

Исследование влияния скорости охлаждения на структуру, физико-механические свойства и процесс двойникования в закаленном титане VT1-0

**Н. В. Камышанченко, И. М. Неклюдов, И. С. Никулин,
М. С. Кунгурцев, Е. С. Кунгурцев**

Рассмотрено влияние скорости охлаждения на прочностные свойства, структуру, параметры акустической эмиссии и закономерности процесса двойникования в закаленном титане VT1-0.

Ключевые слова: титан, двойникование, закалка, акустическая эмиссия, дефекты.

In paper examines the influence of cooling rate on mechanical properties, structure, parameters of acoustic emission and laws governing twinning process in quenched titanium VT1-0.

Keywords: titanium, twinning, hardening, acoustic emission, defects.

Введение

Целесообразность установления закономерностей эволюции структуры и изменения физико-механических свойств титана при различных видах механико-термических обработок (МТО) обусловлена рядом причин, среди которых можно выделить следующие. Во-первых, титан находит все большее применение как конструкционный материал в аэрокосмической технике, медицине, а в последнее время как перспективный материал для корпусов атомных энергетических установок. Во-вторых, такие особенности титана, как высокая анизотропность, реализация при механических воздействиях различных видов деформации (скольжение, двойникование) позволяют обеспечить достижение высокого уровня эксплуатационных характеристик (коррозионная стойкость и высокая удельная прочность, работоспособность при низких температурах и высокая свариваемость, штампуемость и др.). Закалка титана позволяет значительно повысить механические характеристики исследуемых образцов. Однако, исследование механизмов физических процессов, происходящих в закаленном титане при пластической деформации, осложняется сложностью наблюдения динамики этого явления, что вызывает трудности при

определении оптимальных режимов его термообработки. Эту проблему можно успешно решить благодаря использованию методики регистрации сигналов акустической эмиссии.

Цель работы — исследовать влияние скорости охлаждения на прочностные свойства, структуру, параметры акустической эмиссии и закономерности процесса двойникования в закаленном титане VT1-0.

Материал и методы исследования

В качестве объекта исследования был выбран технически чистый титан марки VT1-0. Для получения материала в мелкозернистом состоянии титановые заготовки подвергали прокатке на стане ВЭМ-3 СМ при температуре 500°C с обжатием за проход 15 – 20%. Величина накопленной деформации при прокатке составила 75%, толщина полученных полос 1,5 мм. Из полученных прокаткой полос, на электроэрозионном станке “Sodick AQ300L”, вырезали образцы в виде лопаток с шириной рабочей части 2 мм и длиной 12 мм.

Отжиг образцов производили в вакуумной печи СНВЭ 131/14 с остаточным давлением не ниже 10^{-5} Па при температуре 700°C в течение 60 мин с последующим медленным охлаждением с печью.

Закалку образцов проводили от 1100°C (время нагрева на воздухе 5 мин) в воду при 20°C. После закалки образцы с помощью электроэрозионного станка разделяли на центральный и внешний слой.

Испытание образцов титана на одноосное растяжение проводили по стандартной методике с постоянной скоростью деформации 1,5 мм/мин на установке “Instron 5882”.

Для исследования микроструктурных изменений в титане, отражающих его механическое поведение в процессе испытаний, применяли метод акустической эмиссии (АЭ). Электрический сигнал датчика “GT-300” через усилитель подавали на аналого-цифровой преобразователь “L-783” с частотой дискретизации 2,5 МГц и регистрировали компьютером.

Для выявления зеренной структуры титановые образцы подвергали химическому травлению в растворе, содержащем 1 мл HNO₃, 2 мл HF и 40 мл H₂O. Морфологию поверхности образцов исследовали с помощью микроскопа “OLYMPUS G71”.

На электрополированных образцах титана после МТО с помощью методики EBSD-анализа строили карту разориентировок. Выбирали зерна, ориентации кристаллической решетки в которых соответствовала плоскости (0001). С помощью программы “OIM Analysis 5.2” по картам разориентировок исследовали угловое распределение границ фрагментов. В выбранные зерна с помощью микротвердомера “DM-8B” проводили вдавливание алмазной пирамидки с минимальной начальной нагрузкой на индентор — 10 г с последующим фотографированием поверхности в зоне отпечатка. Повторное индентирование в то же место осуществляли последовательно с нагрузкой 25, 50, 100, 200, 300 г. В процессе внедрения индентора регистрировали сигналы АЭ, что позволило проанализировать динамику образования и развития дефектов в том числе и двойников.

