

05

Фрагментация зерен и изменения фазового состава крупно- и нанокристаллического титана в результате ступенчатого ударно-волнового воздействия

© Ю.Р. Колобов^{1,2}, С.С. Манохин^{1,2}, А.Ю. Колобова^{1,3},
Ю.Е. Кудымова^{1,2}, В.И. Бетехтин⁴, А.А. Голышев¹,
А.М. Молодец¹, Р.А. Андриевский¹

¹ Институт проблем химической физики РАН, Черноголовка, Московская обл.

² Белгородский государственный национальный исследовательский университет, Белгород

³ Национальный исследовательский технологический университет „МИСИС“

⁴ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург
E-mail: kolobov@bsu.edu.ru

Поступило в Редакцию 26 апреля 2016 г.

Экспериментально изучены структурно-фазовые изменения поликристаллического титана, стимулированные ступенчатым ударно-волновым сжатием до давлений 40 ГПа и последующей разгрузкой. Исследования проведены на образцах титана марки ВТ1-0 в широком (0.2–50 μm) диапазоне начальных размеров зерен. Методами просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, а также микродифракции и рентгеноструктурного анализа исследован эффект фрагментации зерен и изменения фазового состава титановых образцов в результате ступенчатого ударно-волнового воздействия. Обсуждаются особенности этих изменений.

Формирование субмикро- и наноструктуры в титане вызывает все больший интерес в связи с возможностью повышения физико-механических характеристик, улучшения коррозионных и биологических свойств этого материала (см., например, [1–6]). В этой связи немаловажный интерес имеет и выяснение влияния размера структурных элементов в исходном состоянии на особенности структурно-фазового

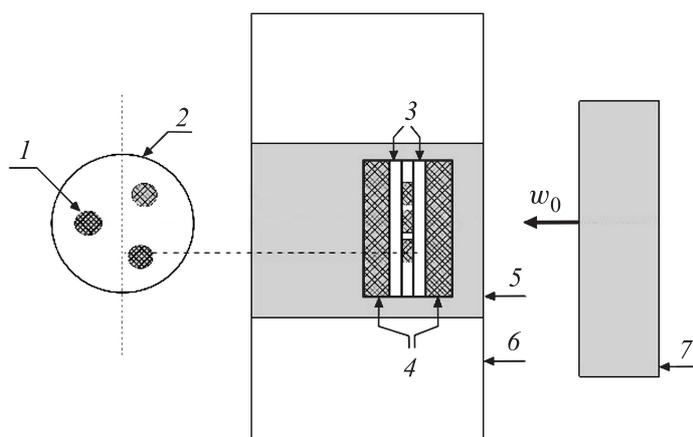


Рис. 1. Схема ударно-волнового нагружения и сохранения образцов (обозначения в тексте).

состава после различных видов статических и динамических интенсивных внешних механических воздействий. В продолжение работ по исследованию влияния ударно-волнового воздействия (УВВ) на фазовый состав нанокристаллического TiO_2 и крупнокристаллического Ti [7,8] представляло интерес выявить влияние величины зерна в исходных образцах титана на структуру и фазовый состав после УВВ, имея также в виду и общие проблемы поведения наноматериалов в экстремальных условиях [9].

В работе использовался титан марки ВТ1-0 технической чистоты (0.01 mass%Al, 0.004C, 0.003N, 0.143O, 0.0008H, 0.12Fe, 0.002Si). Из прутков диаметром 6 mm, полученных по комбинированной технологии, включающей поперечно-винтовую прокатку в сочетании с традиционными способами механико-термической обработки и обеспечивающей изготовление образцов со средним размером зерен ~ 250 nm [1,10], плотностью $\rho = 4.5026 \pm 0.0007$ g/cm³, нарезались диски толщиной около 0.5 mm и отжигались при температурах в интервале 623–1143 K для формирования исходных структур с различным размером зерен: от нанокристаллического до крупнозернистого. Следует отметить, что, как

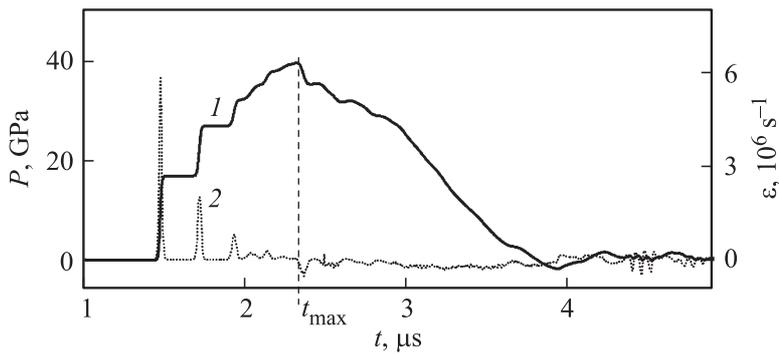


Рис. 2. Профили давления (1) и скорости деформации (2) образцов титана.

