T. 64, № 4

ФИЗИКА

УДК 539.214:539.382.2

DOI: 10.17223/00213411/64/4/67

И.В. РАТОЧКА, Е.В. НАЙДЕНКИН, О.Н. ЛЫКОВА, И.П. МИШИН

ВЛИЯНИЕ ИНТЕНСИВНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ПОСЛЕДУЮЩИХ ОТЖИГОВ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТИТАНОВОГО СПЛАВА ВТ35 *

Проведены исследования влияния интенсивной пластической деформации методом всестороннего прессования и последующих термообработок на структуру и механические свойства титанового сплава BT35. Показано, что формирование ультрамелкозернистой структуры приводит к повышению механических свойств указанного сплава при комнатной температуре на 40–60% по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием. Последующий отжиг ультрамелкозернистого сплава BT35 при температуре 773 К способствует повышению однородности структуры, сформированной после всестороннего прессования, без увеличения среднего размера элементов зеренно-субзеренной структуры и дополнительному выделению мелких частиц α-фазы в объеме β-зерен. Предполагается, что указанные структурные изменения после отжига при 773 К приводят к повышению механических свойств сплава при комнатной температуре. При дальнейшем росте температуры отжига до 873 К наблюдается развитие процессов рекристаллизации, увеличивается средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры и, как следствие, механические свойства ультрамелкозернистого сплава BT35 резко падают. Установлено, что увеличение суммарной степени деформации заготовок в интервале температур 773–823 К при обработке сплава BT35 методом всестороннего прессования приводит к дополнительному повышению его механических свойств при комнатной температуре на 65–70% по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием.

Ключевые слова: титановые сплавы, интенсивная пластическая деформация, ультрамелкозернистая структура, фазовые превращения, отжиг, механические свойства.

Введение

Разработка новых материалов с заданными эксплуатационными и технологическими характеристиками является одной из основных задач современного материаловедения. Наиболее перспективным из предложенных в последние годы подходов к ее решению представляется деформационно-термическая обработка промышленных полуфабрикатов, включающая воздействие интенсивной пластической деформацией. Полученные этим методом объемные металлы и сплавы имеют, как правило, ультрамелкозернистую структуру (субмикро- и нанокристаллическую с размером зерна *d* меньше 1 и 0.1 мкм соответственно) и могут обладать уникальным сочетанием физических и механических свойств. В частности, такие материалы обладают высокой прочностью, в них может наблюдаться низкотемпературная и/или высокоскоростная сверхпластичность [1–5]. При этом большое количество исследований по влиянию деформационно-термической обработки, включающей воздействие интенсивной пластической деформацией, на структуру и свойства поликристаллических материалов выполнено на примере титана и титановых сплавов. Однако большинство таких работ были проведены на примере ($\alpha+\beta$)-титановых сплавов [1, 2, 4–9], тогда как обработка с помощью методов интенсивной пластической деформации более легированных сплавов переходного класса (псевдо-β-титановые сплавы) изучена недостаточно. В то же время такие сплавы являются перспективными при изготовлении ответственных деталей и узлов авиакосмической и автомобильной техники с целью повышения их эксплуатационных свойств по критериям статической и усталостной прочности, технологичности, а также снижения габаритно-массовых характеристик [10-12]. Существует достаточно большое количество схем деформационнотермических обработок, разработанных для титановых сплавов переходного класса [13-20]. При этом упрочнение указанных сплавов титана происходит за счет создания пластической деформацией дефектов кристаллической решетки различного характера, а также в результате распада β-фазы с выделением мелкодисперсных частиц α-фазы в процессе старения. Возможно также дополнительное повышение механических свойств титановых сплавов переходного класса за счет формирования в них ультрамелкозернистой структуры с помощью методов интенсивной деформации и последующих термообработок. Однако очевидно, что формирование ультрамелкозерни-

^{*} Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект №19-19-00033).

стой (УМЗ) структуры в указанных сплавах (фактически однофазных в исходном состоянии) будет иметь свои особенности по сравнению с обычными (α+β)-титановыми сплавами, обработанными с использованием методов интенсивной пластической деформации. Возможно также изменение развития многих процессов, протекающих в УМЗ-титановых сплавах переходного класса при проведении дополнительных термообработок. Таким образом, для улучшения функциональных характеристик и создания новых УМЗ-титановых сплавов необходимо комплексное исследование процессов, протекающих при различных термообработках, в том числе процессов формирования и эволюции микроструктуры, фазовых переходов и т.п. В связи с этим исследования закономерностей формирования УМЗ-структур и особенностей их поведения при различных термообработках титановых сплавов переходного класса представляются актуальными.

