структуры со средним размером зерна, равным 0,035 мкм, и появлению большого количества деформационных двойников. Последующий отжиг при 525 и 750 °С приводит к существенному уменьшению доли малых зерен и росту количества более крупных зерен с высокоугловыми границами и понижением плотности дислокаций [5–7].

После горячей прокатки до 93 % и рекристаллизационного отжига при 700 °С титан ВТ1-0 состоит только из  $\alpha$ -фазы, и средний размер зерна составляет, соответственно, 76 мкм [8–9]. Как следует из приведенных примеров, развитие пластической деформации в титане проходит независимо от способа температурного и механического воздействия. Пластическая деформация двойникового титана, где этот процесс осуществляется одновременным скольжением и двойникованием, не поддается прогнозированию, т. к. изучение пластической деформации двойникованием, протекающим в условиях предшествующего и сопутствующего ей скольжения, является сложным элементом в комплексе действующих механизмов этого процесса. В деформированных металлических кристаллах в зависимости от ориентации двойниковой прослойки этот процесс может быть упрочняющим фактором или служить причи-

ной заметного разупрочнения, а в окрестностях двойниковых границ наблюдается неравномерное распределение локальных механических напряжений, образующих очаги перенапряжений, которые инициируют дальнейшее развитие двойникового.

Созданная к настоящему времени дислокационная теория упругого двойникового базируется на том основании, что механическое двойникование является фундаментальным свойством кристаллических систем, обусловленным анизотропией упругих свойств решетки [10]. Имеющая к настоящему моменту теоретическая проработка вопросов взаимодействия двойникового и скольжения связана с недостаточной изученностью процессов двойниковой перестройки в металлах при различных режимах деформирования. Выявление закономерностей зарождения и роста двойников в металлах затруднено из-за их непрозрачности и интенсивного скольжения, предшествующего и сопутствующего двойникованию. Механическое двойникование представляет собой закономерную переориентацию кристаллической решетки под действием внешней силы, и по масштабу охватываемых объемов кристалла оно занимает промежуточное положение между микро- и макропроцессами. Экспериментальные исследования цинка, висмута и других металлов подтвердили, что клиновидные деформационные двойники легко вызываются действием сосредоточенной нагрузки при вдавлении алмазной пирамидки в плоскость образца [11]. Их зарождение инициируется концентраторами напряжений, которые связаны с геометрическими особенностями индентора. При таком способе деформирования механические двойники занимают ограниченный объем у концентратора напряжений, что позволяет использовать не всю поверхность кристалла.

Целью данной работы является комплексное экспериментальное исследование закономерностей зарождения и развития остаточных деформационных двойников, полученных методом нагрузки на алмазную пирамиду индентора в титан марки ВТ1-0, прошедшего прокатку с суммарным значением деформации 93 % и отжигом при 700 °С.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследованию подвергался технически чистый титан ВТ1-0 – ГОСТ 19807-91. На образцах в состоянии поставки экспериментально были определены механические параметры, средний размер зерна (85,7 мкм). Прутки титана подвергались горячей прокатке на электромеханических вальцах «ВЭМ-3СМ» при температуре 500 °С с суммарной степенью обжатия 93 %. Для снятия внутренних напряжений и приведению структуры к состоянию  $\alpha$ -фазы отжиг осуществлялся при 700 °С в вакуумной печи «СРВЭ1.3.1/14» в течение 60 мин.

Из полученных полосовых заготовок электроэрозийным способом на установке АQ300L вырезались образцы размером 10×10×1,5 мм. Для электронномикроскопических исследований изготавливались фольги толщиной до 0,02 мкм.

Образцы, предназначенные для исследования двойниковых прослоек методом микроиндентирования, определения микроструктуры и проведения рентгеноструктурного анализа, проходили последовательно шлифовку, полировку и электрополировку [12]. Для получения клиновидных механических давоиников

использовался микротвердомер DM-3B с алмазной пирамидкой и минимальной нагрузкой на индентор 10 г. Для выбора места индентирования предварительно с помощью методики EBSD-анализа строилась карта разориентировок зерен и выбиралась ориентация кристаллической решетки, соответствующая положению плоскости кристалла (0001) [12].

