

УДК 620.186.5

ВЛИЯНИЕ ТЕРМООБРАБОТКИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МИКРОТВЕРДОСТЬ ТИТАНА GRADE 4, ПОДВЕРГНУТОГО ИПДК

Э. И. Усманов¹, Л. Р. Резяпова², Р. Р. Валиев³

¹usm4nov-emil@yandex.ru, ²luiza.rezyapova.97@mail.ru, ³rovaliev@gmail.com

ФГБОУ ВО «Уфимский государственный авиационный технический университет» (УГАТУ)

Поступила в редакцию 19.04.2021

Аннотация. Рассмотрено влияние интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) и последующей термообработки на микроструктуру и микротвердость технически чистого титана Grade 4. Определено, что после ИПДК формируется однородная ультрамелкозернистая (УМЗ) структура с высокой плотностью дислокаций и, как следствие, наблюдается значительный рост микротвердости до 353 ± 7 HV. Последующий отжиг при 700 °С активизирует процессы релаксации и роста зерен, что приводит к снижению микротвердости. Установлено, что обработка ИПДК при температуре 300 °С позволяет получить максимальное значение микротвердости – 426 ± 10 HV.

Ключевые слова: титан Grade 4; интенсивная пластическая деформация кручением; УМЗ структура; термическая обработка; микротвердость.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для изготовления медицинских имплантатов широко используется чистый титан, который, в отличие от титановых сплавов не содержит вредных для живого организма легирующих элементов, способных спровоцировать воспалительные реакции и отторжение внедренного имплантата [1]. Однако, интенсивное развитие современной медицины предъявляет все более высокие требования к уровню механических свойств имплантатов. Биологически совместимый чистый титан обладает недостаточно высокими прочностными свойствами и уступает по данным показателям титановым сплавам, например, таким как ВТ6 [2].

Одним из перспективных вариантов сохранения высокой биологической совместимости и повышения комплекса механических свойств технически чистого титана является формирование в нем ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры [3].

Одним из наиболее эффективных методов получения УМЗ структуры, с точки зрения достижения больших степеней деформации, является метод кручения под высоким давлением, который позволяет получать в образцах УМЗ состояние с размером зерен порядка 100 нм [4].

Сильное измельчение микроструктуры технически чистого титана методами интенсивной пластической деформации (ИПД) позволяет значительно повысить его прочность, величина которой достигает уровня высоколегированных титановых сплавов. УМЗ титан, полученный методами ИПД, демонстрирует хороший потенциал для повышения усталостной прочности, которая является одной из наиболее важных характеристик для его перспективных конструктивных применений [5].

При этом значительной проблемой является заметное снижение пластичности при измельчении структуры титана. В связи с этим, остается актуальной задача повышения пластичности УМЗ титана с сохранением при этом повышенной прочности [6].

В работе [7] исследовалось влияние термического отжига в интервале температур 350–650 °С на титан ВТ 1-0, имеющего УМЗ структуру. Авторы определили, что отжиг при температуре 450 °С в течении 1 часа позволяет добиться одновременного увеличения пластичности ультрамелкозернистого материала при сохранении его высокой прочности.

Также в работе [8] авторами исследовалось влияние теплой ИПД в интервале температур $(0,15-0,45)T_{пл}$ на структуру и механические свойства технически чистого титана ВТ 1-0. Было установлено, что формирование УМЗ структуры посредством теплой ИПД сопровождается динамическим деформационным старением. Данный процесс развивается в интервале температур 300–425 °С и ведет к росту напряжения течения и снижению пластичности. Также было показано, что УМЗ ВТ 1-0 проявляет признаки сверхпластичности в узком температурно-скоростном интервале.

В данной работе исследуется эволюция микроструктуры и влияние термической обработки на микротвердость УМЗ титана Grade 4, полученного ИПДК.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований использовали технически чистый титан марки Grade 4 (состав, вес. %: Fe – 0,5, O – 0,4; C – 0,08; N – 0,05; H₂ – 0,015; Ti – основа) в состоянии поставки.