Экспериментальные результаты и их обсуждение

На формирование структуры титана при термическом воздействии большое влияние оказывает скорость охлаждения. Из-за сравнительно небольшой теплопроводности титана скорость закалки на поверхности и внутри исследуемых образцов различна, что способствует образованию различной структуры по мере удаления от поверхности [1] и изменению механических характеристик этих слоев. Результаты измерения микротвердости вдоль среза закаленного образца (рис. 1, кривая) в значительной мере согласуются с данным утверждением.

Энергия АЭ, выделившаяся при внедрении индентора (рис. 1, гистограмма), позволяет судить об

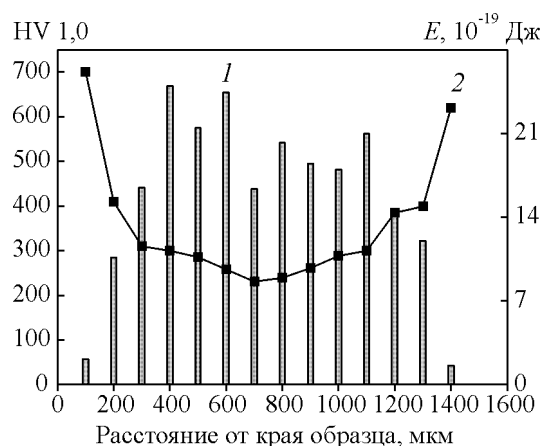


Рис. 1. Развитие АЭ в закаленном от 1100°C образце титана, образованной в процессе микроиндентирования вдоль поперечного сечения образца (гистограмма); кривая на графике — параметры микротвердости вдоль среза закаленного образца.

интенсивности процесса образования и развития дефектов в объеме кристалла. Поскольку процесс двойникования происходит с выделением энергии в виде акустической волны на много большей, чем развитие скольжения [2], можно предполагать, что высокая скорость закалки способствует образованию дефектов, препятствующих зарождению двойниковых прослоек. В центральной части образца, где скорость закалки была несколько меньше, чем на поверхности, двойники образуются более интенсивно благодаря меньшему количеству концентраторов напряжения, созданных термической обработкой. Можно предположить, что измельчение структуры поверхностной части закаленного титана до размеров фрагментов ~ 3 мкм препятствует образованию и развитию двойниковых прослоек, однако исследования, проведенные на деформированном прокаткой титане [3], свидетельствуют о том, что процесс двойникования наблюдается до размеров зерна ~ 1 мкм. Это свидетельствует о том, что на процесс образования и развития деформационных двойников в закаленном титане оказывает влияние не столько измельчение зеренной структуры, сколько комплекс дефектов, созданных при быстром охлаждении из β-области.

Дефекты в объеме кристалла могут как способствовать двойникованию, так и являться препятствиями для движения двойнивающей дислокации [4]. К таким дефектам, влияющим на пластическую деформацию, относятся присутствие в закаленном металле вакансии и вакансионные комплексы, плотность которых достигает 10¹⁰–10¹¹ см⁻² [5]. Эти дефекты, при определенных условиях, могут скапливаться на дислокациях и границах зерен, тем самым

