ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА ФОРМИРОВАНИЕ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ СТРУКТУРЫ В СПЛАВЕ ТІ-6АІ-7NЬ ELI ПОСЛЕ РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ

Полякова В. В., Семенова И. П.

ФГБОУ ВПО «Уфимский государственный авиационный технический университет», Уфа, Россия (450000, Уфа, ул. К. Макса, 12), e-mail: Vnurik@gmail.com

Данная работа посвящена исследованию эволюции дуплексной микроструктуры сплава Ti-6Al-7Nb ELI в процессе равноканального углового прессования (РКУП) в зависимости от степени деформации. Были выявлены основные особенности измельчения зерен первичной α -фазы и β -зерен с α + β пластинчатой структурой. Показано, что измельчение α + β области более интенсивно и после 6 проходов РКУП формируется зеренная структура со средним размером 360 нм. Фрагментация первичной α -фазы осуществляется за счет эволюции хаотических дислокационных ансамблей в субзерна. С целью повышения эффективности РКУП и создания однородной ультрамелкозернистой (УМЗ) структуры предложен режим предварительной термической обработки (ТО) за счет повышения объемной доли пластинчатой α + β структуры. Показано, что РКУП с предварительной ТО привело к приросту на 10 % предела прочности по сравнению с РКУП без ТО.

Ключевые слова: титановые сплавы, ультрамелкозернистая структура, равноканальное угловое прессование, термическая обработка.

THE THERMAL TREATMENT EFFECT ON ULTRA-FINE GRANED STRUCTURE FORMATION IN THE Ti-6Al-7Nb ELI ALLOY AFTER ECAP

Polyakova V. V., Semenova I. P.

FSBFEI HPE «Ufa State Aviation Technical University», Ufa, Russia (450000, Ufa, K. Marx str., 12), e-mail: Vnurik@gmail.com

This paper is focused on the study of microstructure evolution of the Ti-6Al-7Nb ELI alloy during equal channel angular pressing (ECAP) depending on the deformation degree. Main features of refinement of primary α -phase and β grains with $\alpha+\beta$ lamellar structure were determined. It was shown, that refinement of $\alpha+\beta$ area is more intense and the grained structure with the average size of 360 nm is formed after 6 passes. Fragmentation of primary α -phase occurs via the evolution of chaotic dislocation assemblies to subgrains. A preliminary thermal treatment (TT) regime was offered to increase the ECAP efficiency and formation of the homogeneous ultra-fine grained (UFG) structure through volume enhancement of lamellar $\alpha+\beta$ structure. ECAP with preliminary TT was shown to result in increase of tensile strength by 10 % compared to ECAP without TT.

Key words: titanium alloys, ultra-fine grained structure, equal channel angular pressing, thermal treatment.

Ведение

Титановые сплавы нашли широкое применение в современной медицине в качестве конструкционных материалов. Это обусловлено их исключительной коррозионной стойкостью, высокой удельной прочностью и низким модулем упругости [5]. Сплав Ti-6Al-4V ELI активно применяют в стоматологии, в ортопедии, для хирургического инструмента и т. д. Однако он содержит гистотоксичный в ионном виде ванадий, способный при наличии микроподвижности выходить из состава сплава в свободном виде. В связи с этим в последние годы начали использовать сплав с безвредным для тканей ниобием Ti-6Al-7Nb.

В процессе эксплуатации эндопротезы испытывают интенсивные циклические и статические нагрузки. Очевидно, что для их производства необходимо использовать деформированные титановые сплавы, они по сравнению с литым материалом имеют запас

прочности и усталостной выносливости, вместе с тем более уплотненную структуру, что положительно влияет на сокращение времени заживления [3, 5]. В связи с этим, большую актуальность представляет повышение механических свойств малолегированных титановых сплавов за счет изменения типичных схем обработки новыми, более продуктивными. В данной работе материалом наших исследований является сплав Ti-6Al-7Nb ELI. В этом сплаве по причине малого количества β-фазы невозможно добиться значительного упрочнения путем использования закалки и старения. Наибольший эффект может дать деформационная и термомеханическая обработка [2]. Современные методы интенсивной пластической деформацией (ИПД) за счет формирования УМЗ структуры позволяют создавать материалы с уникальными механическими свойствами. Для получения объемных заготовок с УМЗ структурой может быть использовано РКУП, основным преимуществом которого перед другими методами ИПД является возможность сохранения их исходных размеров [1]. В данной работе представлены результаты исследования эволюции микроструктуры и особенности ее формирования в сплаве Ti-6Al-7Nb ELI в процессе РКУП, а также ее взаимосвязь с механическими свойствами.