Образцы для приготовления шлифов вырезались методом электроискровой резки в поперечном сечении в форме диска диаметром 12 мм и толщиной 6 мм.

Для изучения микроструктуры, поверхность подготавливали с помощью шлифовальной бумаги разной зернистости с дальнейшим полированием поверхности до зеркального блеска.

Для выявления микроструктуры полированная поверхность образца подвергалась травлению. В качестве травителя использовался раствор составом HNO₃, HF и глицерин (1:1:3).

Измерения микротвердости образцов выполнялись на микротвердомере «Buehler Omnimet» путем вдавливания 136-градусной алмазной пирамиды Виккерса. На индентор прикладывалась нагрузка 100 г, время выдержки составляло 15 секунд. Обработка отпечатков проводилась на ПК с помощью соответствующего программного обеспечения.

Для формирования УМЗ структуры, образец подвергался ИПДК при удельном сжимающем давлении 6 ГПа. Количество оборотов составляло 10 для исходного образца. Скорость вращения бойка составляла 0,2 об/мин. В результате были получены образцы в виде дисков с УМЗ структурой диаметром 20 мм и толщиной 1–1,1 мм [9].

В дальнейшем, образцы подвергались отжигу в печи «Nabertherm» при температуре 700 °С в течение 30 минут с последующим охлаждением на воздухе.

«Теплая» деформация выполнялась на установке СКРУДЖ-200 по следующему режиму: 5 оборотов ИПДК при комнатной температуре + 5 оборотов ИПДК при температуре 300 °С.

Исследование микроструктуры образцов проводилось с помощью оптического микроскопа Olympus GX53, растрового электронного микроскопа JEOL JSM-6390 при ускоряющем напряжении 20 кВ, и просвечивающего электронного микроскопа JEOL JEM-2100, работающего при ускоряющем напряжении 200 кВ. Тонкую фольгу получали путем механического утонения заготовок на шлифовальной бумаге до толщины 0,1–0,2 мм с последующей электролитической полировкой на установке «Tenipol-5» с использованием электролита состава: 300 мл метанол (CH₃OH), 175 мл бутанол (C₄H₉OH), 30 мл хлорная кислота (HClO₄).

Для определения среднего размера зерен, было использовано программное обеспечение GrainSize и Microsoft Excel.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1, а представлена исходная микроструктура горячекатаного образца Grade 4, в которой наблюдается однородная структура со средним размером зерна 10 мкм. Также наблюдается текстура деформации, зерна вытянуты в направлении горячей прокатки.

