

На правах рукописи



Дьяконов Григорий Сергеевич

**Влияние исходного размера зерен, химического состава и температуры деформации на эволюцию структуры в титане при прокатке и разработка режимов получения ультрамелкозернистых листов и прутков**

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени кандидата  
технических наук

Екатеринбург – 2011

Работа выполнена в Белгородском государственном национальном исследовательском университете

Научный руководитель: доктор технических наук, профессор  
Салищев Геннадий Алексеевич  
НИУ БелГУ

Официальные оппоненты: доктор технических наук, старший научный  
сотрудник  
Макаров Алексей Викторович,  
Институт машиноведения УрО РАН

кандидат технических наук, доцент  
Илларионов Анатолий Геннадьевич,  
ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого  
Президента России Б. Н. Ельцина»

Ведущая организация: ОАО Корпорация ВСМПО-АВИСМА,  
Свердловская область, Верхняя Салда

Защита состоится «02» декабря 2011 г. в 15.00 на заседании диссертационного совета Д 212.285.04 в ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 28, ауд. Мт-329. Телефон: (343)-375-48-08, факс (343)-375-53-35, e-mail: mla44@mail.ru

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью, просим высылать по адресу: 620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, 19, ученому секретарю диссертационного совета Д 212.285.04

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

Автореферат разослан «01» ноября 2011 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета



Мальцева Л.А.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### **Актуальность работы.**

В последние два десятилетия большое внимание исследователей уделяется получению ультрамелкозернистых (УМЗ) структур в металлах и сплавах методами интенсивных (больших) пластических деформаций (ИПД), в связи с возможностями резкого до 2-5 раз повышения в них прочности. Большие усилия были направлены на разработку методов получения УМЗ титана для целей технического и медицинского применения и отражены в работах Р.З. Валиева, И.В. Александрова, А.А. Попова, Ю.Р. Колобова и др.

Для измельчения его микроструктуры были развиты такие методы ИПД, как равноканальное угловое прессование, всесторонняя ковка, винтовая экструзия, аккумуляруемая прокатка с соединением и другие, а для получения длинномерных изделий - листов, фольг, прутков, проволок - комбинированные технологии, сочетающие один из методов ИПД и обычную прокатку или волочение, при температурах сохраняющих предварительно измельченную микроструктуру. Последнее условие, наряду с величиной деформации при ИПД, которая должна быть более 2-3, исходя из результатов работ Р.З. Валиева и В.М. Сегала, составляют основу выбора режимов для перевода материалов в УМЗ состояние. Однако, влияние таких факторов, как, например, исходная микроструктура, химический состав материала, схема деформации, также оказывающих воздействие на измельчение микроструктуры, пока еще остается слабо изученным, что не позволяет обоснованно выбирать режимы обработки.

Особенности эволюции структуры в титане, в отличие от ГЦК металлов, связаны с развитием механического двойникования на начальной стадии деформации. По данным Рыбина В.В., взаимодействие двойников с границами, созданными при деформации, приводит к «...образованию дисперсной и сильно разориентированной фрагментированной структуры». Между тем, можно предположить, что, так как двойникование ведет к измельчению микроструктуры металла, воздействие его на формирование УМЗ структуры в титане вызвано в основном лишь изменением при этом размера зерен и только последующая деформация ведет к развитию фрагментации. Таким образом, можно высказать предположение о влиянии исходного размера зерен на образование УМЗ структуры. Исходный размер зерен сильно влияет на однородность пластического течения, что будет оказывать влияние на однородность и полноту протекания двойникования и, соответственно, на развитие фрагментации микроструктуры. Другими важными факторами, оказывающими существенное влияние на развитие двойникования, являются химический состав титана и температура деформации. Химический состав титана оказывает воздействие на критические сдвиговые напряжения для скольжения и двойникования, а температура деформации также и на развитие процессов возврата и поэтому в значительной мере влияют на протекание фрагментации и, соответственно, на режимы обработки. Очевидно, влияние на развитие фрагментации в титане схемы деформации. В соответствии с принципом Лихачева-Рыбина изменение направления деформации разрушает предварительно созданную структуру. Между тем внимание на этот фактор в литературе не обращается, а он имеет большое значение при выборе режимов комбинированных технологий.

Таким образом, экспериментальная оценка таких факторов как исходный размер зерна, химический состав, температура деформационной обработки титана и учет схемы деформации позволят выявить роль каждого фактора на развитие микроструктуры титана в ходе его пластической деформации и определить оптимальные условия для проведения деформационной обработки с целью формирования ультрамелкозернистой структуры. Определение оптимальных условий для измельчения микроструктуры титана в ходе большой пластической деформации позволят в итоге обосновать и разработать экономически эффективные режимы получения ультрамелкозернистых листов и прутков с высоким уровнем механических свойств.