было показано ранее [1,10], после отжига при 623 К в сформированном с использованием упоминавшейся выше комбинированной технологии наноструктурированном зеренно-субзеренном состоянии происходит увеличение доли большеугловых границ зерен до 70%, а доля зерен с размерами менее 100 nm составляет более 35%. При этом наноразмерные зерна очищаются от дислокаций, и такую структуру можно отнести к нанокристаллической.

Ступенчатое ударно-волновое нагружение образцов и их последующее сохранение проводились с использованием техники и ампул сохранения из [7]. Схема ударно-волнового нагружения и сохранения образцов показана на рис. 1. Исследуемые диски (1) вставлялись в титановую обойму (2), к которой с обеих сторон прикладывались пластины из Ti (3) и W (4). Полученная слойка помещалась в цилиндрическую ампулу сохранения (5), вставляемую в охранный железное кольцо (6). Воздействие наносилось алюминиевым ударником (7), разогнанным продуктами взрыва до скорости $W_0 = 2 \text{ km/s}$. Соотношения размеров ударника, ампулы сохранения и исследуемых дисков обеспечивали одномерное ударно-волновое нагружение центральной части образцов импульсом сжатия микросекундной длительности. Расчеты давления, скорости деформации, температуры и объема образцов в нагружающем импульсе проводились с использованием уравнения состояния Ti на основе [8]. Рассчитанные профили давления P и оценка скорости

Режимы обработки и характеристики структуры образцов до и после ударно-волнового воздействия (УВВ)

Образец	Режим отжига		Средний размер зерна d		Уменьшение размера зерна после УВВ	Характер структуры после УВВ
	$T, ^\circ\text{C}$	t, h	Исходный, nm	После УВВ, nm		
1	350	3	220 ± 15	190 ± 10	В пределах ошибки	Глобулярная
2	350	92	430 ± 20	200 ± 10	~ 2 раза	«
3	490	0.5	1000 ± 50	480 ± 40	~ 2 раза	Преимущественно глобулярная с локальными ламелярными областями
4	600	0.5	4000 ± 100	180 ± 10	~ 22 раза	Преимущественно ламелярная
5	700	0.5	9000 ± 500	270 ± 13	~ 33 раза	«
6	870	52	51000 ± 1800	350 ± 20	150 раз	«

деформации, согласно (1), приведены на рис. 2, из которого видно, что нагружающий импульс и разгрузка были ступенчатыми:

$$\varepsilon = -\frac{1}{V} \frac{dV}{dt}. \quad (1)$$

Амплитуда первой ступени сжатия составляла 17 GPa, максимальная амплитуда была 40 GPa, температура при этом достигала 450 ± 10 K, а отношение первоначального объема V к его минимальному значению составляло 1.26. Температура при разгрузке снижалась до 340 K.

Структура образцов до и после ударных воздействий исследовалась методами просвечивающей электронной микроскопии тонких фольг и сканирования электронного пучка при высоком разрешении (ПЭМ и СПЭМ) на приборе Теспаі G2 F20 S-TWIN при ускоряющем напряжении 200 kV, а также традиционными приемами рентгеноструктурного анализа (РСА). Фольги для электронно-микроскопических исследований

готовились путем механического шлифования на установке LaboPol-5 с последующей электролитической полировкой на установке TenuPol-5.

Структурные данные относятся к сечениям, перпендикулярным к направлению УВВ. Для расчетов размеров элементов структуры использовалось программное обеспечение ImageExpertPro 3.0. Гистограммы распределения зерен по размерам строились для горизонтальных и вертикальных срезов с последующим построением усредненных гистограмм. Ошибки в определении среднего размера зерен указаны для доверительной вероятности 95%.

Основные результаты электронно-микроскопического анализа представлены в таблице. На рис. 3, *a-d* приведены полученные методом СПЭМ изображения структуры исследуемых образцов, отражающие их характерные особенности структуры до и после УВВ.

Анализ данных таблицы и рис. 3 показывает следующее:

— в исходном состоянии, а также после отжига образцов 1 и 2 форма зерен близка к равноосной (глобулярной);

— после УВВ размер зерна начинает уменьшаться, начиная с образцов 2 и 3 ($d = 400-1000$ nm), и это уменьшение заметно прогрессирует, доходя при $d \sim 7 \cdot 10^4$ nm по сравнению с первоначальным размером до 200 раз;

— в образцах после УВВ, начиная с исходного размера зерен $d \sim 500$ nm, в структуре появляются элементы ламелярной формы, характерные для двойниковой структуры (с длиной ламелей порядка $1 \mu\text{m}$ и шириной ~ 200 nm), и с увеличением размера зерен в исходной структуре микроструктура становится преимущественно ламелярной и существенно неоднородной.