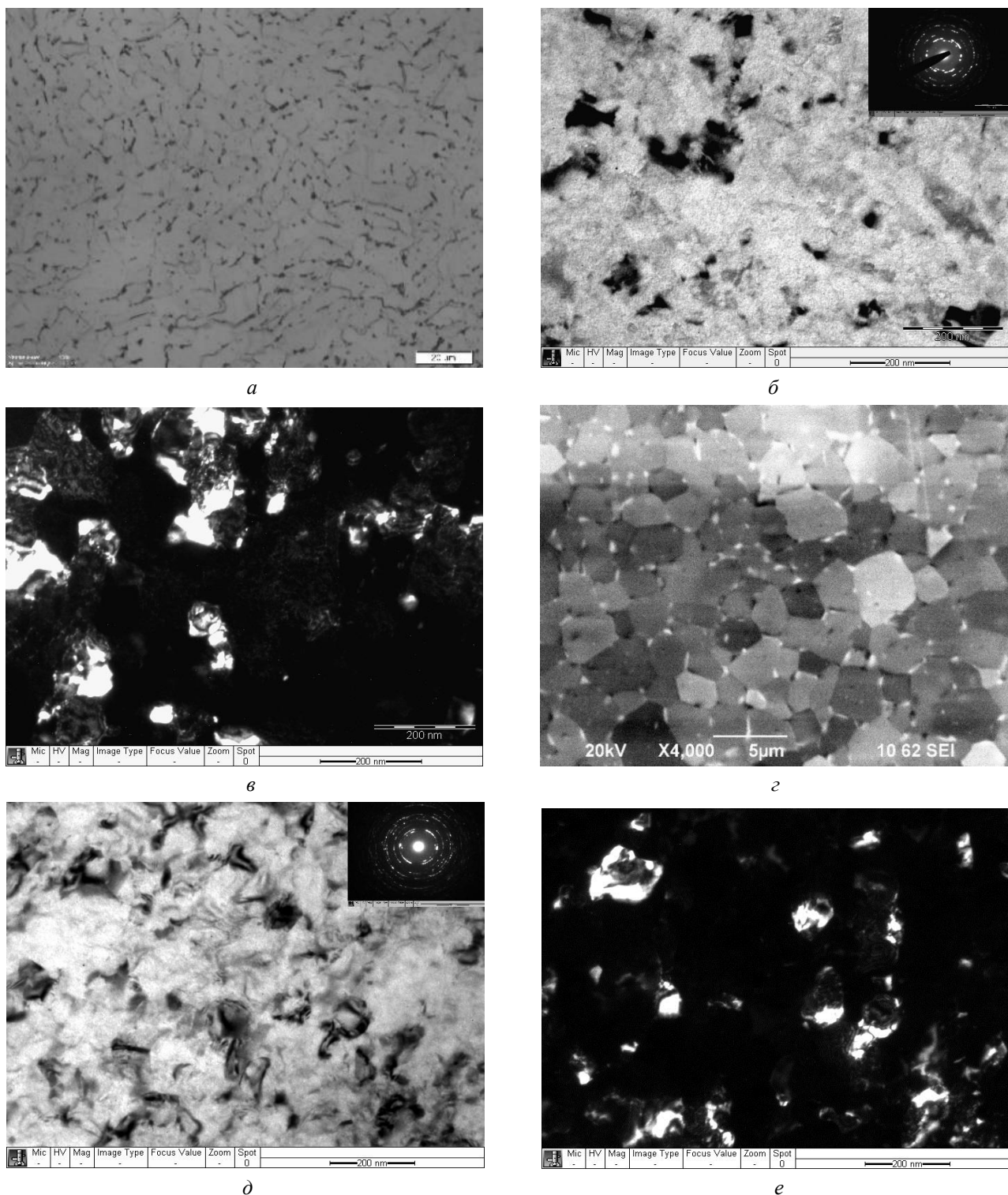


Рис. 1. Микроструктура титана Grade 4 в различных состояниях:

a – в исходном состоянии (ОМ); *б* – после ИПДК (ПЭМ светлое поле); *в* – после ИПДК (ПЭМ темное поле);
г – после ИПДК + 700 °С (РЭМ); *д* – после ИПДК + ИПДК_{300°С} (ПЭМ светлое поле);
е – после ИПДК + ИПДК_{300°С} (ПЭМ темное поле)

После ИПДК формируется однородная УМЗ структура, в которой наблюдаются признаки, указывающие на значительное искажение решетки, связанное с высокими внутренними напряжениями (рис. 1, б). Светлые участки на темнопольном изображении (рис. 1, в) имеют неоднородный контраст. На дифрактограмме (рис. 1, б) представлено множество рефлексов, расположенных по окружностям, что характерно для УМЗ структуры с большеугловыми границами зерен (БУГ). Также значительное рассеивание рефлексов подтверждает наличие

высоких внутренних напряжений [10]. Средний размер фрагментов был оценен по темнопольным изображениям и составляет примерно 120 нм. Небольшие светлые участки, наблюдаемые на темнопольном изображении, не отражают их истинных размеров из-за искажения границ на периферии каждого зерна. Фактический размер зерен немного больше [11].

