

## МЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ ТИТАНА GRADE 4, ПОЛУЧЕННОГО КОМБИНАЦИЕЙ РКУП-CONFORM И ВОЛОЧЕНИЯ

Поляков А. В., Семенова И. П.

*ФГБОУ ВПО «Уфимский государственный авиационный технический университет», «Институт физики перспективных материалов», Уфа, Россия (450000, Уфа, ул. К.Маркса, 12), e-mail: Deathex@mail.ru*

В статье рассматриваются особенности механического поведения ультрамелкозернистого (УМЗ) титана Grade 4, полученного комбинацией РКУП-Conform с последующим волочением в зависимости от температуры окружающей среды и скорости деформации в интервале от  $10^{-5}$  до  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup>. Показано, что уменьшение скорости деформации до  $10^{-4}$  и  $10^{-5}$  с<sup>-1</sup> при комнатной температуре в обоих структурных состояниях приводит к небольшому снижению предела прочности при растяжении. При этом относительное удлинение в крупнозернистом (КЗ) титане увеличивается, а в УМЗ титане – сохраняется на том же уровне. При температуре испытаний 350 °С УМЗ титан демонстрирует повышенную пластичность с сохранением более высокой прочности по сравнению с КЗ состоянием (770 и 325 МПа, соответственно), а также повышенные значения скоростной чувствительности напряжения течения ( $m = 0,06$  и  $0,02$ ) при скоростях деформации  $10^{-4}$  -  $10^{-5}$  с<sup>-1</sup>, соответственно.

Ключевые слова: титан, ультрамелкозернистое состояние, интенсивная пластическая деформация, РКУП «Conform», механические свойства.

## MECHANICAL BEHAVIOR OF TITANIUM GRADE 4, PRODUCED BY THE COMBINED ECAP-CONFORM AND DRAWING TECHNIQUE

Polyakov A. V., Semenova I. P.

*Institute of Physics of Advanced Materials, Ufa State Aviation Technical University, Ufa, Russia (450000, Ufa, K. Marx St., 12), e-mail: Deathex@mail.ru*

The paper describes specific features of mechanical behavior of ultrafine grained (UFG) titanium Grade 4, produced by a combination of ECAP-Conform with subsequent drawing, depending on the temperature and strain rate in the range from  $10^{-5}$  to  $10^{-3}$  1/s. It is demonstrated that decreasing in strain rate to  $10^{-4}$  and  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup> at room temperature in both structural states leads to a slight decrease in the ultimate tensile strength. Herewith, the relative elongation in CG titanium increases, while it preserves at the same level in UFG titanium. At a temperature of 350 °C, UFG titanium demonstrates enhanced ductility, preserving higher strength as compared to the CG state (770 and 325 MPa, accordingly), as well as enhanced values of rate sensitivity to the flow stress ( $m=0.06$  and  $0.02$ ) at the strain rate of  $10^{-4}$  and  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup>, accordingly.

Key words: titanium, ultra fine grains, severe plastic deformation; ECAP – Conform; mechanical characterizations.

### Введение

Титан и его сплавы благодаря высокой коррозионной стойкости и биосовместимости широко используются для изготовления медицинских имплантатов [7]. Однако в современной медицине требования к изделиям существенно повышаются. Например, помимо биологической совместимости необходимо обеспечить снижение массы конструкции при сохранении высокой прочности и сопротивляемости усталостным нагрузкам. Развитие методов интенсивной пластической деформации (ИПД) позволило к настоящему времени достигнуть заметных успехов в повышении прочности титана методами кручения под высоким давлением (ИПДК) [1, 9], равноканальным угловым прессованием (РКУП), РКУП в комбинации с последующей экструзией, прокаткой [5, 6].

Одним из новых модификаций ИПД-обработки является комбинация РКУП-Conform (РКУП-С) с последующим волочением. Данный подход с высокой производительностью позволяет получать ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру в длинномерных прутках, которые востребованы промышленностью, включая изготовление медицинских имплантатов [3, 4, 8]. Вместе с тем актуальной задачей развития этой технологии является изучение закономерностей механического поведения УМЗ титана с целью оптимизации режимов обработки и, соответственно, достижения в нем комплекса высоких механических свойств.

В этой связи данная работа посвящена исследованию особенностей механического поведения при комнатной и повышенной температуре УМЗ титана Grade 4, полученного комбинацией РКУП-С и волочения.