Рентгеноструктурный анализ осуществлялся на рентгеновском спектрометре «ARL X TRA». Микроструктурный анализ проводился при помощи просвечивающего микроскопа «JEM-2100». Определение зеренной структуры титана, зернограничное распределение, фазовый состав и кристаллографическая ориентация зерен проводилась методом анализа картин дифракции обратно рассеянных электронов на растровом микроскопе «Quanta 200 3D» с использованием программы «OIM Analysis 5.2».

В процессе внедрения индентора в поверхность образца регистрировались сигналы акустической эмиссии (АЭ), что позволяло фиксировать динамику образования и развития деформационных дефектов. Особенности акустической установки заключались в том, что на компьютере регистрировались и обрабатывались в процессе индентирования быстротекущие процессы. Регистрация сигнала АЭ проводилась в программе «L-Graph», осуществляющей диалог с платой аналого-цифрового преобразователя с частотой дискретизации 1,25 МГц. Испытание образцов титана на одноосное растяжение проводилось по стандартной методике с постоянной скоростью деформации 1,5 мм/мин. на установке «Instron-5882».

#### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Деформация прокаткой способствовала измельчению зеренной структуры и образованию на этой основе больших внутренних напряжений, зависящих от степени обжатия, о чем свидетельствуют рентгенографические исследования [13]. Результаты регистрации сигналов АЭ подтвердили небольшую подвижность дислокаций [12]. Отжиг при 700 °С, согласно результатам рентгенографического исследования, приводит к стабилизации структуры, и полуширина пиков на рентгенограммах практически не отличалась от эталонных [13].

Путем постепенного повышения нагрузки на индентор и увеличения глубины его погружения в кристалл осуществлялось наблюдение и выяснение последовательности зарождения деформационных двойников по периметру отпечатка.

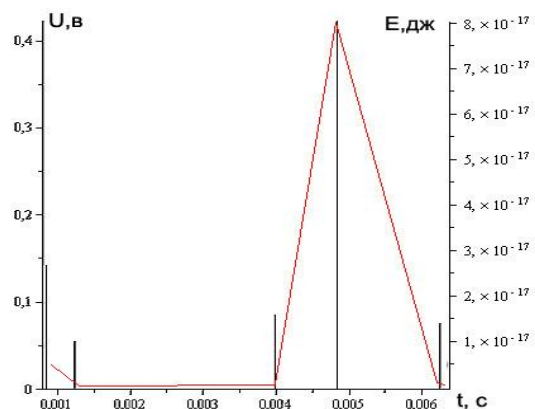
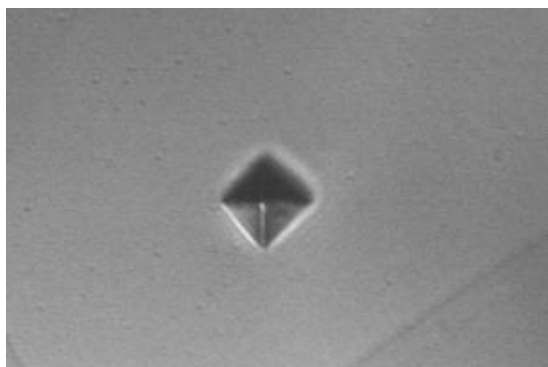
Индентирование проводилось в зерна, ориентация кристаллической решетки которых соответствовала плоскости (0001) [12]. Выбор обусловлен тем фактом, что при данной ориентации большая часть двойниковых прослоек выходит на поверхность кристалла, а постепенное увеличение глубины погружения индентора позволяло проследить последовательность зарождения и развития деформационных клиновидных двойников по периметру отпечатков.