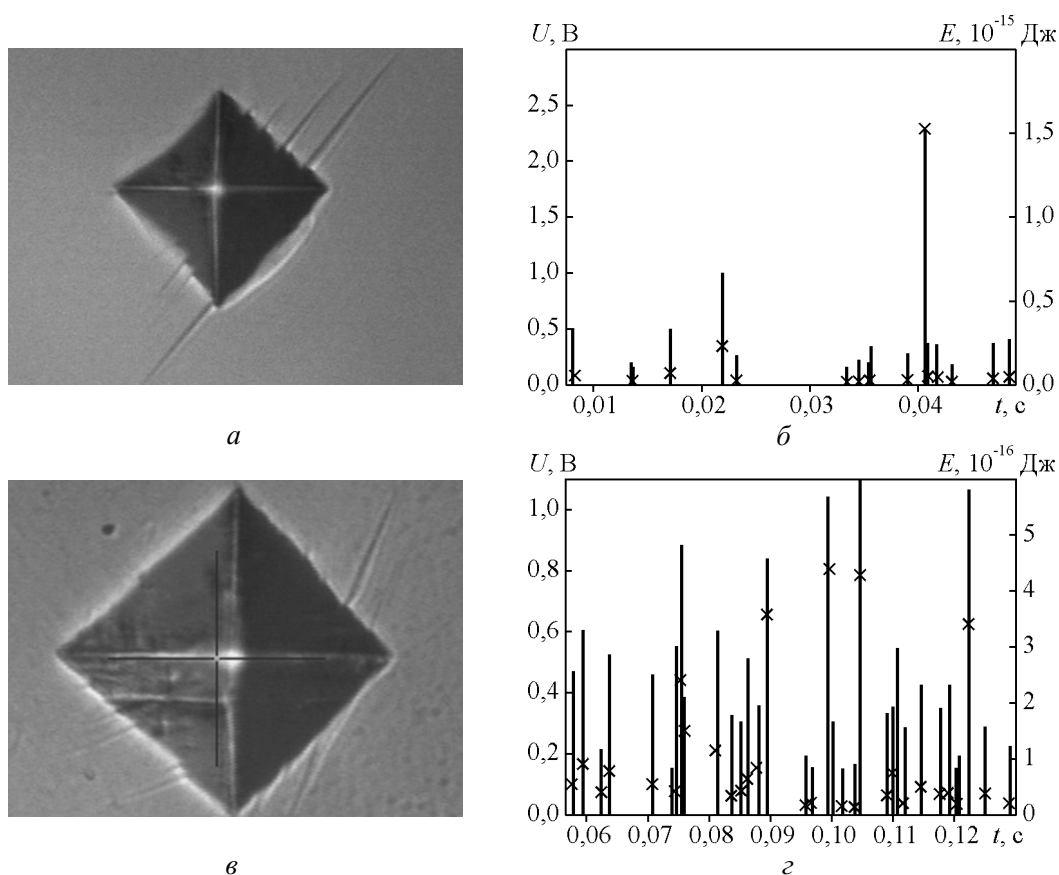


Рис. 2. Состояние двойников, величины импульсов АЭ и энергии, выделенной протекающими процессами при индентировании нагрузкой 10 г: а, б — отожженный титан; в, г — закаленный титан. Значком “х” обозначена энергия, затраченная на зарождение дефектов в данный момент времени при соответствующей величине сигнала АЭ. Увеличение, $\times 1500$.

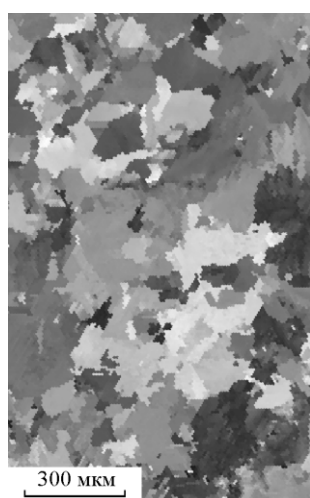
препятствовать их перемещению и аннигиляции с двойническими дислокациями в процессе роста двойниковой прослойки [6].

Исследования показали, что в закаленном титане (рис. 2в) количество образованных двойников в результате внедрения индентора больше, чем в отожженном (рис. 2а) при одинаковых параметрах нагружения. При этом длина двойников, образовавшихся в титане, прошедшем отжиг, больше, чем их длина в титане, прошедшем закалку. Данный факт хорошо подтверждается параметрами сигналов АЭ, регистрируемых при индентировании (рис. 2б, г).

Активность АЭ в образце после закалки (рис. 2г) существенно выше, чем в отожженном (рис. 2б). Образующиеся в результате приложенного напряжения двойники заклиниваются на закалочных дефектах. Для прохождения дислокационной реакции между данными дефектами и двойнической дислокацией требуется энергия большая, чем для образования новой двойниковой прослойки [7]. В отожженном титане стопорами для развивающейся двойниковой

прослойки являются дислокации, способные взаимодействовать с двойническими дислокациями. Необходимая энергия для преодоления препятствия в процессе этого взаимодействия меньше, чем в закаленном образце, что подтверждается большими напряжениями в зонах аккомодации [1], и как следствие, отсутствием релаксации в данных областях кристалла. Заклинившиеся двойники создают условия для образования микротрещин, вследствие локализации напряжений в зонах аккомодации и на концах прослоек [7]. Возможность релаксации напряжений на границах двойников за счет дислокационного скольжения или процесса сброса, в случае закаленного титана, способствует увеличению пластичности при высоких параметрах прочности.