### **Материал и методики исследования**

В качестве исходного материала был использован титан технической чистоты в виде горячекатаных прутков с химическим составом, указанным в таблице 1 и средним размером зерна 25 мкм. Прутки были подвергнуты равноканальному угловому прессованию по схеме «Conform» (РКУП-С) на степень с накопленной истинной деформацией ~ 4 соответствующую числу проходов равным шести (рис. 1). РКУП-С было проведено при температуре 200 °С. Угол пересечения каналов  $\Phi$  составил 120°. После обработки методом РКУП-С прутки подвергались дополнительной деформации волочением при температуре 200 °С на степень обжатия 75 %.

Таблица 1. Химический состав Ti Grade 4 (по данным сертификата в вес. %)

Ti	C	Fe	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>
основа	0,04	0,14	0,006	0,0015	0,36

Анализ микроструктуры проводился с помощью оптической и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Получаемые прутки рассматривались в двух сечениях: поперечном и продольном. Рабочая поверхность образцов для оптической металлографии полировалась механическим путем и травилась раствором из 4 % плавиковой кислоты, 20 % хлорной кислоты и 76 % дистиллированной воды. Заготовки для фольг вырезались электроискровым методом. В продольном сечении заготовки для фольг вырезались по центру. Далее после механического утонения до 100 мкм они подвергались электролитическому полированию. Полировка производилась раствором из 5 % хлорной кислоты, 35 % бутанола и 60 % метанола при температуре в интервале -20...-35 °С. Изучение микроструктуры фольг осуществлялась на микроскопе JEOL JEM 2100 при ускоряющем напряжении в 200 кВ.

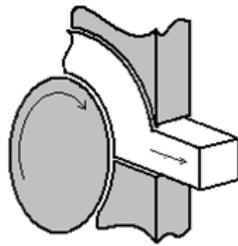


Рис. 1. Схема РКУ прессования «Conform»

Механические испытания растяжением проводились на испытательной машине «Instron» со скоростями деформации  $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-5}$  с<sup>-1</sup> при комнатной температуре и при температуре 350 °С, которая является температурой начала рекристаллизации в технически чистом титане. Использовались образцы типа 4 ГОСТ 1497-84, цилиндрической формы с начальной расчетной длиной рабочей части 15 мм и диаметром 3 мм. Для каждого состояния и условий испытания проводили на не менее чем 3 образцах.

#### Результаты эксперимента и их обсуждение

На рисунке 2 показаны изображения микроструктуры прутков титана, полученные методом ПЭМ в поперечном и продольном направлениях после РКУП-С и дополнительного волочения. Средний размер зерен/субзерен составил 200 нм. В продольном сечении структура имеет удлиненные вдоль направления деформации элементы, внутренние области которых разбиты малоугловыми дислокационными границами.

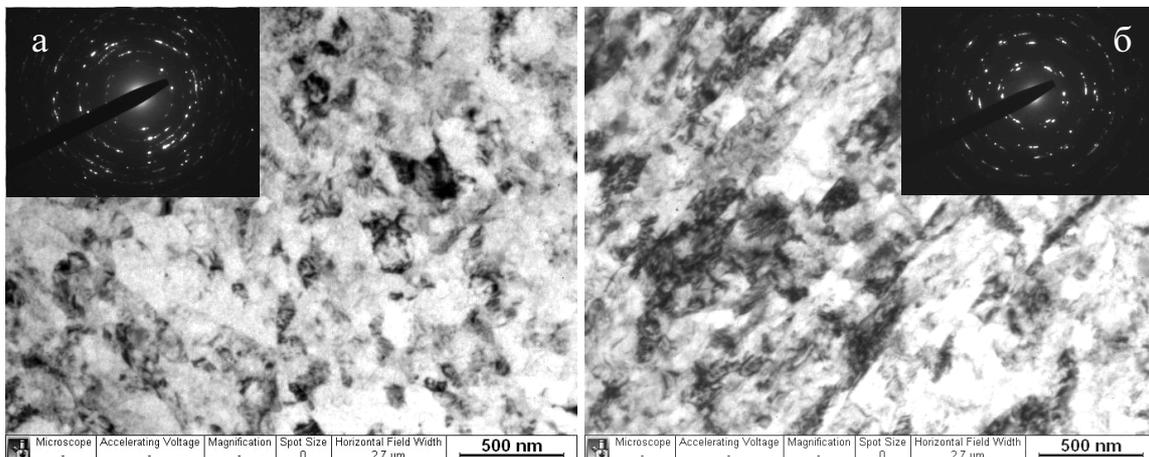


Рис. 2. Светлопольные ПЭМ-изображения микроструктуры титана после 6 проходов РКУП-С с последующим волочением на 75 % в поперечном (а) и продольном (б) сечениях