Первичное нагружение выбиралось такое, при котором на плоскости зерна остается только отпечаток пирамидки или незначительное количество образованных механических двойников. В данном эксперименте первичной нагрузкой была величина в 10 г, дающая отпечаток от погружения алмазного индентора в кристалл с диагональю ~10 мкм. Однако в первой ячейке

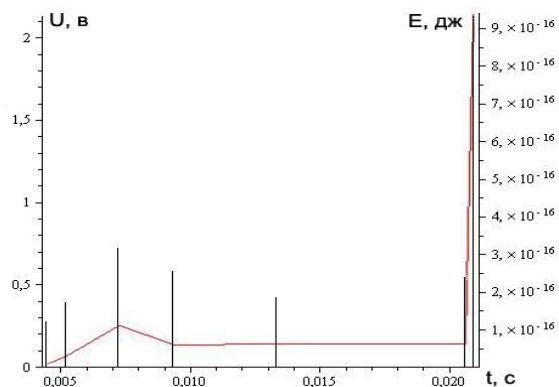
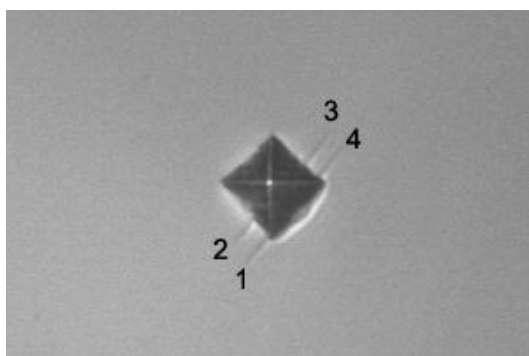
(рис. 1а) нагрузки на индентор 10 г было недостаточно для сохранения механического двойника. Анализ сигналов АЭ и структурных изменений позволяет представить объективную картину происходящих процессов.

Возникновение акустической эмиссии при погружении индентора в тело образца и развитие деформации связывается с активным дислокационным скольжением (рис. 1а). Нагружение индентора в аналогичные рядом расположенные кристаллические решетки характеризуется не только зарождением, но и сохране-

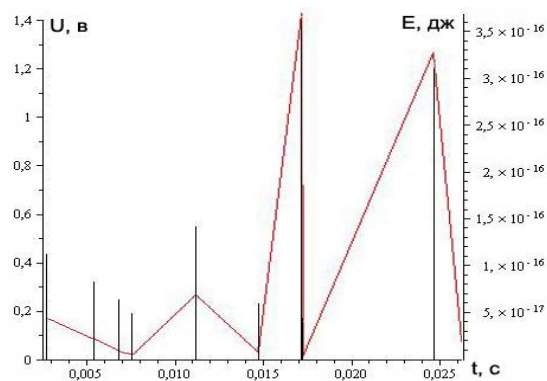
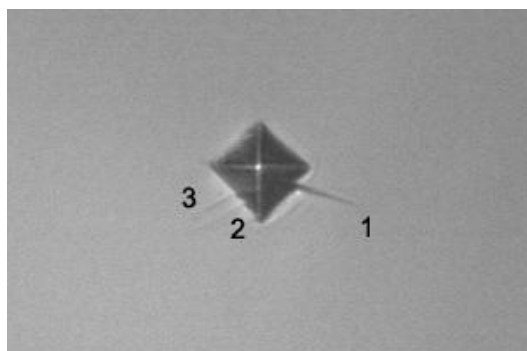
нием механических двойников по периметру отпечатка (рис. 1б, 1в). Такие двойники появляются у отпечатков алмазной пирамидки с диагоналями 10–12 мкм, и для их получения требуется погружение алмазной пирамидки в кристалл на глубину около 2 мкм. Количество образовавшихся двойников по периметру отпечатков различное. Они имеют прямоугольные границы и клиновидную форму с постепенно уменьшающейся от устья к вершине толщиной.



а)