Из данных таблицы следует также, что измельчение структуры исходного образца 1 после УВВ не наблюдается, и размер зерна ~ 200 nm является в некотором смысле критически предельным. Это совпадает с положением о том, что уменьшение размера структурных элементов при деформационных воздействиях выходит на насыщение [11]. Однако, с другой стороны, данные о деформации титана в условиях низкотемпературного кручения и высокого давления (50 К и 6 GPa соответственно) [5], поверхностной роликовой обработки [4] и кручения при высоких давлениях [6] при комнатной температуре свидетельствуют о возможности получения двойниковых структур с размером зерен ~ 30 , ~ 70 и ~ 150 nm соответственно. В связи с этим

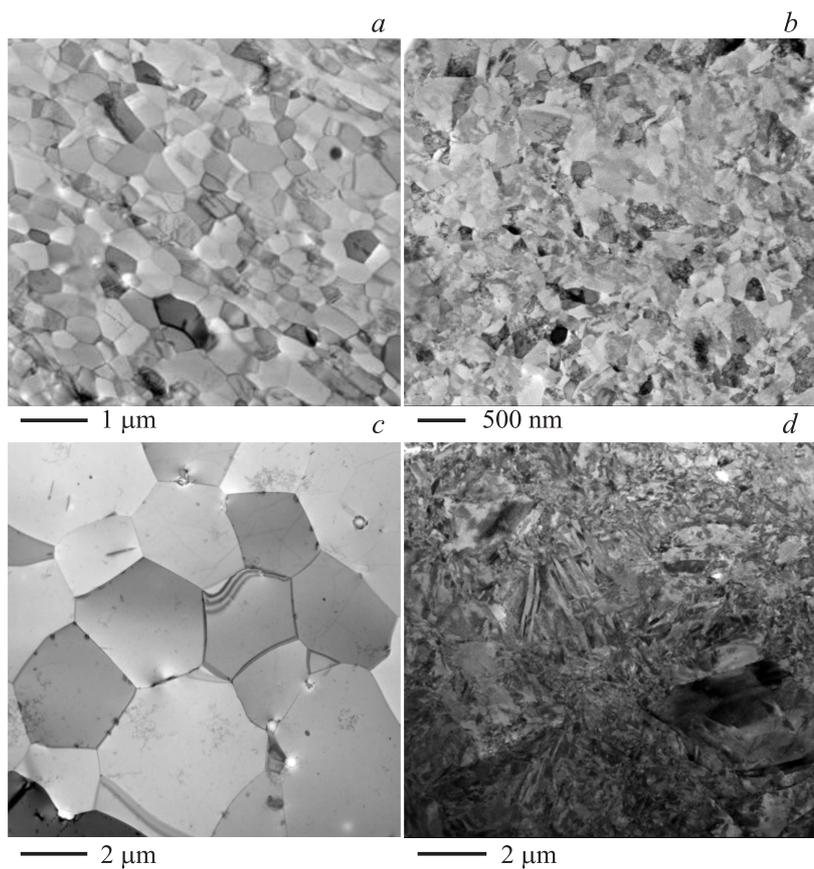


Рис. 3. СПЭМ-изображения структуры образцов 2 и 4 (см. таблицу) до УВВ (*a* и *c*) и после УВВ (*b* и *d*), ПЭМ темнопольное изображение структуры образца 1 после УВВ и микродифракция с данного участка (*e* и *f*).

вопросы возможного минимального размера зерна и условий подавления двойникового Ti при разнообразных экстремальных воздействиях остаются пока открытыми.

Интересно отметить также, что структура образцов 1 и 2 после УВВ оказывается практически квазиоднородной, что может свидетельство-

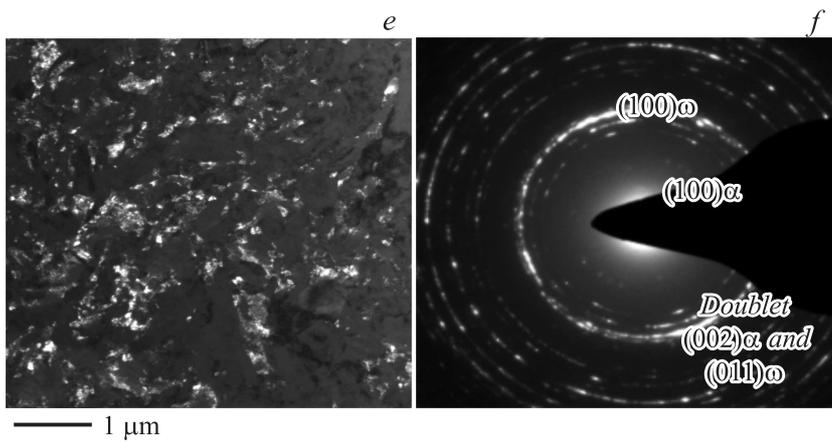


Рис. 3 (продолжение).