На рисунке 3 представлены типичные кривые растяжения в координатах напряжение-деформация для исходного и УМЗ титана после испытаний при различных условиях. Предел прочности УМЗ титана после данной обработки на 40 % превосходит таковой для исходного крупнозернистого (КЗ) состояния, достигая 1295 МПа при растяжении при комнатной

температуре со скоростью  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ . Однако при этом практически в два раза снижается уровень пластичности, судя по удлинению образца, составляя в среднем 11 %. Из рис. 3 видно, что уменьшение скорости деформации до  $10^{-4}$  и  $10^{-5} \text{ с}^{-1}$  в обоих структурных состояниях приводит к небольшому снижению предела прочности. Относительное удлинение при этом в КЗ титане немного увеличивается (с 23 до 27 %), а в УМЗ титане сохраняется на том же уровне (11 %) (таблица 2).

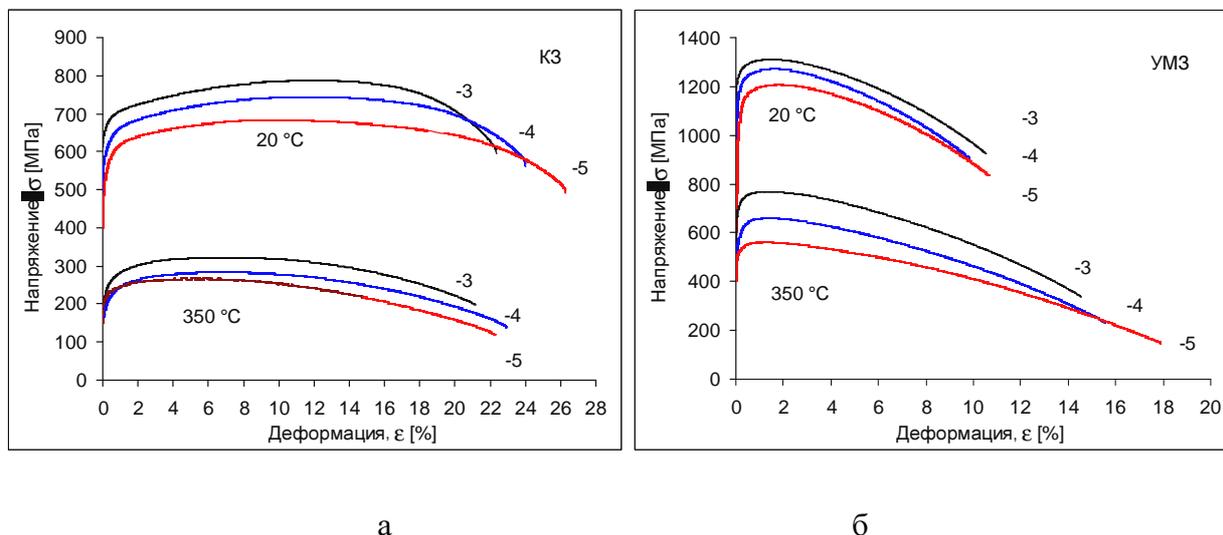


Рис. 3. Инженерные кривые напряжение-деформация КЗ (а) и УМЗ (б) титана при скоростях растяжения  $10^{-3}$ ,  $10^{-4}$ ,  $10^{-5} \text{ с}^{-1}$  и температурах 20 и 350 °С

После испытаний при  $T = 350 \text{ °C}$  уровень прочности в КЗ и УМЗ титане падает примерно на 40 % (см. рис. 3). При этом в механическом поведении КЗ и УМЗ титана наблюдали некоторые отличия. В частности, предел прочности УМЗ титана остается почти в 2 раза выше, чем в КЗ образце (770 и 325 МПа, соответственно, при скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ). Вместе с тем относительное удлинение КЗ образцов практически не изменилось и, независимо от скорости деформации, составляло в среднем 22 %. Относительное удлинение УМЗ образцов заметно увеличилось, например, после испытаний со скоростью деформации  $10^{-5} \text{ с}^{-1}$  оно составляло 18 % (таблица 2). Подобная закономерность была описана в работе [2], в которой было показано, что относительное удлинение КЗ титана после испытаний при температурах вплоть до 500 °С практически не меняется, тогда как УМЗ титан уже при температуре 400 °С и скорости деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  имеет удлинение почти 90 %.