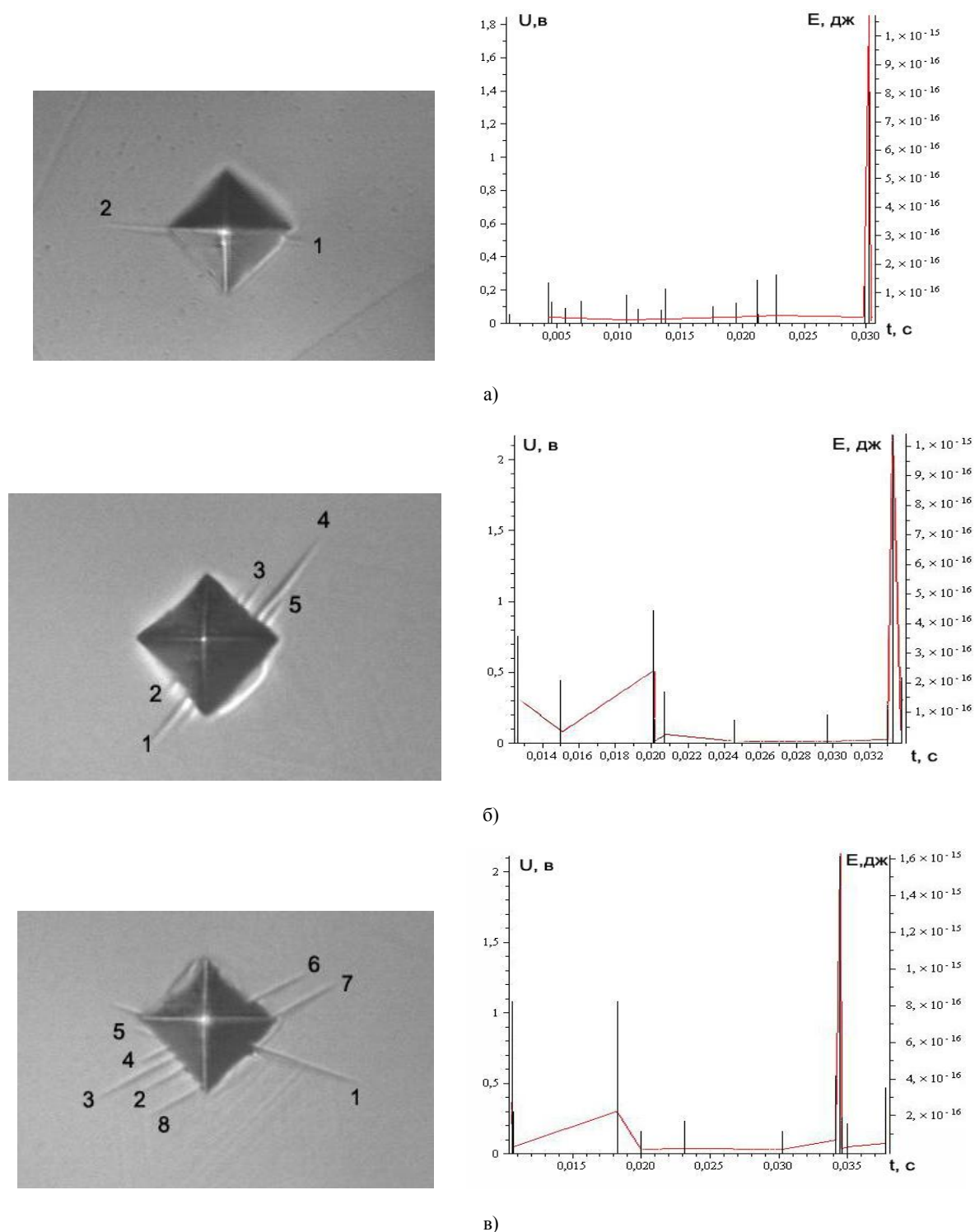


б)



в)

**Рис. 1.** Состояние двойников, величины импульса АЭ ( $U$ ) и энергии ( $E$ ), выделенной протекающими процессами при индентировании нагрузкой 10 г в ячейке а, б и в. Цифрами возле отпечатков произведена условная нумерация двойников.  $\times 1500$



**Рис. 2.** Состояние остаточных упругих двойников, величины импульса АЭ ( $U$ ) и энергии ( $E$ ), выделенной при индентировании нагрузкой 25 г в ячейке а, б, в.  $\times 1500$