Актуальность данной работы подтверждается выполнением научно-исследовательских

работ в рамках ФЦП госконтракт № П2143 2009-2010 гг. по теме «Исследование и разработка технологий получения листов из титановых сплавов с улучшенными физикомеханическими свойствами для функционального и конструкционного применения» и выполнения научно-исследовательских работ в рамках субподрядного договора № 130/08/219-2008 по теме «Разработка технологии производства металлических наноструктурированных фольг для неразъемного соединения высокопрочных и разнородных материалов»

В связи с этим **целью данной** работы являлось на основе систематических исследований эволюции микроструктуры титана при различных температурах деформации, разной исходной структуре, химическом составе и схеме деформации определить наиболее оптимальное сочетание данных факторов для измельчения структуры и обосновать режимы получения ультрамелкозернистых листов и прутков с высоким уровнем механических свойств.

Для реализации указанной цели в работе решались **следующие задачи:**

1. Исследовать влияние исходного размера зерна титана VT1-0 на развитие процесса механического двойникования в частности и эволюцию микроструктуры в целом.
2. Исследовать особенности развития микроструктуры титана VT1-0 в ходе криогенной, комнатной и теплой деформации.
3. На примере титана VT1-0 и Grade4 исследовать влияние примесей на эволюцию микроструктуры в ходе прокатки в области комнатной температуры.
4. На основании полученных результатов исследований провести обоснование и разработать режимы получения ультрамелкозернистых листов и прутков с высоким уровнем механических свойств.

#### **Научная новизна:**

1. На примере титана VT1-0 проведен анализ однородности и полноты протекания механического двойникования при пластическом течении в зависимости от исходного размера зерна (30-1 мкм), степени и температуры деформации (-196, 20, 350°C). Степень деформации повышает долю двойникованных зерен и однородность распределения двойников в зернах. Показано, что наиболее однородно и полно двойникование осуществляется при размере зерен около 15 мкм: увеличение размера зерна от этой величины ведет к неоднородности его протекания, а уменьшение – к его подавлению. Снижение температуры деформации активизирует механическое двойникование и увеличивает долю двойникованных зерен при меньшей степени деформирования.

2. Установлены три характерных стадии развития микроструктуры титана в ходе пластической деформации. На первой стадии в области малых степеней деформации (<20%) основным процессом является двойникование, обеспечивающее прирост высокоугловых границ (ВУГ) и измельчение микроструктуры, на второй стадии имеет место преобразование двойниковых границ в произвольные и образование субзеренной структуры, третья стадия (>40%) соответствует образованию высокоугловых границ деформационного происхождения.

3. Проведен сравнительный анализ эволюции микроструктуры при пластической деформации титана VT1-0 с исходным средним размером зерна 1 и 15 мкм. Показано, что уменьшение размера зерна подавляет механическое двойникование вследствие активизации процессов возврата за счет большей протяженности исходных ВУГ и приводит к двухстадийному развитию структуры, т.е. наблюдается протяженная вторая и затем третья стадия.

4. Проведено сравнительное исследование эволюции микроструктуры при пластической деформации титана VT1-0 и Grade4, существенно отличающихся содержанием железа (Fe) и примесей (O, N, C, H). В титане Grade4 (содержащим большую концентрацию этих элементов) в отличие от VT1-0 развитие процесса механического двойникования подавлено. Это приводит к вырождению первой стадии развития микроструктуры, при этом на третьей стадии формируется структура с преимущественно малоугловыми разориентировками.

### **Практическая значимость:**

1. На основании систематических исследований эволюции микроструктуры в зависимости от исходного размера зерна, температурных условий деформации, химического состава и схемы деформации, были предложены режимы деформационной обработки титана VT1-0 методом прокатки, позволяющие получать ультрамелкозернистые длинномерные полуфабрикаты с высоким уровнем механических свойств.

2. Определены режимы листовой прокатки титана VT1-0, позволяющие получать тонкие листовые полуфабрикаты с ультрамелкозернистой структурой и высоким уровнем механических свойств. Получены ультрамелкозернистые листы титана (250x500x0,3 мм) со средним размером зерен/субзерен 0,15 мкм, обладающие высоким уровнем механических свойств  $\sigma_b=952$  МПа,  $\delta=5,6\%$ .