Материал и методы исследования

В качестве исходного материала был выбран пруток промышленного сплава BT35 (Ti-2.7Al-14.5V-2.8Sn-2.8Cr-1.0Mo-0.9Zr). Ультрамелкозернистую структуру получали методом прессования со сменой оси деформации [21] на прессе ИП-2000 в интервале температур 973-773 К в заготовках с размерами Ø25×40 мм. Деформация за одно прессование составляла ~ 0.5 по высоте образца, а суммарная накопленная логарифмическая деформация достигала ~ 9 и 10.5 в зависимости от режима прессования (режим I и II соответственно). При этом рост величины суммарной деформации обеспечивали за счет увеличения числа прессовок в интервале температур 823-773 К. Испытания на растяжение образцов в виде двойной лопатки с размерами рабочей базы 5×1.7×0.8 мм проводили на установке ПВ-3012 М, оснащенной тензометрической системой измерения нагрузки с автоматической записью кривых течения в координатах нагрузка – время в вакууме 10⁻² Па со скоростью 6.9·10⁻³ с⁻¹ при комнатной температуре. Образцы вырезали электроискровым способом. Перед испытанием с поверхности образцов удаляли слой толщиной около 100 мкм механической шлифовкой и последующей электролитической полировкой. Электронномикроскопические исследования тонких фольг проводили с помощью микроскопа JEM-2100 в ЦКП «НАНОТЕХ» ИФПМ СО РАН. Фольги для электронной микроскопии готовили стандартным методом на установке для струйной полировки «Микрон-103» с применением электролита следующего состава: 20% HClO₄ + 80% CH₃CO₂H. Размеры элементов зеренно-субзеренной структуры определяли по темнопольным изображениям. Выборка составляла не менее 200 измерений. Исследование поверхностной микроструктуры проводили методами растровой электронной микроскопии с помощью микроскопа Quanta 200 3D с вольфрамовым катодом и приставкой для анализа дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) Pegasus. Исследования фазового состава проводили с помощью дифрактометра Shimadzu XRD-6000 на CuK_a-излучении.

Результаты и их обсуждение

Исследуемый сплав BT35 в исходном состоянии имеет крупнозернистую структуру с зернами, сильно вытянутыми вдоль прутка (рис. 1, *a*). При этом объемная доля β-фазы в сплаве по данным рентгеноструктурного анализа составляет 100%. Механические испытания образцов



Рис. 1. Микроструктура сплава ВТ35 в исходном состоянии (*a*) и после всестороннего прессования по режиму I (б)

сплава на растяжение в исходном состоянии показали, что его пределы прочности и текучести составляют 860 и 850 МПа соответственно при относительном удлинении до разрушения ~ 19% (табл. 1). После обработки заготовок сплава ВТ35 методом всестороннего прессования по режиму I

в сплаве формируется ультрамелкозернистая структура, которую условно можно разделить на две подструктуры (рис. 1, δ). Первая представляет собой области сплава, в которых наблюдается однородная смесь ультрамелкозернистых зерен α - и β -фаз со средним размером элементов 0.13 мкм (рис. 2, a–s). Вторая – это области, содержащие достаточно крупные зерна β -фазы, размеры которых могут составлять несколько микрометров. Внутри указанных зерен выпадает большое количество частиц α -фазы размерами от десятков до сотен нанометров (рис. 2, c, d). Средний размер указанных частиц составляет около 60 нм. Соотношение объемных долей α - и β -фаз, определенное с помощью EBSD-анализа, в сплаве после всестороннего прессования по режиму I составляет 55 и 45% соответственно. Очевидно, что такое сочетание в образцах описанных типов структур в зависимости от их объемных долей будет приводить к неоднородности механических свойств сплава после обработки методом всестороннего прессования, как будет показано ниже.