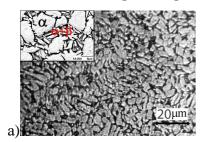
Материал и методы исследования

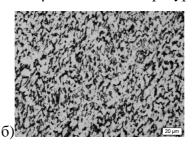
Для проведения исследований были использованы горячекатаные прутки из сплава Ті-6АІ-7Nb ELI диаметром 22 мм следующего состава: Ті – основа, АІ – 6,17 %, Nb – 7,05 %, Fe – 0,14 %, O – 0,17 %, C – 0.01 %, N – 0,03 %. Температура полиморфного превращения (Тпп) составила 1013 °C. РКУП проводили при температуре 600 °C по маршруту Вс на оснастке с пересечением каналов 120°. Металлографию проводили на оптическом микроскопе фирмы «Оlympus». Исследование микроструктуры осуществлялось на просвечивающем электронном микроскопе JEM 2100 в продольном и поперечном сечении. Механические испытания на растяжение проводили при комнатной температуре на машине Instron в соответствии с Γ OCT 1497-84 со скоростью деформации 10^{-3} c^{-1} .

Результаты исследования и их обсуждение

Процесс РКУП характеризуется узким очагом деформации и большой ее интенсивностью, поэтому на первом этапе было важно оценить деформационную способность сплава в ходе интенсивной деформации. Для проведения РКУП были выбраны режимы на основе проведенных исследований на сплаве Ti-6Al-4V ELI [6, 8]. Авторами было показано, что наиболее благоприятными температурами прессования могут быть температуры в интервале от 600 до 800 °C. Однако при температуре деформации близкой к 800 °C активно проходят процессы рекристаллизации, что может привести к неоднородности структуры. При температурах ниже 600 °C резко снижается деформируемость сплава. Основываясь на этом, для обработки была использована минимальная температура,

обеспечивающая удовлетворительную технологическую пластичность 600 °С. Для исследования влияния степени деформации на структуру было проведено 2, 4, и 6 проходов РКУП, чему соответствует суммарная накопленная деформация е равная 1,5; 2,8 и 4,5. Металлографические исследования образцов из сплава Ti-6Al-7Nb (рис. 1, а) показали, что сплав в исходном крупнозернистом (КЗ) состоянии характеризуется преимущественно глобулярной структурой со средним размером зерен первичной α -фазы 10 ± 3 мкм, объемная доля которой составила 85 %. Участки повышенной травимости в межфазном пространстве представляют собой β -превращенную структуру: в областях β -матрицы присутствуют дисперсные α -частицы (рис. 1, а). Такая структура характерна для двухфазных титановых сплавов после горячей прокатки в α + β области температур деформации [2].





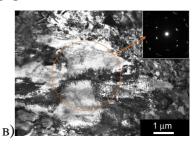
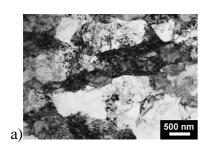
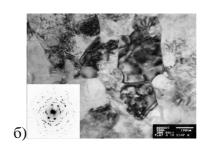


Рисунок 1. Микроструктура Ti-6Al-7Nb: а) исходное состояние; б) после 6 проходов РКУП. Поперечное сечение. ОМ; в) Дислокационная структура и картина дифракции α зерна

Металлографические исследования сплава после различных проходов РКУП показали, что после травления поверхности шлифа в микроструктуре наблюдается однородное распределение зерен первичной α-фазы в β-превращенной матрице как после 4, так и после 6 проходов, что может свидетельствовать об однородности деформации (рис. 1, б). Тонкие исследования зерен первичной α фазы методом ПЭМ показали, что увеличение степени деформации приводит к эволюции дислокационной структуры от слабо развитых скоплений в виде неупорядоченных стенок и клубков к сетчатым и ячеисто-сетчатым образованиям. На дифракционных картинах, полученных с α-зерен, наблюдалось азимутальное размытие рефлексов, что свидетельствует о значительных микроискажениях решетки при деформации (рис. 1, в). В области α+β структуры с накоплением суммарной степени деформации плотность дислокаций увеличивается, и в дислокационном ансамбле возникают коллективные формы движения, приводящие к существенной перестройке структуры: разбиению тела пластинчатой α+β фаз на слабо разориентированные ячейки, а затем на фрагменты. Последние выявляются по нулевому контрасту на светлопольных изображениях (рис. 2).