3. Определены режимы комбинированной (радиально-сдвиговой и сортовой) прокатки титана VT1-0, позволяющие получать прутковые полуфабрикаты промышленных размеров с ультрамелкозернистой структурой. Средний размер зерен/субзерен по сечению прутка составил 0,18 мкм, предел прочности  $\sigma_b=1084$ , а относительное удлинение  $\delta=12\%$ .

4. Определены режимы комбинированной деформационной обработки титана VT1-0, включающие формирование ультрамелкозернистой структуры методом всесторонней изотермической деформации и последующую листовую прокатку на степень  $\varepsilon=2,6$ . Средний размер зерен/субзерен в листе составил 0,08 мкм, предел прочности -  $\sigma_b=1010$  МПа, а величина относительного удлинения -  $\delta=9,3\%$ .

### **Основные результаты и положения, выносимые на защиту:**

1. Однородность и полнота протекания механического двойникования при пластическом течении титана VT1-0 в зависимости от исходного размера зерна (30-1 мкм), степени и температуры деформации и его влияние на эволюцию микроструктуры.

2. Три стадии эволюции микроструктуры титана VT1-0 в ходе прокатки при комнатной температуре, обусловленные изменением действующих механизмов деформации.

3. Вырождение первой стадии эволюции микроструктуры при уменьшении исходного размера зерна в титане VT1-0, обусловленное подавлением механического двойникования.

4. Сравнительное исследование эволюции микроструктуры при пластической деформации титана VT1-0 и Grade4, существенно отличающихся содержанием железа (Fe) и примесей (O, N, C, H), доказывающее влияние химического состава на развитие механического двойникования и стадийность развития микроструктуры.

5. Режимы листовой прокатки, комбинированной (всесторонняя изотермическая деформация (ВИД) + листовая прокатка и радиально-сдвиговая + сортовая прокатка) обработки, обеспечивающие получение листов и прутков с высокими механическими свойствами.

**Апробация работы.** Материалы диссертации докладывались на Всероссийской школе семинаре молодых ученых и преподавателей «Функциональные и конструкционные наноматериалы» (г. Белгород, 2009 г.); Международном симпозиуме «Объемные наноструктурные материалы BNM-2009» (г. Уфа, 2009 г.); шестой Международной научной конференции «Прочность и разрушение материалов и конструкций» (г. Оренбург, 2010 г.); III Международном форуме по нанотехнологиям RUSNANOTECH 2010 (г. Москва, 2010 г.); 11-я Международной конференции «Высокие давления – 2010. Фундаментальные и прикладные аспекты» (г. Судак, Украина, 2010 г.); 5-ой Международной конференции «Наноматериалы полученные посредством большой пластической деформации NanoSPD5 (г. Нанджиг, Китай, 2011); IV Международном форуме по нанотехнологиям RUSNANOTECH 2011 (г. Москва, 2011 г.); 51-ой Международной конференции «Актуальные проблемы прочности» (г. Харьков, Украина, 2011 г.); II Молодежной школе-конференции «Современные проблемы металловедения» (г. Пицунда, Республика Абхазия, 2011 г.); принято к охране в качестве «ноу-хау» техническое решение: «Способ изготовления фольг с нанокристаллической структурой из технически чистого титана», авторы Салищев Г.А., Жеребцов С.В., Лопатин

Н.В., Дьяконов Г.С.; Международном симпозиуме «Объемные наноструктурные материалы VNM-2011» (г. Уфа, 2011 г.)

**Вклад автора:** соискатель активно участвовал в постановке экспериментов, лично проводил эксперименты, структурные исследования, оценку механических свойств опытных образцов, обработку и анализ результатов исследований. Автор принимал участие в подготовке и написании научных публикаций.

#### **Публикации.**

По теме диссертационной работы опубликованы 4 научные статьи в рецензируемых изданиях из перечня ВАК РФ, 1 патент РФ на изобретение (положительное решение), 11 статей и тезисов в сборниках трудов конференций.

#### **Структура и объем работы.**

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, выводов и библиографического списка из 137 наименований. Общий объем работы составляет 156 страниц, содержит 86 рисунков и 7 таблиц. Работа выполнена при научной и методической консультации к.т.н. Жеребцова С.В.

### **СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ**

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертационной работы, сформулированы цели и задачи исследования, научная новизна и практическая значимость работы, представлены основные результаты и положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** проведен анализ особенностей эволюции структуры и механического поведения металлов при большой пластической деформации, рассмотрены механизмы деформации и влияние на них различных факторов, таких как температура пластической деформации и химический состав титана. Рассмотрены наиболее распространенные методы больших пластических деформаций, позволяющие формировать ультрамелкозернистую структуру и повысить механические свойства металлов и сплавов.