Анализ картин дифракции обратнорассеянных электронов показывает, что в центральном слое закаленных образцов (рис. 3) в сравнении с поверхностным слоем (рис. 4) наблюдается большое количество малоугловых границ. Их доля составляет около 40%. В поверхностном слое и в отожженных

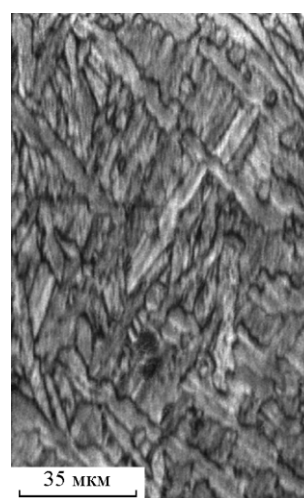


EBSD-карта

Угловое распределение границ фрагментов

Углы, град.	Доля от общего числа	Количество фрагментов	Длина, см
2 – 5	0,322	22811	10,54
5 – 15	0,105	7423	3,43
15 – 180	0,574	40663	18,78

Рис. 3. Результаты исследования внутреннего слоя закаленного от 1100°C титана методом анализа картин дифракции обратнорассеянных электронов.



EBSD-карта

Угловое распределение границ фрагментов

Углы, град.	Доля от общего числа	Количество фрагментов	Длина, мкм
2 – 5	0,019	1871	432,09
5 – 15	0,026	2630	607,37
15 – 180	0,955	96471	2,23

Рис. 4. Результаты исследования поверхностных слоев закаленного от 1100°C титана методом анализа картин дифракции обратнорассеянных электронов.

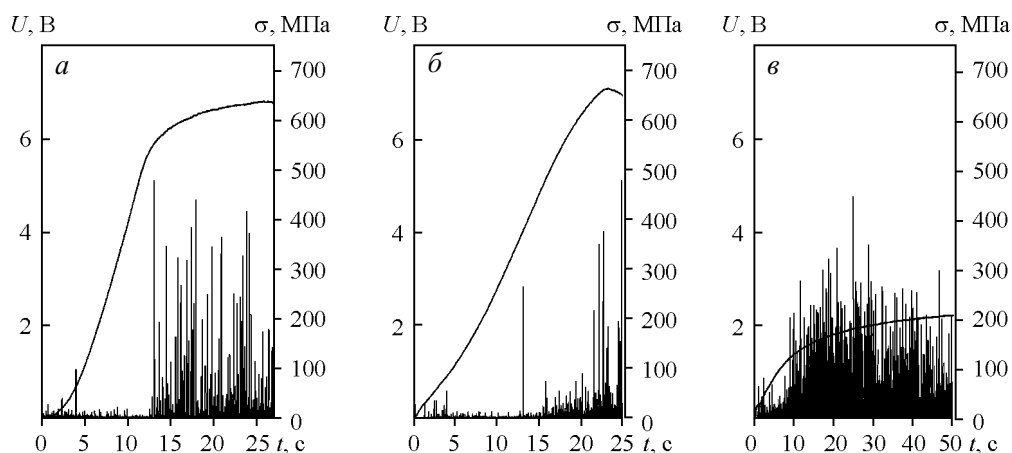


Рис. 5. Диаграммы растяжения и акустические сигналы: *a* – внутренний слой закаленного образца; *б* – поверхностный слой закаленного образца; *в* – отожженных образцов при 700°C.

образцах количество малоугловых границ не превышает 7%.

Из этого можно предположить о существовании во внутреннем слое закаленных образцов большого числа дефектов в виде скопления крупных дислокационных петель внутри зерен с большеугловыми границами [10].

Малоугловые границы являются энергетическими барьерами, концентрирующими на себе

“переползающие дислокации” [11, 12], что в случае закаленного титана способствует торможению двойниковой прослойки и увеличению предела текучести. Это в полной мере подтверждается результатами исследования механических параметров закаленных образцов (рис. 1, 5б).

Карты разориентировок, полученные методом EBSD-анализа, показали отсутствие двойниковых границ и частиц второй фазы как в поверхностном,

так и во внутреннем слое закаленного образца. Можно предположить, что высокая скорость закалки не способствует образованию в титане двойников отжига, что характерно для металлов с низкой энергией дефекта упаковки [8].

Акустические параметры, полученные при одноосном растяжении внутренней (рис. 5а) и внешней части образцов титана (рис. 5б), прошедших закалку от 1100°C, а так же отожженных при 700°C (рис. 5в), свидетельствуют о различной природе пластической деформации в этих слоях.

Отсутствие значительной АЭ в закаленных образцах до предела упругости подтверждает наличие существенного противодействия для дислокаций за счет закалочных дефектов, в частности, вакансий и вакансионных комплексов. Так в прокатанном и отожженном титане, где низкие внутренние напряжения в объеме зерен не являются высокоэнергетическими препятствиями для дислокаций, максимум активности АЭ приходится на область диаграммы растяжения до или на пределе упругости [9] (рис. 5в).