Таблица 1

Состояние сплава	σ _в , МПа	σ _{0.2} , МПа	δ, %
Исходное состояние	860±20	850±20	19±2
Всестороннее прессование (режим I)	1300±100	1270±100	8±1
Всестороннее прессование (режим I) + отжиг 773 К, 1 ч	1400±30	1300±50	9±1
Всестороннее прессование (режим I) + отжиг 873 К, 1 ч	1120±50	1100±50	11±1

Механические свойства сплава ВТ35 при комнатной температуре



Рис. 2. Микроструктура сплава ВТ35 после всестороннего прессования по режиму I: *a*, δ – светлопольное и темнопольное изображения УМЗ-области смеси α - и β -фаз; *в* – гистограмма распределения элементов зеренно-субзеренной структуры по размерам в УМЗ-областях; *г*, ∂ – светлопольное и темнопольное (снятое в рефлексе (101)_{α}) изображения области, в которой наблюдается выпадение частиц α -фазы в β -зернах; *е* – распределение фаз в области β -зерна, полученное с помощью EBSD-анализа (черная – α -фаза, серая – β -фаза)

Проведенные исследования механических свойств сплава BT35 после всестороннего прессования по режиму I при комнатной температуре показали, что значения величин пределов прочности и текучести возросли на 40–60% при одновременном уменьшении деформации до разрушения (табл. 1) по сравнению с исходным состоянием. К существенному недостатку полученного состояния сплава BT35 следует отнести большой разброс значений величины пределов прочности и текучести в зависимости от места вырезки образцов, что свидетельствует о неоднородности заготовки после обработки методом всестороннего прессования по режиму I. Ранее нами на примере титановых сплавов, прошедших аналогичную обработку, было показано [22–24], что дополнительная термообработка сплава после всестороннего прессования может привести к повышению однородности получаемой структуры с одновременным повышением механических свойств. В связи с этим в настоящей работе исследовались влияния дополнительных отжигов на структуру и механические свойства сплава ВТ35 после всестороннего прессования по режиму І.

Дополнительный отжиг при 773 К, 1 ч приводит к некоторому увеличению значений пределов прочности и текучести сплава ВТ35 при комнатной температуре (табл. 1) при одновременном уменьшении разброса механических свойств в зависимости от места вырезки образцов. Однако указанный разброс все же остается достаточно большим. После дополнительного отжига сплава ВТ35 при 873 К, 1 ч наблюдается падение его механических свойств при комнатной температуре по сравнению со свойствами после всестороннего прессования (см. табл. 1).

С целью объяснения полученных результатов в настоящей работе были проведены исследования структурно-фазового состояния сплава ВТ35 после рассмотренных выше дополнительных термообработок. Исследования структуры сплава ВТ35, подвергнутого интенсивной деформации по режиму I и дополнительному отжигу при 773 К в течение часа, показали, что качественных изменений в структуре сплава после отжига не наблюдается. В сплаве по-прежнему имеют место два типа структур (рис. 3). В областях, представляющих собой смесь УМЗ-зерен α - и β -фаз, средний размер элементов структуры почти не изменился и составляет 0.16 мкм (рис. 3, ϵ). В то же время изменения в областях структуры с относительно крупными β -зернами более ярко выражены. Как видно из рис. 3, ϵ , d, в зернах β -фазы после дополнительного отжига наблюдается выделение большого количества мелких (размерами десятки нанометров) частиц α -фазы, средний размер которых составляет 30 нм. Можно предполагать, что именно выделение таких частиц и приводит к некоторому повышению механических свойств сплава после рассматриваемого отжига (табл. 1).



Рис. 3. Микроструктура сплава ВТ35 после всестороннего прессования по режиму I и дополнительного отжига 773 К, 1 ч: a, δ – светлопольное и темнопольное изображения УМЗ-области смеси α - и β -фаз; s – гистограмма распределения элементов зеренно-субзеренной структуры по размерам в УМЗобластях; c, ∂ – светлопольное и темнопольное (снятое в рефлексе (101)_{α}) изображения области, в которой наблюдается выпадение частиц α -фазы в β -зернах

Дополнительный отжиг прессованного по режиму I сплава BT35 при 873 К в течение часа приводит к развитию рекристаллизации и увеличению размеров α-частиц, выпадающих в объеме зерен β-фазы (рис. 4). Средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры увеличивается до 0.27 мкм (рис. 4, *в*). Очевидно, что следствием наблюдаемых после рассматриваемого отжига изменений структуры является существенное падение механических свойств УМЗ-сплава BT35 при комнатной температуре (табл. 1).