**Во второй главе** приведено описание методик проведения исследований. В качестве материала исследования использовался титан марки VT1-0 (ОСТ 1-90013-81) и Grade4 (ASTM B348-02), отличающиеся химическим составом (таблица 1). Существенно большая концентрация примесей в Grade4 по сравнению с VT1-0 может повлиять на критические сдвиговые напряжения двойникования и активизировать новые системы скольжения, что отразится на эволюции микроструктуры при пластической деформации.

Таблица 1. Химический состав титана VT1-0 и Grade4 (вес.%) в состоянии поставки

Основные компоненты и примеси, вес.%									
VT1-0	Ti	Al	Si	Fe	C	O	N	H	сумма остальных примесей
	осн.	0,010	0,002	0,120	0,004	0,143	0,003	0,0008	0,077
Grade4	осн.	-	-	0,2	0,05	0,34	0,008	0,015	0,1

Для исследования влияния исходного размера зерна на развитие механического двойникования и эволюцию микроструктуры, из объемной заготовки VT1-0 с УМЗ структурой были вырезаны образцы. УМЗ структура получена в ходе всесторонней деформации в изотермических условиях в интервале температур 700-450°C. Образцы VT1-0 с УМЗ структурой были подвергнуты отжигу в течение часа при различных температурах для получения рекристаллизованной структуры с различным размером зерен. В ходе отжигов при температурах 480, 600, 700, 800°C в течении одного часа было получено четыре состояния со средним размером зерна 1; 7; 15 и 30 мкм, соответственно.

Для исследования эволюции микроструктуры титана образцы были прокатаны на стане листовой прокатки. Листовая прокатка проводилась на шестивалковом стане. Диаметр рабочих валков – 70 мм, ширина бочки 300 мм, скорость вращения рабочих валков 2 м/мин. Степень обжатия образцов при листовой прокатке составляла 0,2 мм. Исходная толщина

заготовок для листовой прокатки составляла 4 мм, максимальная степень деформации достигалась после суммарного обжатия на 93% ( $\epsilon=2,6$ ), при этом конечная толщина образца составляла 0,3 мм. Листовую прокатку титана BT1-0 в области криогенных температур (-196°C) проводили методом пакетной прокатки, что предотвращало нагрев образца. Пакет изготавливался из титана BT1-0 и герметично закрывался с использованием аргонной сварки. В ходе прокатки температура образца внутри пакета не повышалась выше значения -180°C. После каждого прохода образец вместе с пакетом погружался в жидкий азот, и охлаждался до температуры -196°C. Листовую прокатку титана BT1-0 при температуре 350°C проводили с использованием изотермической клетки шестивалкового стана. Образцы титана BT1-0 предварительно нагревали в печи в течении 15 минут, затем осуществляли прокатку на прогретых до 350°C валках. После каждого прохода образец повторно помещали в печь, нагретую до  $T=350^\circ\text{C}$ , и выдерживали его не более 5 минут.

Микроструктурные исследования проводили на оптическом микроскопе «OlympusGX71» с использованием программного обеспечения для анализа изображения ImageScoupeM. Исследование микроструктуры методом EBSD проводили на растровом электронном микроскопе Quanta 600FEG с полевой эмиссией. По данным EBSD был проведен анализ изменения плотности высокоугловых и малоугловых границ в ходе пластической деформации. Величина плотности границ определялась из соотношения протяженности границ к площади сканированного участка. Исследования тонкой структуры проводили на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ. Величину среднего размера зерен/субзерен определяли согласно ГОСТ 21073.3-75 по методу подсчета пересечений границ зерен.

Механические испытания на растяжение проводили согласно ГОСТ 11701-84 на универсальной испытательной машине Instron 5882 при комнатной температуре со скоростью перемещения траверсы 1 мм/мин. Для определения механических характеристик листов толщиной менее 0,5 мм были изготовлены пропорциональные образцы с соблюдением всех размерных соотношений по ГОСТ 11701-84.

Испытания на микротвердость проводились по методу Виккерса с использованием микротвердомера Wolpert 402MVD, в соответствии с ГОСТ 9450-76.

Коэффициент деформационного упрочнения  $\theta_{HV}$ , нормированный на величину модуля сдвига  $G$ , рассчитывался из соотношения  $\theta_{HV}=dHV/d\epsilon/G$ , где  $HV$  – величина микротвердости, а  $\epsilon$  - истинная степень деформации.