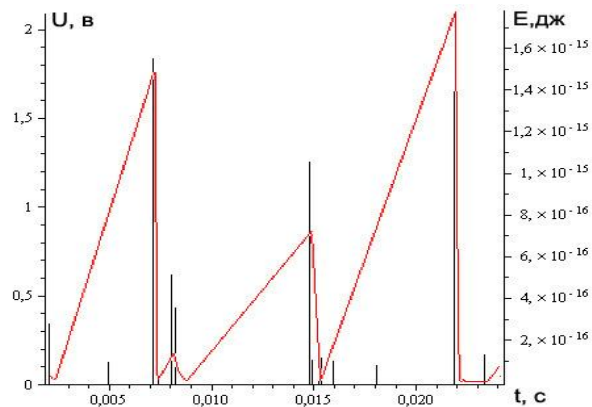
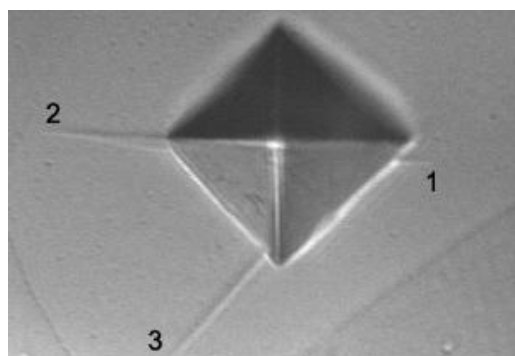
При последующем нагружении в то же место отпечатка индентора с нагрузкой 25 г диагонали полученного отпечатка увеличились до 15–18 мкм и глубина проникновения до 3,5 мкм (рис. 2а, 2б, 2в). Увеличение нагрузки на индентор привело как к росту ранее образовавшихся двойников, так и образованию новых. Время протекания деформационных процессов в объе-

ме индентирования увеличивается, растут относительные величины импульсов АЭ и суммарной энергии в сравнении с нагрузкой в 10 г.

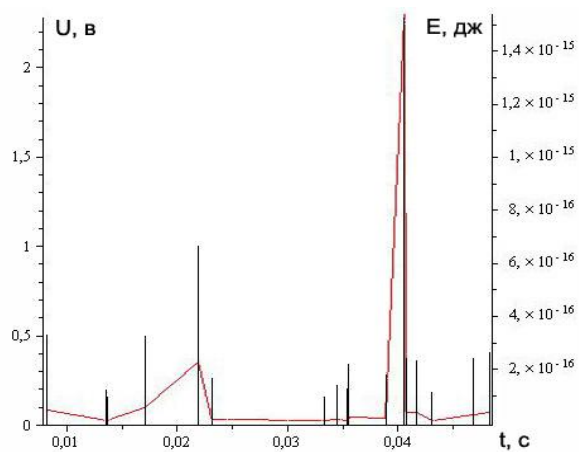
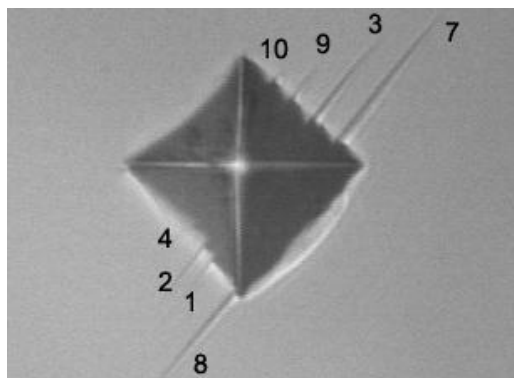
Изменение линейных размеров двойников при увеличении нагрузки на индентор происходит неравномерно и неодинаково. Наблюдаются двойники, которые заметно изменили свои размеры, другие при этом

или остались на старом месте, или исчезали. Особенно этот процесс усиливается и становится более заметным при нагружении в эти же лунки с нагрузкой на индентор 50 г (рис. 3а, 3б, 3в).