Таким образом, проведенные исследования сплава ВТ35 показали, что интенсивная пластическая деформация по режиму I приводит к повышению его механических свойств при комнатной температуре на 40–60%. Однако при этом имеет место значительный разброс механических свойств в зависимости от места вырезки образцов из заготовки. Показано, что указанная неоднородность механических свойств обусловлена неоднородностью формируемой в сплаве структуры. При этом установлено, что дополнительный отжиг сплава при 773 К в течение часа практически не приводит к увеличению среднего размера элементов зеренно-субзеренной структуры и в то же время позволяет уменьшить негативные последствия недостаточно проработанных областей сплава, содержащих относительно крупные β-зерна за счет выделения в них большого количества мелких частиц α-фазы. Можно предположить, что если увеличить суммарную степень прессования сплава ВТ35 за счет обработки его при относительно низких температурах (773–823 K), то будет возможно добиться большей однородности формируемой структуры и, как следствие, более высоких механических свойств. В связи с этим в настоящей работе была проведена прессовка сплава ВТ35 по режиму II, отличающемуся от режима I большей накопленной деформацией при температурах 773 и 823 K.



Рис. 4. Микроструктура сплава ВТ35 после всестороннего прессования по режиму I и дополнительного отжига 873 К, 1 ч: a, δ – светлопольное и темнопольное изображения УМЗ-области смеси α - и β -фаз; e – гистограмма распределения элементов зеренно-субзеренной структуры по размерам в УМЗобластях; c, ∂ – светлопольное и темнопольное (снятое в рефлексе (100)_a) изображения области, в которой наблюдается выпадение частиц α -фазы в β -зернах

Проведенные исследования сплава BT35 после указанной выше обработки показали, что его пределы прочности и текучести увеличились до 1450 и 1380 МПа соответственно. Кроме того, существенно уменьшился разброс механических свойств (табл. 2).

Таблица 2

Состояние сплава	σ _в , МПа	σ _{0.2} , МПа	δ, %
Исходное состояние	860±20	850±20	19±2
Всестороннее прессование (режим II)	1450±20	1380±2	8±1

Механические свойства сплава ВТ35 при комнатной температуре

Исследования структурно-фазового состояния сплава BT35, прессованного по режиму II, показали, что оно заметно отличается от состояния сплава, прессованного по режиму I (рис. 5). Вопервых, сформированная после обработки сплава по режиму II структура существенно более однородная на макромасштабном уровне (сравнение рис. 1, δ и 5, *a*). Во-вторых, при практически неизменном среднем размере элементов зеренно-субзеренной структуры разброс по размерам элементов между минимальным и максимальным уменьшился (сравнение гистограмм на рис. 2, *в* и 5, *в*). В третьих, выпадающие в β -зернах частицы α -фазы мельче и имеют более высокую плотность по сравнению с аналогичными частицами после обработки по режиму I (сравнение рис. 2, *г*–*е*

71

и 5, *г*–*е*) и их средний размер заметно меньше и составляет примерно 35 нм. При этом объемная доля α-фазы, определенная с помощью EBSD-анализа, в сплаве после обработки по режиму II выросла до 62% (после обработки по режиму I она составляет 55%, как показано выше). Таким образом, очевидно, что повышение однородности механических свойств образцов сплава BT35 является следствием повышения однородности формирующейся после обработки по режиму II структуры.



Рис. 5. Микроструктура сплава ВТ35 после всестороннего прессования по режиму II: a – изображение травленной поверхности; δ – светлопольное изображение УМЗ-области смеси α - и β -фаз; e – гистограмма распределения элементов зеренно-субзеренной структуры по размерам в УМЗ-областях; e, d – светлопольное и темнопольное (снятое в рефлексе (100)_{α}) изображения области, в которой наблюдается выпадение частиц α -фазы в β -зернах; e – распределение фаз в области β -зерна, полученное с помощью EBSD-анализа (черная – α -фаза, серая – β -фаза)

Заключение

Показано, что формирование ультрамелкозернистой структуры в сплаве BT35 методом всестороннего прессования повышает его механические свойства при комнатной температуре на 40– 60% по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием. Установлено, что дополнительный отжиг указанного сплава при температуре 773 К приводит к повышению однородности структуры, сформированной после всестороннего прессования, без увеличения среднего размера элементов зеренно-субзеренной структуры и дополнительному повышению механических свойств сплава при комнатной температуре. На основании исследований проведена оптимизация метода всестороннего прессования, используемого для обработки сплава BT35, за счет повышения суммарной степени деформации заготовок в интервале температур 773– 823 К. Такая обработка практически не влияет на средний размер элементов зеренно-субзеренной структуры, однако при этом в сплаве формируется более однородная структура, в том числе за счет распада β -фазы и выпадения наноразмерных частиц α -фазы. Формирование указанной структуры в сплаве BT35 позволяет увеличить его механические свойства на 65–70% при комнатной температуре по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. 398 с.
- 2. Колобов Ю.Р., Валиев Р.З., Грабовецкая Г.П. и др. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов. Новосибирск: Наука, 2001. 232 с.
- 3. Meyers M.A., Mishra A., and Benson D.J. // Prog. Mater. Sci. 2006. V. 51. P. 427-556.
- 4. Naydenkin E.V., Ratochka I.V., and Grabovetskaya G.P. // Mater. Sci. Forum. 2011. V. 667-669. P. 1183-1188.