Для получения листовых заготовок из титана BT1-0 комбинированным методом деформационной обработки использовали всестороннюю изотермическую деформацию и последующую листовую прокатку на  $\epsilon=2,6$ . Всесторонняя изотермическая деформация проводилась в интервале температур 700-450°C и представляет собой многократное повторение свободнойковки со сменой оси деформации при поэтапном снижении температуры. В ходе всесторонней изотермической деформации был получен образец с УМЗ структурой, который прокатывался на стане листовой прокатки до степени  $\epsilon=2,6$ .

Для формирования УМЗ структуры в прутковых полуфабрикатах использовался метод комбинированной прокатки. Метод комбинированной прокатки представляет собой сочетание методов радиально-сдвиговой и сортовой прокатки. Использование радиально-сдвиговой и сортовой прокатки позволяет избежать значительного градиента накопленной степени деформации в сечении прутка, что в свою очередь будет способствовать формированию однородной структуры, высокого уровня механических свойств и их анизотропии. Режим радиально-сдвиговой прокатки включал один проход с обжатием от 20 мм до 16,5 мм в диаметре прутка. Предварительно заготовка была нагрета до температуры 450°C, при которой осуществлялась радиально-сдвиговая прокатка. В ходе сортовой прокатки каждый этап прокатки приводил к изменению формы прутка в поперечном сечении и включал один проход в овальный калибр и один в круглый калибр. Последовательно диаметр заготовки уменьшался до 12 мм, 10 мм и 8 мм после второго, третьего и четвертого этапа, соответственно.

Математическое моделирование процессов радиально-сдвиговой и сортовой прокатки было проведено с использованием программного продукта LS-Dyna.

В третьей главе представлены результаты исследования эволюции структуры титана в зависимости от исходного размера зерна, при этом особое внимание было уделено развитию механического двойникования, поскольку протекание данного процесса в титане ВТ1-0 при пластической деформации вносит значительные изменения в микроструктуру. Анализ результатов исследования показал различный характер протекания механического двойникования для титана ВТ1-0 с исходным средним размером зерна 1, 7, 15 и 30 мкм.

На рисунке 1 приведена зависимость доли двойникованных зерен от исходного размера зерна после прокатки на 10%, построенная на основе данных оптической микроскопии и EBSD анализа.

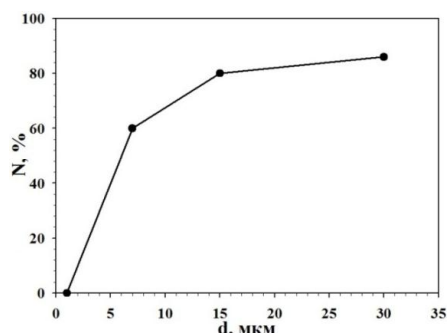


Рис. 1. Влияние среднего размера зерна на долю двойникованных зерен в структуре титана ВТ1-0 при прокатке на степень 10 %, где N-доля двойникованных зерен, %.

Видно, что размер зерен оказывает существенное влияние на долю двойникованных зерен. В титане со средним размером зерен 1 мкм двойникование не наблюдалось. В титане с  $d=7$  мкм оно развивается неоднородно: доля двойникованных зерен в данном состоянии составила 60%. Увеличение исходного среднего размера зерна до 15 мкм способствует более активному развитию двойникования, доля двойниковых зерен после прокатки на 10% повышается до 80%. При дальнейшем увеличении размера зерна до 30 мкм доля двойникованных зерен возрастает до 86%. Однако из данных оптической микроскопии (рис.2 б, в) видно, что по сравнению с размером зерен 15 мкм двойникование в этом состоянии протекает неоднородно.



Рис. 2. Микроструктура титана ВТ1-0 после прокатки на 10%: а)  $d=7$  мкм; б)  $d=15$  мкм; в) 30 мкм.

Для количественной оценки полноты и однородности протекания двойникования по объему материала при помощи EBSD метода было проанализировано изменение доли двойниковых границ и плотности ВУГ в титане с исходным средним размером зерна 7, 15 и 30 мкм (Таблица 2).

Таблица 2. Доля двойниковых границ и плотность высокоугловых границ в титане ВТ1-0 с исходным средним размером зерна 7,15 и 30 мкм при прокатке.