После отжига при температуре 700 °С в течении 30 минут деформированного титана Grade 4, наблюдается рост зерен до примерно 5 мкм (рис. 1, з). При этом происходит релаксация внутренних напряжений и рекристаллизация, границы зерен принимают отчетливый контраст. Наблюдается структура с равноосными зернами различных размеров и большеугловыми границами. Очевидно, что в ходе отжига при 700 °С протекают процессы рекристаллизации структуры, заключающиеся в зарождении и росте новых зерен, свободных от дефектов.

Если подвергнуть материал «теплой» деформации, то в основном зеренная структура не наблюдается (рис. 1, д). В структуре фиксируются значительные упругие искажения, связанные с высокими внутренними напряжениями. Наблюдаются фрагменты, границы которых содержат высокую плотность дислокаций. Средний размер фрагментов, определяемый по темнопольным изображениям (рис. 1, е), составляет примерно 100 нм. Получившаяся микроструктура в целом идентична обработке при комнатной температуре, за исключением более мелкого размера зерен. Вероятно, это отличие связано с проходящими при теплой деформации процессами динамического возврата, при которых одновременно с накоплением дефектов кристаллической решетки происходит их перераспределение и аннигиляция. Данные процессы позволяют добиться более равномерного распределения дефектов в объеме материала и еще больше измельчить структуру [12]. Электронограмма (рис. 1, д) с участка структуры содержит большое количество рефлексов, расположенных по окружностям. Такой вид дифрактограммы типичен для УМЗ образцов, полученных интенсивной пластической деформацией, и указывает на значительное измельчение структуры с большеугловыми границами зерен [13]. Наблюдаемое рассеивание рефлексов также указывает на высокий уровень внутренних напряжений.

Результаты измерения микротвердости титана Grade 4 в различных состояниях представлены на рис. 2.

Значения микротвердости исходного образца находятся в пределах 237 ± 2 HV. Такие значения закономерны для технически чистого титана Grade 4 с крупнозернистой структурой и малой плотностью дефектов кристаллической решетки.

После проведения ИПДК наблюдается значительное повышение микротвердости до значений 353 ± 7 HV. Такой рост микротвердости можно объяснить тем, что формирование УМЗ структуры в результате интенсивной пластической деформации приводит к повышению твердости при комнатной температуре. Зависимость твердости материала от среднего размера зерна чаще всего описывается с помощью соотношения Холла – Петча [13]:

$$H = H_0 + kd^{-1/2},$$

где H – микротвердость; d – средний размер зерен; H_0 – твердость, связанная с трением решетки; k – коэффициент, зависящий от материала. В то же время, в некоторых исследованиях наблюдается нарушение от соотношения Холла – Петча для наноразмерных зерен. График отклоняется от линейной зависимости и его наклон часто становится отрицательным или положительным, что, вероятно, связано с изменением механизмов деформации для УМЗ материалов [14]. Также значительную роль в упрочнении титана Grade 4 после ИПДК играет повышенная плотность дефектов кристаллической решетки, которые являются препятствиями при миграции дислокаций в процессе деформации [14].