вать о протекании деформации за счет зернограницного проскальзывания и возможной реализации сверхпластичности, которая наблюдается в наноматериалах [12,13].

Исследование фазового состава методами PCA и микродифракции выявило появление рефлексов ω -фазы. На рис. 3, *e, f* показаны темнопольное изображение структуры образца *I* после УВВ и картина микродифракции с расшифровкой. Значения параметров ω -фазы удовлетворительно совпадают с результатами из международной базы данных ICDD.

Регистрация полиморфного превращения $\alpha \rightarrow \omega$ обычно отмечается в титане, подвергнутом статической и динамической мегабарной обработке в интервале давлений 4–25 GPa [8,14], т.е. в условиях наших УВВ образцы находились в области существования ω -фазы. Для наших опытов стоит лишь отметить, что рефлексы ω -фазы в образцах после УВВ фиксировались, по данным PCA, не всегда, и это может свидетельствовать о неоднородности напряженного состояния и возможности обратного фазового перехода $\omega \rightarrow \alpha$ после УВВ. В связи с отмеченным проследить отчетливо закономерности изменения фазового состава в зависимости от начального размера зерна оказалось затруднительным.

Таким образом, при воздействии ударно-волновых нагрузок (с амплитудой напряжений до 40 GPa) на образцы титана с величиной зерна 0.2–70 μm измельчение структуры начинается с размера зерен 0.4–1.0 μm , заметно прогрессируя и доходя при $d \sim 70 \mu\text{m}$, по сравнению с первоначальным размером, до 200 раз. Элементы двойниковой структуры появляются в обработанных образцах с начальным размером зерна около 0.5 μm , и с увеличением этого размера структура становится преимущественно ламелярной и существенно неоднородной.

Работа выполнена при поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках базовой и конкурсной части государственного задания вузам № 3.1492.2014/К (в части проведения экспериментов по формированию наноструктурированного состояния технически чистого титана и изучения процессов формирования НС структуры), а также при финансовой поддержке Российского научного фонда № 151230010 (в части анализа особенностей развития деформации в различных условиях нагружения).

Список литературы

- [1] Колобов Ю.Р. // Российские нанотехнологии. 2009. Т. 4. С. 69–81.
- [2] Андриевский Р.А. Основы наноструктурного материаловедения. Возможности и проблемы. М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2012. 252 с.
- [3] Wang Q., Yin Y., Sun Q. et al. // J. Mater. Res. 2014. V. 29. P. 569–577.
- [4] Edalati K., Daio T., Arita M. et al. // Acta Mater. 2014. V. 68. P. 207–213.
- [5] Shirooyeh M., Xu J., Langdon T.G. // Mater. Sci. Eng. A. 2014. V. 614. P. 223–231.
- [6] Бетехтин В.И., Колобов Ю.Р., Sklenicka V. и др. // ЖТФ. 2015. Т. 85. В. 1. С. 66–72.
- [7] Молодец А.М., Гольшев А.А., Шульга Ю.М. // ЖТФ. 2013. Т. 83. В. 7. С. 100–107.
- [8] Молодец А.М., Гольшев А.А. // ФТТ. 2014. Т. 56. В. 12. С. 2435–2439.
- [9] Андриевский Р.А. // УФН. 2014. Т. 184. В. 10. С. 1017–1032.
- [10] Иванов М.Б., Пенкин А.В., Колобов Ю.Р. и др. // Деформация и разрушение материалов. 2010. В. 9. С. 13–18.
- [11] Рыбин В.В. Большие пластические деформации и разрушение металлов. М.: Металлургия, 1986. 224 с.

- [12] Колобов Ю.Р. Диффузионно-контролируемые процессы на границах зерен и пластичность металлических поликристаллов. Новосибирск: Наука, 1998. 184 с.
- [13] Андриевский Р.А., Глезер А.М. // УФН. 2009. Т. 179. В. 4. С. 337–358.
- [14] Борисенок В.А., Жерноклетов М.В., Ковалев А.Е. и др. // Физика горения и взрыва. 2014. Т. 50. В. 3. С. 113–121.