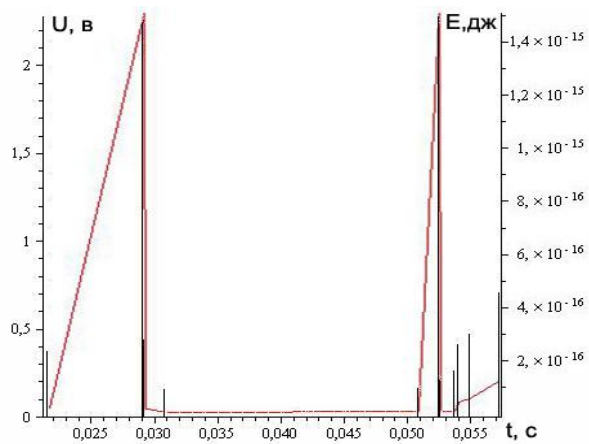
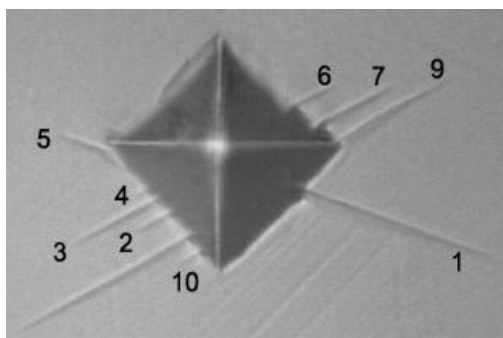
Повышение нагрузки сказывается и на изменении параметров АЭ, а именно: растет интенсивность сигналов с одновременным повышением амплитуды, что свидетельствует об увеличении количества дефектов,



а)



б)



в)

**Рис. 3.** Состояние остаточных упругих двойников, величины импульса АЭ ( $U$ ) и энергии ( $E$ ), выделенной при индентировании нагрузкой 50 г в ячейке а, б, в.  $\times 1500$

образованных в процессе пластической деформации. Это подтверждается ростом суммарной энергии АЭ. Наблюдаемая последовательность образования и развития остаточных клиновидных двойников с ростом нагрузки позволяет утверждать, что имеется стадийность процесса, зависящего от величины внутреннего напряжения.

Как следует из вышеприведенных экспериментальных данных, у отпечатков остаточные деформационные двойники сохраняются не всегда, иногда образуются отпечатки без двойниковых лучей, что позволяет предположить о наличии остаточных внутренних напряжений даже после отжига при 700 °С. Поскольку для перестройки атомного слоя решетки достаточно одной двойнивающей дислокации, то клиновидный двойник представляет собой совокупность кристаллографических плоскостей, в которых начато, но не окончено двойникование. При этом каждая из плоскостей, частично охваченная двойникованием, ограничена от несдвоенной части кристалла противодействием внутреннего напряжения плоскостей и возникающих при этом линий дислокаций. Двойники зарождаются в наиболее деформированных скользящих областях кристалла, образованных в процессе пластической деформации [14]. В данном эксперименте индентирование образцов алмазной пирамидкой в одни и те же области с нарастающей нагрузкой создают напряженное состояние в пластически деформированном кристалле, что способствует непрерывному искажению исходной структуры. Невозможность обеспечить локальную идентичность условий развития двойниковых прослоек приводит к тому, что их размеры не будут устойчивыми и воспроизводимыми характеристиками деформации. Высокая чувствительность двойниковых границ к условиям нагружения, меняющаяся в процессе пластической деформации кристаллической решетки, приводит к развитию каждого отдельного двойника, невозможного во всех деталях. А взаимодействие двойников с дислокационными дефектами кристаллической решетки делает распределение их в объеме кристалла заранее непредсказуемым [15–17].

Максимальная толщина двойника наблюдается на сторонах или у вершин отпечатка, что свидетельствует о стимулирующей роли предшествующего двойникованию скольжения в зарождении деформационных двойников. Изменение линейных размеров и форм двойников с ростом концентрированной нагрузки соответствует критериям дислокационной теории [10].

## ВЫВОДЫ

1. Изучено влияние сосредоточенной нагрузки, полученной нагружением на алмазную пирамидку микротвердомера ДМ-3В, на образование механических двойников в титане ВТ1-0. Выбор места индентирования в кристаллическую решетку, соответствующего положению (0001) зерна, осуществлялось с помощью методики EBSD-анализа.

2. Установлено, что при минимально возможной величине нагружения на алмазную пирамидку и одинаковой ориентации кристаллической решетки остаточные механические двойники имеют различные геометрические размеры и положение по периметру отпечатка.

3. Развитие акустической эмиссии при нагружении на индентор 10 г в исследуемых 3-х отпечатках отличается временем погружения алмазной пирамидки

в плоскость образца, интенсивностью сигналов, величиной амплитуды и суммарной энергией АЭ. Микроструктурный анализ позволил определить наличие и количество двойников по периметру отпечатков, что позволило сравнить с протеканием АЭ в каждом отпечатке.