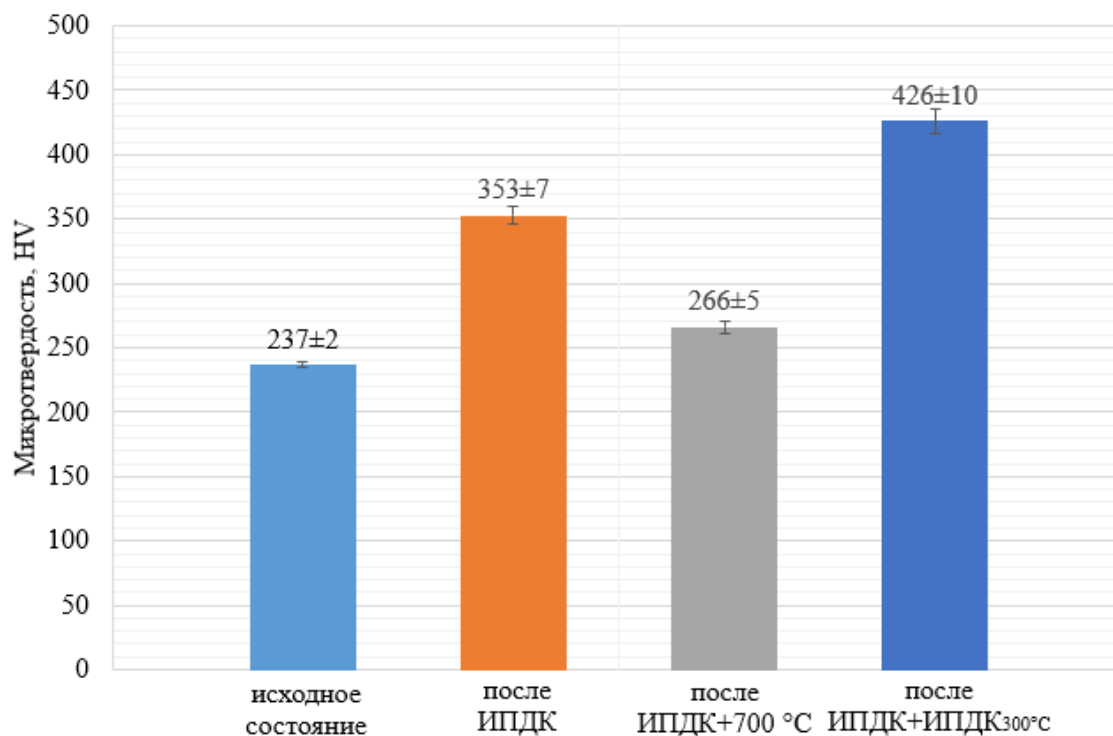


Рис. 2. Микротвердость титана Grade 4 в различных состояниях

В результате отжига при температуре 700 °С в течении 30 минут УМЗ титана Grade 4, подвергнутого ИПДК при 20 °С, происходит сильное снижение микротвердости до значений 266 ± 5 HV. Очевидно, такое снижение микротвердости является результатом протекающих процессов рекристаллизации при отжиге. Твердость снижается по причине формирования крупнозернистой, однородной структуры, с малой плотностью дефектов кристаллической решетки.

В случае «теплой» деформации при температуре 300 °С показатели микротвердости повышаются и достигают достаточно высоких значений – 426 ± 10 HV. Данные показатели превосходят значения микротвердости для состояния Grade 4 после ИПДК при комнатной температуре (353 ± 7 HV). Вероятно, в процессе теплой деформации, одновременно с накоплением дислокаций, происходит их миграция и равномерное распределение в объеме материала. Это позволяет еще больше повысить плотность дефектов и измельчить структуру.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе было рассмотрено влияние интенсивной пластической деформации кручением и последующей термообработки на микроструктуру и микротвердость технически чистого титана Grade 4.

Было установлено, что ИПДК приводит к значительному измельчению структуры в объеме образца и, как следствие, к росту микротвердости.

Последующий отжиг активизирует процессы релаксации напряжений и рекристаллизации, вследствие чего происходит рост зерен и снижение микротвердости.