Таблица 2. Механические свойства УМЗ и КЗ титана Grade 4

Состояние материала	Температура и Скорость испытания (°С и $\text{с}^{-1}$ )	$\sigma_{0,2}$ (МПа)	$\sigma_{\text{пр}}$ (МПа)	$\delta_p$ (%)	$\delta$ (%)
---------------------	--	----------------------	----------------------------	----------------	--------------

КЗ	20 и $10^{-3}$	$647 \pm 14$	$777 \pm 13$	$13,0 \pm 1,0$	$22,7 \pm 0,1$
	20 и $10^{-4}$	$608 \pm 14$	$745 \pm 13$	$12,7 \pm 0,1$	$24,0 \pm 0,2$
	20 и $10^{-5}$	$600 \pm 57$	$690 \pm 8$	$11,5 \pm 1,2$	$26,5 \pm 0,7$
	350 и $10^{-3}$	$245 \pm 9$	$326 \pm 6$	$7,5 \pm 0,1$	$21,3 \pm 0,4$
	350 и $10^{-4}$	$202 \pm 2$	$284 \pm 2$	$8,2 \pm 0,2$	$23,4 \pm 0,8$
	350 и $10^{-5}$	$219 \pm 5$	$267 \pm 9$	$6,0 \pm 0,2$	$22,2 \pm 0,3$
УМЗ	20 и $10^{-3}$	$1197 \pm 11$	$1295 \pm 24$	$2,1 \pm 0,6$	$10,8 \pm 0,4$
	20 и $10^{-4}$	$1191 \pm 20$	$1263 \pm 11$	$2,2 \pm 0,2$	$10,8 \pm 1,1$
	20 и $10^{-5}$	$1132 \pm 37$	$1220 \pm 18$	$2,2 \pm 0,3$	$11,0 \pm 0,7$
	350 и $10^{-3}$	$714 \pm 18$	$771 \pm 2$	$2,0 \pm 0,2$	$14,0 \pm 0,8$
	350 и $10^{-4}$	$614 \pm 13$	$664 \pm 6$	$2,1 \pm 0,1$	$15,3 \pm 0,4$
	350 и $10^{-5}$	$549 \pm 12$	$562 \pm 3$	$1,9 \pm 0,2$	$18,0 \pm 0,3$

± – стандартное отклонение по трем образцам.

Напряжение течения образцов как в КЗ так и в УМЗ состоянии с уменьшением скорости деформации снижается, особенно при температуре 350 °С (таблица 2). При этом в области более высоких скоростей деформации ( $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ) значения коэффициента скоростной чувствительности  $m$  образцов в обоих состояниях практически одинаковы и не превышают 0,03 (рис. 4). В интервале низких скоростей деформации ( $10^{-4}$  и  $10^{-5} \text{ с}^{-1}$ ) при температуре 350 °С наблюдали значительную разницу скоростной чувствительности к напряжению течения,  $m = 0,027$  и  $0,072$  для КЗ и УМЗ образца, соответственно (рис. 4). Полученные значения  $m$  вполне коррелируют с величиной относительного удлинения КЗ и УМЗ образцов, так как из условия однородности пластического течения пластичность металлических материалов можно увеличить путем повышения коэффициента деформационного упрочнения ( $\gamma$ ), либо коэффициента скоростной чувствительности  $m$  [10].