Степень деформации при прокатке, %	Доля двойниковых границ			Плотность ВУГ, $\text{мкм}^{-1}$		
	$d=7$ мкм	$d=15$ мкм	$d=30$ мкм	$d=7$ мкм	$d=15$ мкм	$d=30$ мкм
10%	0,38	0,568	0,44	0,45	0,34	0,27
40%	0,14	0,27	0,22	0,49	1,46	0,42



Из таблицы 2 видно, что наименьшая доля двойниковых границ в состояниях с размером зерен 7 и 30 мкм, а наибольшая соответствует состоянию со средним размером зерна 15 мкм. Увеличение степени деформации ведет к уменьшению доли двойниковых границ, что связано, во-первых, с вырождением двойникового при повышении степени деформации, а во-вторых, с их трансформацией в произвольные высокоугловые границы. Для оценки вклада механического двойникового в изменение общей доли ВУГ в ходе прокатки, была проанализирована плотность ВУГ при различных степенях деформации (таблица 2). При анализе результатов двойниковые границы были причислены к числу ВУГ. Поскольку в области малых степеней деформации прирост ВУГ в структуре обусловлен только двойниковыми границами, то общее изменение плотности ВУГ в структуре титана VT1-0 с ростом деформации будет наглядно отражать вклад механического двойникового. Было обнаружено, что при степенях прокатки более 10% наибольшая плотность ВУГ наблюдается в титане со средним размером зерна 15 мкм. Так, после прокатки на 40% плотность ВУГ в титане с  $d=15$  мкм возросла в 4 раза, что свидетельствует о интенсивном и достаточно однородном по объему образца развитии механического двойникового.

На основании проведенных исследований изменения доли двойникованных зерен, двойниковых границ и плотности ВУГ в ходе прокатки титана VT1-0 с исходным размером зерна 1, 7, 15 и 30 мкм было показано, что наиболее однородно и интенсивно процесс механического двойникового протекает в титане со средним размером зерна 15 мкм, приводя к значительному приросту ВУГ. В связи с этим для подробного исследования развития двойникового и эволюции микроструктуры в целом было выбрано состояние с исходным средним размером зерна  $d=15$  мкм.

В ходе пластической деформации титана наблюдаются сложные структурные изменения, связанные с развитием двойникового, измельчением вследствие этого его структуры, трансформацией двойниковых границ в произвольные и формированием новых границ дислокационного происхождения. Очевидно, что такие структурные преобразования должны сопровождаться существенными изменениями механических свойств. Подобный анализ может быть проведен с использованием коэффициента деформационного упрочнения  $\theta_{HV} = dHV/d\varepsilon/G$  (рис. 3). Были построены кривые зависимости коэффициента деформационного упрочнения -  $\theta_{HV}$  от величины изменения микротвердости при прокатке.

Изменение коэффициента  $\theta_{HV}$  в титане с исходным средним размером зерна 15 мкм было определено после прокатки на 1, 2, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 80, 93%. Установлено, что с ростом степени деформации величина коэффициента  $\theta_{HV}$  изменяется немонотонно. До степени 5% наблюдается уменьшение коэффициента  $\theta_{HV}$  (левее точки 1), что связано с большим количеством дислокационных источников и легким скольжением решеточных дислокаций, как отмечается в работах А. Salema. Далее в интервале степеней деформации от 5% до 10% наблюдается его резкое повышение (т. 1-2). Упрочнение связано с увеличением доли двойникованных зерен и двойниковых границ и, соответственно, измельчением микроструктуры (рис. 5а, 5б).

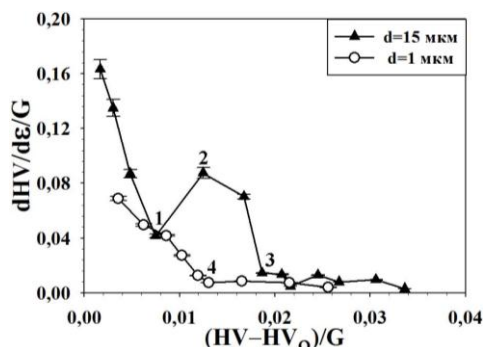


Рис. 3. Изменение нормализованного коэффициента деформационного упрочнения при прокатке титана VT1-0 с исходным размером зерна 1 и 15 мкм.

Увеличение количества двойниковых границ, которые выступают в качестве препятствия скользящих дислокаций, ведет к росту плотности дислокаций, который наиболее

значителен в матрице, чем в двойниках (рис. 4). Постепенное затухание двойникования при степенях деформации более 15% ведет к снижению коэффициента  $\theta_{HV}$  (т. 2-3) (рис. 3, 5). При этом плотность дислокаций в матрице и двойниках продолжает увеличиваться (рис. 4), что вероятно связано с тем, что двойники продолжают препятствовать скольжению дислокаций.