При практически одинаковых значениях прочности внутренней и внешней части закаленных образцов высокая пластичность первого обеспечивается за счет реализации процесса двойникования и сброса, о чем свидетельствуют высокоамплитудные сигналы АЭ в области пластической деформации. Во внешней части образца деформация реализуется только за счет процесса скольжения из-за большого количества дефектов. За счет низкой подвижности дефектов и ограничения одного из механизмов пластической деформации происходит локализация внутренних напряжений, что приводит к образованию микротрещин и разрушению материала.

Выводы

1. Проведенные с помощью растровой микроскопии исследования не выявили в исследуемом титане двойников отжига, созданных в процессе закалки.

2. Высокая скорость закалки способствует увеличению плотности дефектов, препятствующих механическому двойникованию.

3. Мелкозернистая структура, созданная закалкой в поверхностном слое образцов, не является опреде-

ляющим фактором, препятствующим процессу двойникования, что характерно для деформированного титана.

Литература

1. Камышанченко Н.В., Никулин И.С., Кузнецов Д.П., Кунгурцев М.С., Неклюдов И.М., Волчок О.И. Особенности образования механических двойников в закаленном титане. *Физика и химия обработки материалов*. 2010, № 4, с. 84 – 89.
2. Стоев П.И., Папилов И.И. Акустическая эмиссия титана в процессе деформации. *Вопросы атомной науки и техники*, 2007, № 4, Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (16), с. 184 – 191.
3. Chuna Y.B., Yu S.H., Semiatin S.L., Hwang S.K. Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium. *Materials Science and Engineering*, A 2005, v. 398, p. 209 – 219.
4. Классен-Неклюдова М.В. Механическое двойникование кристаллов. М.: Изд-во АН СССР, 1960, 261 с.
5. Кимура Г., Маддин Р. Влияние закаленных вакансий на механические свойства металлов и сплавов. В кн. *Дефекты в закаленных металлах*. Под ред. Д.т.н. А.А. Цветаева. М.: Атомиздат, 1969, 383 с.
6. Старцев В.И., Бенгус В.З., Комник С.Н., Лаврентьев Ф.Ф. Взаимодействие дислокаций при двойниковании кристаллов. *Кристаллография*, 1963, т. 8, № 4, с. 632 – 640.
7. Федоров В.А., Тялин Ю.И., Тялина В.А. Дислокационные механизмы разрушения двойникового материала. М.: Издательство Машиностроение-1, 2004, 336 с.
8. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: МИСИС, 2005, 432 с.
9. Камышанченко Н.В., Никулин И.С., Неклюдов И.М., Волчок О.И. Влияние режимов отжига при механико-термической обработке титана на особенности его механического поведения и физико-механические свойства. *Перспективные материалы*, 2009, №6, с. 30 – 35.
10. Шаскольская М.П. *Кристаллография*. М.: Высшая школа, 1976, 391 с.
11. Доброхотов Э.В. Диффузия в дислокационном германии и модель “жидкого” ядра дислокации. *ФТТ*, 2005, т. 47, вып. 12, с. 2166 – 2169.
12. Хименко М.В., Новиков Н.Н. Подвижность дислокаций в бездислокационном германии при низких напряжениях. *Неорг. мат.* 1975, т. 11, №6, с. 995 – 999.

Камышанченко Николай Васильевич — Белгородский государственный университет, доктор физико-математических наук, профессор. Специалист в области материаловедения, металлофизики и упрочнения металлов. E-mail: kamysh@bsu.edu.ru.

Неклюдов Иван Матвеевич — Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт” НАНУ (Украина), доктор физико-математических наук, действительный член Национальной Академии Наук Украины, профессор, Генеральный директор. Ведущий специалист в области материаловедения, металлофизики и упрочнения металлов. E-mail: neklyudov@kipt.kharkov.ua.

Никулин Иван Сергеевич — Белгородский государственный университет, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник. Специалист в области материаловедения, металлофизики и упрочнения металлов. E-mail: nikulin@bsu.edu.ru.

Кунгурцев Егор Сергеевич — Белгородский государственный университет (г. Белгород), аспирант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: sensarg@rambler.ru.

Кунгурцев Максим Сергеевич — Белгородский государственный университет (г. Белгород), аспирант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: argus1985@rambler.ru.