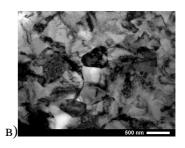


Рисунок 2. Микроструктура Ті-6Al-7Nb после РКУП: а, б) 4 прохода; в, г) 6 проходов

После 2-х проходов РКУП наблюдалась преимущественной субзеренная структура с высокой плотностью дислокаций (рис. 2, а). Средний размер структурных элементов составил 730±25 нм. Структура после 4 проходов характеризуется зеренно-субзеренными структурными элементами со средним размером 550 нм. Вместе с тем встречаются отдельные зерна с большеугловыми границами с характерным для равновесного состояния контрастом, что, возможно, говорит об ИХ рекристаллизационном полосчатым происхождении (рис. 2, б). После 6 проходов в структуре наблюдаются зерна с равновесными границами – рекристаллизационного происхождения и неравновесными границами – образованные путем накопления дислокаций при деформации и их перестройке (рис. 2, в). Средний размер структурных элементов, замеренный по темнопольным изображениям, составил 450±45 нм. С увеличением степени деформации при РКУП сплава Ti-6Al-7Nb закономерно повышается предел прочности по сравнению с крупнозернистым материалом с 943±12 до 1150±26 МПа после 6 проходов, соответственно, что, очевидно, связано с повышением плотности дислокаций и формирования УМЗ структуры. При этом относительное удлинение после 6 проходов РКУП составило 6,5±0,7 %.

Таким образом, на основании проведенных исследований можно предположить, что высокую прочность в материале можно обеспечить преимущественно за счет зернограничного и дислокационного механизмов упрочнения путем измельчения пластинчатой $\alpha+\beta$ составляющей и формирования в ней зеренно-сузеренной структуры. В то же время пластичность — зернами глобулярной α -фазы за счет увеличения длины пробега дислокаций и процессов динамического возврата и первичной рекристаллизации. Очевидно, что создание более однородной УМЗ структуры в массивных заготовках необходимо увеличить долю тонкопластинчатой β -превращенной структуры, фрагментация которой идет легче, например, путем проведения термообработки перед ИПД [4, 7].

Как показали исследования на двухфазном сплаве Ti-6Al-4V ELI режим термообработки исходных заготовок с целью получения тонкопластинчатой структуры состоял из закалки с температуры ниже Тпп на 10...30 °C и последующего отжига при 675 °C в течение 4 часов [8]. Данный режим был выбран на основе экспериментальных исследований, целью которых был поиск оптимальных температурных параметров

обработки, обеспечивающих формирование структуры с преимущественной объемной долей вторичной пластинчатой α фазы, деформация которой осуществляется путем ее фрагментации двойниками и полосами скольжения. Также необходимо учесть в структуре фракцию зерен первичной глобулярной α фазы, необходимую для сдерживания роста β зерна и обеспечения удовлетворительной пластичности при РКУП.

Для получения полной картины качественного и количественного фазового состава в сплаве Ti-6Al-7Nb был проведен металлографический анализ микроструктуры после закалки в воду с температур около $\alpha+\beta \to \beta$ перехода. Зависимость параметров структуры после различных температур нагрева под закалку представлена на рис. 4.

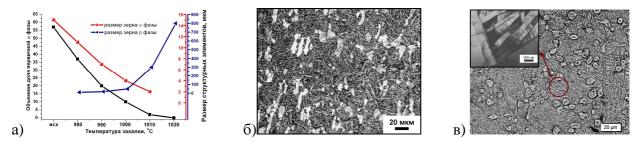


Рисунок 4. Влияние температуры закалки на объемную долю и размер α и β фаз. TO: δ) закалка β воду β γ 0 γ 0 закалка γ 0 годинати температуре 750 γ 0 γ 0 годинати температуре 750 γ 0 годинати температуре 750 γ 0 годинати температуре 750 годинати температуре 750 годинати температуре 750 годинати температуре 750 годинати температуры закалка годинати температуры годинати годинати температуры годинати температуры годинати годин