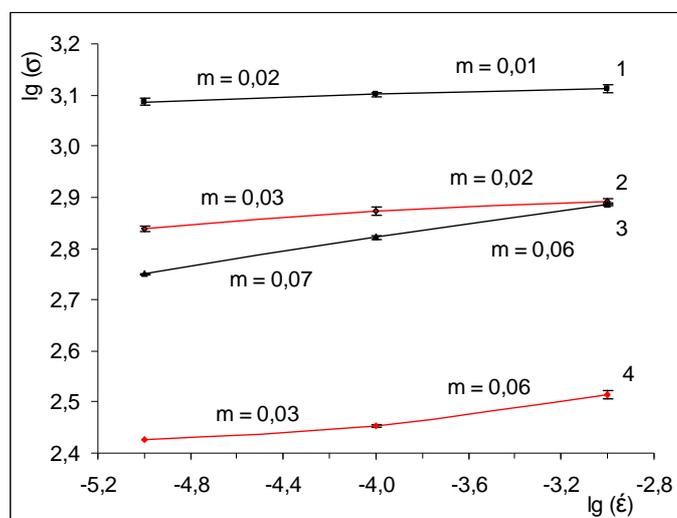


Рис. 4. Зависимость напряжения течения  $\sigma$  от скорости деформации  $\dot{\epsilon}$  крупнозернистого (кривые 2, 4) и ультрамелкозернистого (кривые 1, 3) титана Grade 4 при температуре 20 (кривые 1, 2) и 350 °С (кривые 3, 4)

### **Заключение**

Таким образом, в данной работе показаны общие черты и различия в механическом поведении крупнозернистого и УМЗ титана Grade 4, полученного комбинацией РКУП-С и волочения. В частности, при температуре 350 °С в УМЗ титане наблюдали повышенную пластичность с сохранением высокой прочности по сравнению с КЗ состоянием (770 и 325 МПа, соответственно), а также более высокую скоростную чувствительность ( $m = 0,06$  и  $0,02$ ) при скоростях деформации  $10^{-4} - 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ . Такое механическое поведение УМЗ титана указывает путь оптимизации режимов обработки, варьируя температурно-скоростными условиями деформации, с целью достижения сочетания высокой прочности и пластичности. Это является одним из важных условий успешного применения УМЗ титана для изготовления различных видов имплантатов, обеспечивая при этом сопротивление усталостным нагрузкам, особенно в условиях надреза.

*Исследование выполнено в рамках ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы (Государственное соглашение № 14.А18.21.2108 по обобщенной теме «Современные методы исследования микроструктуры и механических свойств перспективных материалов») на оборудовании Центра коллективного пользования «Диагностика структуры и свойств наноматериалов» НИУ «БелГУ».*

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках ФЦП "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009-2013 годы.*

### **Список литературы**

1. Валиев Р. З. Объемные наноструктурные металлические материалы. Получение, структура и свойства / Р. З. Валиев, И. В. Александров.– М.: ИКЦ "Академкнига", 2007.– 398 с.
2. Механическое поведение ультрамелкозернистых титановых прутков, полученных с использованием интенсивной пластической деформации / Семенова И. П. [и др.] // Физика металлов и металловедение. – 2008. – Т. 106, № 2. – С. 1-9.
3. Наноструктурный титан для биомедицинских применений: новые разработки и перспективы коммерциализации / Валиев Р. З. [и др.] // Российские нанотехнологии. – 2008. – Т. 3, № 9. – 10.– С. 80-89.
4. Continuous processing of ultrafine grained Al by ECAP – Conform / G. I. Raab [et al.] // Mater. Sci. Eng.. – 2004. – Vol. A382. – P. 30-34.

5. Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling / V. V. Stolyarov [et al.] // Mater. Sci. Eng.. – 2003. – Vol. A343. – P. 43-50.
6. Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion / V. V. Stolyarov [et al.] // Mater. Sci. Eng. – 2001. – Vol. A303. – P. 82-89.
7. Titanium in medicine / D. M. Brunette [et al.]. – Berlin: Springer, 2001. – 1019 p.
8. US Patent No. 7,152,448, USC 72/262. Continuous Equal-Channel Angular Pressing / Y. T. Zhu [et al.]; Los Alamos National Security, LLC (Los Alamos, NM). – filed 16.12.04; issued 26.12.06.
9. Valiev R. Z. The effect of annealing on tensile deformation behavior of nanostructured SPD titanium / R. Z. Valiev, A. V. Sergueeva, A. K. Mukherjee // Scripta Mater. – 2003. – Vol. 49, № 7. – P. 669-674.
10. Zhao Y. Strategies for Improving Tensile Ductility of Bulk Nanostructured Materials / Y. Zhao, Y. Zhu, E. J. Lavernia // Advanced Engineering Materials, Special Issue: Bulk Nanostructured Materials. – 2010. – Vol. 12, Issue 8. – P. 769-778.

**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.