В случае если образец подвергнуть тепловой деформации (ИПДК 5 оборотов при комнатной температуре + 5 оборотов при 300 °С), то наблюдается заметный рост микротвердости, показатели которой превосходят уровень после деформации кручением при комнатной температуре. Вероятно, это связано с еще большим количеством накопленных дефектов кристаллической решетки и измельчением микроструктуры.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Study** and development of nanostructured metals for production of medical implants and equipment / R. Z. Valiev, et al. // *Materials. Technologies. Design*. 2019. Vol. 1, no. 1. Pp. 42-47. [R. Z. Valiev, et al., "Study and development of nanostructured metals for production of medical implants and equipment", (in Russian), in *Materials. Technologies. Design*, vol. 1, no. 1, pp. 42-47, 2019.]
2. **Annealing** behavior of severely-deformed titanium Grade 4 / G. S. Dyakonov, et al. // *Materials Science and Engineering: A*. 2019. Vol. 742. Pp. 89-101. [G. S. Dyakonov, et al., "Annealing behavior of severely-deformed titanium Grade 4", in *Materials Science and Engineering: A*, vol. 742, pp. 89-101, 2019.]
3. **Producing** Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later / R. Z. Valiev, et al. // *JOM*. 2016. Vol. 68, no. 4. Pp. 1216-1226. [R. Z. Valiev, et al., "Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later", in *JOM*, vol. 68, no. 4, pp. 1216-1226, 2016.]
4. **Валиев Р. З., Лэнгдон Т. Д., Жилыев А. П.** Объемные наноструктурные материалы: фундаментальные основы и применения. СПб.: Эко-Вектор, 2017. 480 с. [R. Z. Valiev, T. G. Langdon, A. P. Zhilyaev, *Bulk nanostructured materials: fundamentals and applications*, (in Russian). St. Petersburg: Eco-Vector, 2017.]
5. **Microstructure** development during equal-channel angular pressing of titanium / D. H. Shin, et al. // *Acta Materialia*. 2003. Vol. 51, Iss. 4. Pp. 983-996. [D. H. Shin, et al., "Microstructure development during equal-channel angular pressing of titanium", in *Acta Materialia*, vol. 51, Iss. 4, pp. 983-996, 2003.]
6. **Fernandes D. J., Elias C. N., Valiev R. Z.** Properties and performance of ultrafine grained titanium for biomedical applications // *Materials Research*. 2015. Vol. 18, no. 6. Pp. 1163-1175. [D. J. Fernandes, C. N. Elias, R. Z. Valiev, "Properties and performance of ultrafine grained titanium for biomedical applications", in *Materials Research*, vol. 18, no. 6, pp. 1163-1175, 2015.]
7. **Влияние** термического отжига на механическое поведение технического титана VT1-0, имеющего субмикроструктурную структуру в поверхностном слое или в объеме материала / М. С. Казаченок [и др.] // *Физическая мезомеханика*. 2005. Т. 8, № 4. С. 37-47. [M. S. Kazachenok, et al., "Effect of thermal annealing on the mechanical behavior of commercial titanium VT1-0, which has a submicrocrystalline structure in the surface layer or in the bulk of the material", (in Russian), in *Fizicheskaya mezomehanika*, vol. 8, no. 4, pp. 37-47, 2005.]
8. **Особенности** изменения структуры и механических свойств субмикроструктурного титана при деформации в интервале температур $(0.15-0.45)T_m$ / С. П. Малышева [и др.] // *Физика металлов и металловедение*. 2003. Т. 96, № 4. С. 98-105. [S. P. Malysheva, et al., "Features of changes in the structure and mechanical properties of submicrocrystalline titanium upon deformation in the temperature range $(0.15-0.45)T_m$ ", (in Russian), in *Fizika metallov i metallovedenie*, vol. 96, no. 4, pp. 98-105, 2003.]
9. **Enhanced** strength and ductility of an ultrafine-grained Ti alloy processed by HPT / R. R. Valiev, et al. // *Defect and Diffusion Forum*. 2018. Vol. 385. Pp. 331-336. [R. R. Valiev, et al., "Enhanced strength and ductility of an ultrafine-grained Ti alloy processed by HPT", in *Defect and Diffusion Forum*, vol. 385, pp. 331-336, 2018.]
10. **Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., Alexandrov I. V.** Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // *Progress in Materials Science*. 2000. Vol. 45, no. 2. Pp. 103-189. [R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov, "Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation", in *Progress in Materials Science*, vol. 45, no. 2, pp. 103-189, 2000.]
11. **Structural** and mechanical properties of nanocrystalline titanium processed by severe plastic deformation / A. A. Popov, et al. // *Scripta Materialia*. 1997. Vol. 37, no. 7. Pp. 1089-1094. [A. A. Popov, et al., "Structural and mechanical properties of nanocrystalline titanium processed by severe plastic deformation", in *Scripta Materialia*, vol. 37, no. 7, pp. 1089-1094, 1997.]
12. **Dynamic** and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions / T. Sakai, et al. // *Progress in materials science*. 2014. Vol. 60. Pp. 130-207. [T. Sakai, et al., "Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions", in *Progress in materials science*, vol. 60, pp. 130-207, 2014.]
13. **Advanced** mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure / A. V. Sergueeva, et al. // *Scripta Materialia*. 2001. Vol. 45, Iss. 7. Pp. 747-752. [A. V. Sergueeva, et al., "Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure", in *Scripta Materialia*, vol. 45, Iss. 7, pp. 747-752, 2001.]
14. **Valiev R. Z.** Superior strength in ultrafine-grained materials produced by SPD processing // *Materials Transactions*. 2014. Vol. 55, no. 1. Pp. 13-18. [R. Z. Valiev, "Superior strength in ultrafine-grained materials produced by SPD processing", in *Materials Transactions*, vol. 55, no. 1, pp. 13-18, 2014.]