- 5. Valiev R.Z., Zhilyaev A.P., and Langdon T.G Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications New Jersey: Wiley, 2013.
- 6. Naydenkin E.V., Ratochka I.V., Mishin I.P., et al. // J. Mater. Sci. 2017. V. 52. No. 8. P. 4164-4171.
- 7. Zherebtsov S.V., Kudryavtsev E.A., Salishchev G.A., et al. // Acta Mater. 2016. V. 121. P. 152-163.
- 8. Matsumoto H., Yoshida K., Lee S.-H., et al. // Mater. Lett. 2013. V. 98. P. 209-212.
- 9. Грабовецкая Г.П., Забудченко О.В., Мишин И.П. и др. // Изв. вузов. Физика. 2019. Т. 62. – № 8. – С. 21–27.
- Братухин А.Г. Современные авиационные материалы: технологические и функциональные особенности: учеб. пособие для авиационных и технических направлений и специальностей. – М.: АвиаТех Информ XXI век, 2001. – 420 с.
- 11. Lütjering G. and Williams JC. Titanium. Engineering Materials, Processes. Berlin: Springer, 2007. P. 1–39.
- 12. Mouritz A. Introduction to Aerospace Materials. Woodhead Publishing Ltd, 2012. 621 p.
- 13. Цвикер У. Титан и его сплавы. М.: Металлургия, 1979. 512 с.
- 14. Ильин А.А., Колачев Б.А., Полькин И.С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справочник. М.: ВИЛС-МАТИ, 2009. 520 с.
- 15. Хорев А.И. // Материаловедение. 2009. № 4. С. 28–36.
- 16. Ahmed M., Savvakin D.G., Ivasishin O.M., and Pereloma E.V. // Mater. Sci. Eng. A. 2014. V. 605. P. 89–97.
- 17. Шаболдо О.П., Виторский Я.М., Сагарадзе В.В. и др. // ФММ. 2017. Т. 118. № 1. С. 79–84.
- Ruifeng Donga, Jinshan Li, Hongchao Koua, et al. // J. Mater. Sci. Technol. 2019. V. 15. -P. 48-54.
- 19. Ширяев А.А., Ночовная Н.А., Помельникова А.С. // Труды ВИАМ. 2019. № 10(82). С. 25–33.
- 20. Zhaoxin Dua, Yan Maa, Fei Liua, et al. // Mater. Sci. Eng. A. 2019. V. 754. P. 702-707.
- 21. Винокуров В.А., Раточка И.В., Найдёнкин Е.В., Мишин И.П., Рожинцева Н.В. // Патент РФ № 2388566, приоритет 22.07.2008. Опубл. 10.05.2010. Бюл. №13.
- Раточка И.В., Лыкова О.Н., Забудченко О.В., Найденкин Е.В. // Изв. вузов. Физика. - 2012. - Т. 55. - № 6. - С. 19-23.
- 23. Раточка И.В., Лыкова О.Н., Найденкин Е.В. // ФММ. 2015. Т. 116. № 3. С. 318–324.
- 24. Ratochka I.V. and Lykova O.N. // Inorgan. Mater.: Appl. Res. 2017. V. 8. No. 2. P. 348-352.

Поступила в редакцию 22.12.2020.

Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

Найденкин Евгений Владимирович, д.ф.-м.н., зав. лабораторией ИФПМ СО РАН, e-mail: nev@ispms.tsc.ru;

Лыкова Ольга Николаевна, ведущ. технолог ИФПМ СО РАН, e-mail: lon8@yandex.ru;

Мишин Иван Петрович, к.ф.-м.н., науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: mip@ispms.tsc.ru.

Раточка Илья Васильевич, к.ф.-м.н., ст. науч. сотр. ИФПМ СО РАН, e-mail: ivr@ispms.tsc.ru;