4. Повторное нагружение в те же лунки индентора с поэтапным увеличением нагрузки в 25 г и 50 г способствовало росту как ранее образованных механических двойников, так и образованию новых или исчезновению старых. Повышение нагрузки сказывается и на изменении параметров АЭ. Глубина погружения алмазной пирамидки во всех трех величинах различная, что позволяет предполагать наличие анизотропии упругих свойств кристаллических решеток, расположенных в разных местах образца.

5. В процессе ступенчато увеличивающегося нагружения на индентор наряду с увеличением размеров отпечатка расширялась зона, в которой генерируются двойнивающие дислокации. Однако поглощение увеличивающимся отпечатком тела двойника не сказывалось на активности источника двойнивающих дислокаций. Это дает основание предположить, что активность источника двойнивающих дислокаций может подавляться напряжениями от скоплений двойнивающих дислокаций на границах кристалла.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Valiev R.Z., Langdon T.G. Principles of equalchannel angular pressing as a processing tool for grain refinement // Prog. Mater. Sci. 2006. V. 51. P. 881-981.
2. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: fundamentals and applications // Prog. Mater. Sci. 2008. V. 53. P. 893-979.
3. Tsuji N., Saito Y., Utsunomiya H., Tanigawa S. Ultra-tine grained bulk steel produced by accumulative roll-bonding (ARB) process // Scripta Mat. 1999. V. 40. P. 795-800.
4. Beygelzimer Y., Varyukhin V., Synkov S., Orlov D. Useful properties of twist extrusion // Materials Science and Engineering. 2009. V. A 503. P. 14-17.
5. Васильев М.А., Волошко С.М., Яценко Л.Ф. Микроструктура и механические свойства металлов и сплавов, деформированных в жидком азоте // Успехи физического металловедения. 2012. Т. 13. С. 303-343.
6. Брауде И.С., Гальцов Н.Н., Москаленко В.А., Смирнов А.Р. Исследование наноструктуры титана, деформированного при низких температурах // ФНТ. 2011. Т. 37. № 12. С. 1307-1314.
7. Маскаленко В.А., Смирнов А.Р., Бетехтин В.И. и др. Дефектная структура и механические свойства нанокристаллического титана, полученного при прокатке // ФНТ. 2009. Т. 35. P. 1160.
8. Ahn S.H., Chun Y.B., Yu S.H. et al. // Mater. Sci Eng. 2010. V. A 528. P. 165.
9. Камышанченко Н.В., Кузьменко И.Н., Крыленко И.Н., Никулин И.С., Кунгурцев М.С. Зависимость макроструктуры титана марки ВТ1-0, сформированной интенсивной пластической деформацией, от последующего температурного отжига // Физика прочности и пластичности материалов: сб. тез. 17 Междунар. конф. Самара, 2009. С. 193.
10. Косевич А.М., Бойко В.С. Дислокационная теория упругого двойникования кристаллов // Успехи физических наук. 1971. Т. 104. № 2. С. 201-254.
11. Башмаков В.Н., Чикова Т.С. Эволюция геометрии двойниковых границ в висмуте при увеличении нагрузки // Кристаллография. 2002. Т. 47. № 3. С. 537-542.
12. Камышанченко Н.В., Никулин И.С., Кунгурцев М.С., Гончаров И.Ю., Неклюдов И.М., Волчок О.И. О двойниковании титана ВТ1-0 после полного отжига // МТМ. 2010. № 8. С. 25-29.
13. Камышанченко Н.В., Никулин И.С., Кузьменко И.Н., Кунгурцев М.С., Неклюдов И.М., Волчок О.И. Температурная зависимость механических свойств титана марки ВТ1-0 // Упрочняющие технологии и покрытия. 2010. № 7. С. 3-7.
14. Чикова Т.С. Физика и механика деформационного двойникования металлов: автореф. дис. ... д-ра физ.-мат. наук. М.: РГБ, 2005.
15. Миркин Л.Н. Рентгеноструктурный анализ поликристаллов: справочник. М.: Гос. изд. физ.-мат. лит-ры, 1961. 238 с.