Из диаграммы (рис. 4, а) видно, что первичная а фаза устойчиво сдерживает рост зерна β фазы в интервале температур 980...990 °C, при ее объемной доле 20...30 %, поэтому выбрали температуру закалки 985 °C. Микроструктура после закалки с 985 °C характеризуется смешанной структурой, состоящей из а' мартенсита с размером пакетов 20 мкм и 23 % зерен первичной α фазы 10 мкм (рис. 4, б). При последующем старении, обычно в интервале температур 450...750 °C, распад мартенсита приводит к формированию пластинчатой структуры α-фазы, размер которой будет зависеть от температуры. В низколегированных титановых сплавах, например, системы Ti-6Al-4V после закалки обычно подвергают традиционному отпуску (старению) при температурах 450...550 °C, но при этом за счет выделения очень дисперсных частиц осфазы происходит значительное снижение пластичности [2]. Повышение температуры отпуска до 800 °C приводит к укрупнению структурных элементов, но в этом случае обеспечивается более высокая технологическая пластичность. На данном сплаве для распада мартенсита и выделения не слишком дисперсных частиц пластинчатой α-фазы после закалки в течение 4 часов проводили высокий отпуск при температуре 750 °C. Структура после ТО характеризуется равномерным распределением глобулярной α-фазы как в продольном, так и в поперечном сечении. Ее объемная доля составила 23 % после закалки без изменения среднего размера. Около 80 % объема в структуре занимают пакеты пластин α-фазы со средним поперечным размером 330 нм, образовавшиеся на месте бывшего мартенсита (рис. 4, в). ТО исходных образцов привела к повышению пластичности до $17,2\pm1,7$ %, что почти в 2 раза выше, чем в исходном состоянии $(7,5\pm0,4)$, за счет формирования бимодальной структуры при закалке и последующего высокотемпературного отжига, способствующего снижению плотности дислокаций и внутренних напряжений. Об этом косвенно свидетельствует работа, затраченная на деформацию образцов при одноосном растяжении, которая повышается по сравнению с состоянием поставки (рис. 6). Очевидно, это обусловлено тем, что при деформации энергия затрачивается не только на движение дислокаций, но и на их зарождение [7].

На рис. 5 представлена микроструктура термически обработанных (закалка 985 $^{\circ}$ C и отпуск 750 $^{\circ}$ C, 4 часа) образцов из сплава Ti-6Al-7Nb ELI, подвергнутых 6 циклам РКУП.

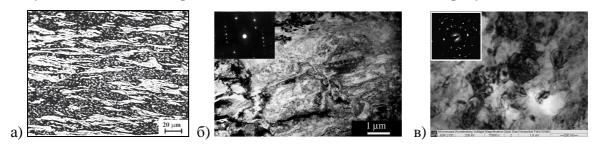


Рисунок 5. Микроструктура сплава Ti-6Al-7Nb после $PKY\Pi$ при 600 °C. a) OM; b) область зерна первичной a-a-a-a-b0 область a+b0 структуры; b0, b1 D3D4. Поперечное сечение

Металлографический анализ микроструктуры после РКУП не показал принципиальных изменений в поперечном сечении образца. Однако в продольном сечении наблюдалась явно выраженная ориентация граничных поверхностей структуры в направлении оси деформирования (рис. 5, а). На рис. 5, б видно, что после 6 проходов зерна первичной а фазы фрагментированы с образованием субзеренных малоугловых границ. В области с пластинчатой α+β структурой образуется зеренная сильно фрагментированная структура с высокой плотностью дислокаций и со средним размером элементов 360±36 нм (рис. 5, в). Азимутальное размытие рефлексов на картине микродифракции свидетельствует о высоком уровне внутренних микронапряжений. По данным рентгеноструктурного анализа их уровень составил 0,32 %. Результаты микроструктурного анализа после РКУП и ТО+РКУП ясно показали, что увеличение фракции пластинчатой составляющей путем ТО в конечном итоге увеличивает объемную долю зеренной структуры после РКУП прессования с размером в УМЗ диапазоне. На рис. 6 результаты механических испытаний сплава после ТО и 6 проходов РКУП при температуре 600 °C. Как было сказано ранее, микроструктура сплава после закалки с 985 °C и отпуска в течение 4 часов при температуре 750 °C (рис. 6) привела к высокой пластичности в сплаве, которая обеспечила в ходе РКУП хорошую деформируемость и целостность заготовки в течение 6 циклов при температуре 600 °C.