ОБ АВТОРАХ

УСМАНОВ Эмиль Ильдарович, студент бакалавриата, каф. МиФМ УГАТУ.

РЕЗЯПОВА Луиза Рустамовна, асп. каф. МиФМ. Инж. лаборатории ЦКП «Нанотех» УГАТУ. Дипл. магистр по направл. материаловедение и техн. мат-лов (УГАТУ, 2019).

ВАЛИЕВ Роман Русланович, мл. науч. сотр. НИИ ФПМ УГАТУ. Дипл. инж. по машинам и технологиям высокоэффективных процессов обработки (УГАТУ, 2009). Канд. техн. наук (2018г.) по специальности 05.16.08 - Нанотехнологии и наноматериалы (металлургия и материаловедение) (2018 г.). Иссл. в обл. объемных наноструктурных металлов и вакуумно-плазменных защитных покрытий.

METADATA

Title: Influence of heat treatment on microstructure and microhardness of titanium Grade 4 subjected to HPT.

Authors: E. I. Usmanov¹, L. R. Rezyapova², R. R. Valiev³

Affiliation: Ufa State Aviation Technical University (UGATU), Russia.

Email: ¹usm4nov-emil@yandex.ru, ²luiza.rezyapova97@mail.ru, ³rovaliev@gmail.com

Language: Russian.

Source: Vestnik UGATU (scientific journal of Ufa State Aviation Technical University), vol. 25, no. 3 (93), pp. 3-9, 2021. ISSN 2225-2789 (Online), ISSN 1992-6502 (Print).

Abstract: In this work, the influence of severe plastic deformation by torsion (HPT) and subsequent heat treatment on the microstructure and microhardness of commercially pure titanium Grade 4 is considered. It is determined that after HPT a homogeneous ultrafine-grained (UFG) structure with a high dislocation density is formed and, as a consequence, a significant increase in microhardness up to 353 ± 7 HV is observed. Subsequent annealing at 700 °C activates the processes of relaxation and grain growth, which leads to a decrease in microhardness. It was found that the HPT treatment at a temperature of 300 °C allows obtaining the maximum value of microhardness – 426 ± 10 HV.

Key words: titanium Grade 4; high pressure torsion; UFG structure; heat treatment; microhardness.

About authors:

USMANOV, Emil Ildarovich, Undergrad. Student, dept. of Material Sci. and Metal Physics.

REZYAPOVA, Luiza Rustamovna, Postgrad. Student, dept. of Material Sci. and Metal Physics. Dipl. Master of Materials Sci. and Technology of Materials (USATU, 2019).

VALIEV, Roman Ruslanovich, Cand. of Tech. Sci. (USATU, 2018). Researcher, Institute of Physics of Advanced Materials.