16. Цайкер У. Титан и его сплавы / пер. с нем. Берлин; Нью-Йорк; Москва: Металлургия, 1979. 512 с.
17. Камышанченко Н.В., Никулин И.С., Кунгурцев М.С., Неклюдов И.М., Волчок О.И. Исследование динамики двойникования в титане VT1-0 методом акустической эмиссии // Перспективные материалы. 2010. № 5. С. 93-98.

Поступила в редакцию 24 апреля 2015 г.

Kamyshanchenko N.V., Krasilynikov V.V., Nikulin I.S., Galytsev A.V., Berezner A.D. INVESTIGATION OF GENERATION EVOLUTION AND DEVELOPING WEDGE SHAPED MECHANICAL TWINS ON PARAMETERS OF ACOUSTIC EMISSION

Different ways of applying intensive deformation to get a crystal structure with different density of twin defects in a wide

temperature range are considered. The intensive plastic deformation up to a true deformation values of  $\varepsilon = 0,5 \div 2,6$  promotes developing slipping and twinning and is a complex process to be described by scientific terms on mechanisms of this phenomenon.

Investigation of generation evolution and developing wedge-shaped mechanical twins is realized experimentally in technical pure VT1-0 titanium as effect of the concentrated load get by indentation of diamond pyramid in the crystal plane (0001). The staging of developing residual the wedge-shaped mechanical twins in increasing the load is revealed, confirmed by the electron microscope observations and the corresponding changing of acoustic emission parameters.

*Key words:* titanium; ways of applying intensive deformation; twinning; slipping; acoustic emission; mechanical twins.

Камышанченко Николай Васильевич, Белгородский государственный национальный исследовательский университет, г. Белгород, Российская Федерация, доктор физико-математических наук, профессор, профессор кафедры общей и прикладной физики, e-mail: kamysh@bsu.edu.ru

Kamyshanchenko Nikolay Vasilyevich, Belgorod State National Research University, Belgorod, Russian Federation, Doctor of Physics and Mathematics, Professor, Professor of General and Applied Physics Department, e-mail: kamysh@bsu.edu.ru

Красильников Владимир Владимирович, Белгородский государственный национальный исследовательский университет, г. Белгород, Российская Федерация, доктор физико-математических наук, старший научный сотрудник, профессор кафедры «Материаловедение и нанотехнологии», e-mail: kras@bsu.edu.ru

Krasilynikov Vladimir Vladimirovich, Belgorod State National Research University, Belgorod, Russian Federation, Doctor of Physics and Mathematics, Senior Scientific Worker, Professor of "Materials and Nanotechnology" Department, e-mail: kras@bsu.edu.ru

Никулин Иван Сергеевич, Белгородский государственный национальный исследовательский университет, г. Белгород, Российская Федерация, кандидат физико-математических наук, старший преподаватель кафедры «Материаловедение и нанотехнологии», e-mail: nikulin@bsu.edu.ru

Nikulin Ivan Sergeevich, Belgorod State National Research University, Belgorod, Russian Federation, Candidate of Physics and Mathematics, Senior Lecturer of "Materials and Nanotechnology" Department, e-mail: nikulin@bsu.edu.ru

Гальцев Александр Владимирович, Белгородский государственный национальный исследовательский университет, г. Белгород, Российская Федерация, кандидат физико-математических наук, доцент кафедры общей и прикладной физики, e-mail: galtsev@bsu.edu.ru

Galytsev Aleksander Vladimirovich, Belgorod State National Research University, Belgorod, Russian Federation, Candidate of Physics and Mathematics, Associate Professor of General and Applied Physics Department, e-mail: galtsev@bsu.edu.ru

Брезнер Арсений Дмитриевич, Тамбовский государственный университет имени Г.Р. Державина, г. Тамбов, Российская Федерация, аспирант, кафедра общей физики, e-mail: qwert1009@mail.ru

Berezner Arseniy Dmitrievich, Tambov State University of G.R. Derzhavin, Tambov, Russian Federation, Post-graduate Student, General Physics Department, e-mail: qwert1009@mail.ru