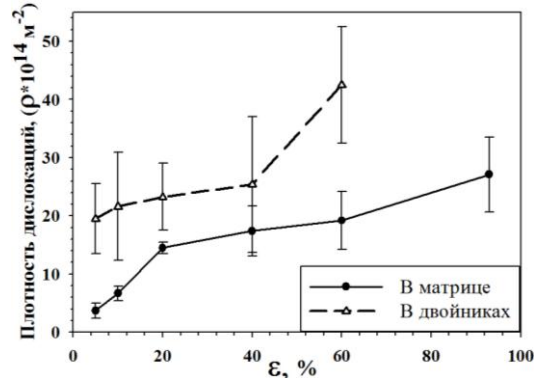


Рис. 4. Изменение плотности дислокаций в матрице и двойниках в ходе прокатки титана с исходным зерном 15 мкм.

При деформации свыше 30% (правее точки 3 на рис.3) образование новых двойников в структуре не наблюдается (рис. 5а), а коэффициент деформационного упрочнения  $\theta_{HV}$  слабо изменяется. Такое поведение коэффициента деформационного упрочнения при больших степенях прокатки требует дополнительного анализа эволюции структуры.

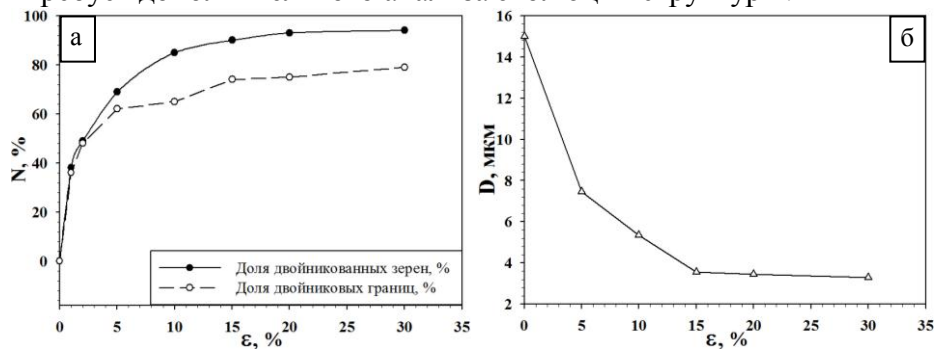


Рис. 5. а) Зависимость доли двойникованных зерен и двойниковых границ от степени деформации в титане VT1-0,  $d=15$  мкм (оптическая микроскопия), где  $N$ -доля двойникованных зерен/границ, %; б) Изменение среднего расстояния между границами ( $D$ ) с ростом степени деформации (вклад двойникования).

В связи с этим было проведено исследование изменения плотности высокоугловых границ (использован метод EBSD) в ходе пластической деформации титана (рис. 6). Оценка была выполнена после прокатки на 5, 10, 20, 15, 30, 40, 60, 93%, что позволило установить немонотонный характер зависимости плотности высокоугловых границ от степени деформации в титане с размером зерна 15 мкм.

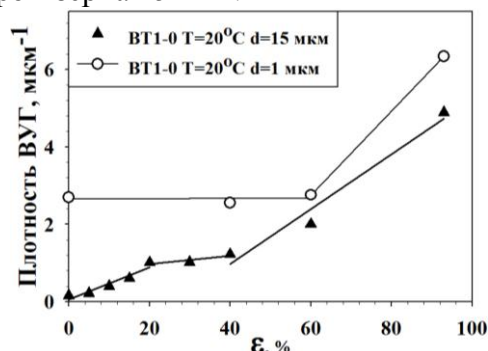


Рис. 6. Изменение плотности высокоугловых границ в ходе прокатки титана VT1-0 с исходным размером зерна 1 и 15 мкм при комнатной температуре.

Видно, что при деформации менее 20% наблюдается увеличение плотности высокоугловых границ, в число которых входят и двойниковые границы. Далее с ростом

деформации в интервале степеней 20-40% плотность высокоугловых границ в структуре повышается слабо вследствие подавления двойникования. При деформации свыше 40% наблюдается снова устойчивое повышение плотности ВУГ в структуре деформированного титана VT1-0. Образование механических двойников в структуре титана при данных степенях деформации не наблюдалось, прирост высокоугловых границ в данном случае связан с ростом разориентировок и формированием границ деформационного происхождения. На этом этапе эволюции микроструктуры происходит фрагментация микроструктуры. Очередной этап измельчения микроструктуры ведет к росту плотности дислокаций, соответственно, напряжений, но при этом возможности динамического возврата возрастают, и поэтому коэффициент деформационного упрочнения практически не изменяется.