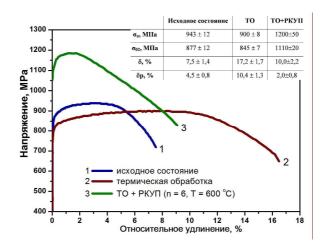


Рисунок 6. Влияние ТО и РКУП на механические свойства сплава Ti-6Al-7Nb

ИПД способствовала повышению прочности с 900 до 1200 МПа за счет формирования преимущественно УМЗ структуры (80 %) с размером 350 нм. При этом общее относительно удлинение сплава снизилась с 18 до 10 % по сравнению с образцами после ТО, но осталось примерно на том же уровне, что и исходные заготовки, полученные горячей прокаткой. Как видно из рис. 6, характер кривой после РКУП заметно изменился (кривые 1 и 3), снизилась область равномерной деформации (с 4,5 до 2 %) за счет ранней локализации деформации на дефектах структуры и значительно увеличилась область шейкообразования (с 3 до 8 %), что, возможно, связано с торможением развития трещины на большеугловых границах зерен, протяженность которых увеличилась в несколько раз после ИПД. Такое механическое поведение характерно для многих УМЗ и наноструктурных материалов, обусловленное физической природой их пластической деформации, когда механизмы зарождения и движения дислокаций затруднены в условиях ультрамелкого зерна [4].

Заключение

Экспериментально установлены особенности измельчения структуры в сплаве Ti-6Al-7Nb от степени деформации при РКУП. Выявлено, что фрагментация первичной α-фазы приводит к образованию развитой дислокационной и субзеренной структуры. В области пластинчатой структуры формируется УМЗ структура с размером зерен 360 нм. Для повышения эффективности РКУП и однородности УМЗ структуры в объемных заготовках предложен режим предварительной ТО. Показано, что проведение предварительной ТО сплава Ti-6Al-7Nb перед РКУП приводит к приросту прочности на 10 % больше, чем без ТО, за счет увеличения в структуре объемной доли зерен до 80 % с большеугловыми границами.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009–2013 годы. Авторы также выражают благодарность коллегам из Карлов Университета (Прага, Чешская Республика) за неоценимую помощь в обсуждении результатов в рамках программы КОNTAKT II (LH12217).

Список литературы

- 1. Валиев Р. 3., Александров И. В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. 398 с.
- 2. Металловедение титана и его сплавов. Титановые сплавы / С. П. Белов, М. Я. Брун, С. Г. Глазунов и др.; отв. ред. С. Г. Глазунов, Б. А. Колачев. М.: Металлургия, 1992. 352 с.
- 3. Фокин В. А. Идеи Споторно и их развитие сегодня // Margo Anterior. 2003. № 3–4. С. 1-5.
- 4. Boyer R., Welsch G., Collings E. Materials Properties Handbook: Titanium Alloys. ASM International, 1998. P. 1048.
- 5. Brunette D. M. Titanium in medicine. Springer-Verlag, Berlin; Heidelberg, 2001. P. 1019.
- 6. Ko Y. G., Jung W. S., Shin D. H., Lee C. S. Effects of temperature and initial microstructure on the equal channel angular pressing of Ti-6Al-4V alloy // Scripta Mater. − 2003. − № 48. − P. 197-202.
- 7. Popov A. A. Structural and mechanical properties of nanocristalline titanium processed by severe deformation processing // Scripta Mater. $-1997. N_{\odot} 37. P. 1089-1094.$
- 8. Semenova I. P. The effect of equal channel angular pressing on the structure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V alloy // Mater. Sci. Eng. A 387-389. 2004. P. 805-808.

Рецензенты:

Кайбышев Рустам Оскарович, д.ф.м.н., профессор кафедры «Материаловедения и нанотехнологий» ФГАО ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет», руководитель лаборатории механических свойств наноструктурных и жаропрочных материалов ФГАО ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет», г. Белгород.

Салищев Геннадий Алексеевич, д.т.н., профессор, руководитель лаборатории объемных наноструктурных материалов ФГАО ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет», г. Белгород.