Характер изменения плотности высокоугловых границ и вид кривой, представленной на рисунке 6, позволяет выделить три характерные стадии развития микроструктуры при прокатке титана с размером зерна 15 мкм. На первой стадии при степенях деформации  $\leq 20\%$  определяющим процессом является механическое двойникование, за счет которого наблюдается прирост специальных границ с высокоугловой разориентировкой и измельчение микроструктуры. Вторая стадия существует в интервале степеней деформации  $20\% \leq \varepsilon \leq 40\%$  и характеризуется незначительным приростом плотности высокоугловых границ и трансформацией двойниковых границ в произвольные высокоугловые границы. Развитие микроструктуры на данной стадии выражается в основном в формировании субграниц. Третья стадия характеризуется образованием высокоугловых границ деформационного происхождения и соответствует степеням деформации свыше 40%. На данной стадии происходит рост плотности высокоугловых границ, связанный, с формированием высокоугловых границ деформационного происхождения.

Как видно из рисунка 6, начало третьей стадии развития микроструктуры титана с исходным размером зерна 15 мкм соответствует прокатке на 40%, к этой степени деформации формируется микроструктура со средним размером зерна/фрагментов  $\approx 1$  мкм. Таким образом, можно предположить, что предварительное измельчение микроструктуры, которое используют в комбинированных технологиях, должно изменять стадийность эволюции микроструктуры. В связи с этим было проведено сравнительное исследование механического поведения (рис. 3) и эволюции микроструктуры титана с исходным средним размером зерна 1 и 15 мкм (рис. 6).

При прокатке титана с исходным средним размером зерна  $d=1$  мкм, в котором подавлено механическое двойникование, первая стадия отсутствует, а развитие структуры начинается сразу со второй стадии, к тому же, как видно из рисунка 6, данная стадия более продолжительная, по сравнению с титаном с более крупным зерном. Увеличение протяженности второй стадии для титана со средним размером зерна 1 мкм обусловлено необходимостью накопления плотности дефектов, требуемой для образования границ деформационного происхождения, чему препятствует более активное протекание динамического возврата в этом состоянии титана. Отсутствие образования новых высокоугловых границ на данной стадии и процессы динамического возврата приводят к снижению коэффициента  $\theta_{HV}$  (рис. 3). С дальнейшим ростом степени деформации (третья стадия) динамика прироста плотности ВУГ для обоих состояний подобна. В ходе прокатки титана VT1-0 с исходным размером зерна 1 и 15 мкм до значения истинной степени деформации 2,6 была сформирована структура со средним размером зерен/субзерен 0,1 и 0,15 мкм, плотностью ВУГ 6,3 и 4,9 мкм<sup>-1</sup> соответственно.

Таким образом, из результатов проведенных исследований следует, что исходный размер зерна в титане VT1-0 оказывает влияние на формирующуюся микроструктуру в целом и на развитие механического двойникования в частности. Установлено, что в случае титана с исходным средним размером зерна 15 мкм механическое двойникование протекает наиболее активно и равномерно, это приводит к значительному повышению плотности высокоугловых границ на начальных этапах пластической деформации. Выявлена стадийность развития микроструктуры титана VT1-0 с ростом степени деформации. Показано, что для титана VT1-0

рациональный выбор исходного размера зерна с учетом активного протекания процесса механического двойникования в ходе его пластической деформации позволяет исключить предварительное измельчение микроструктуры с целью получения ультрамелкозернистой структуры.

В четвертой главе представлены результаты исследования влияния температуры пластической деформации на эволюцию микроструктуры титана VT1-0. Использование такого важного условия деформационной обработки как температура позволяет управлять формированием микроструктуры и получать требуемое сочетание механических свойств. Известно, что снижение температуры деформации до области криогенной температуры стимулирует развитие двойникования в титане и способствует уменьшению размера формирующихся зерен/субзерен. Повышение температуры пластической деформации до температуры 350°C, изменяет вклад действующих механизмов деформации, как это отмечено в работах Конрада и Цвиккера, а также исключает развитие процесса рекристаллизации для случая исходно деформированного (измельченного) титана VT1-0. В связи с этим было проведено сравнительное исследование эволюции микроструктуры титана VT1-0 (исходный размер зерен 15 мкм) в ходе прокатки при температурах -196°C, 20°C и 350°C.

На рисунке 7 представлена зависимость доли двойникованных зерен в титане VT1-0 от степени деформации при различных температурах прокатки (-196°C, 20°C и 350°C). Видно, что снижение температуры прокатки до криогенной ведет к интенсификации механического двойникования, доля двойникованных зерен после 30% деформации составила 100%, тогда как при комнатной температуре было получено 94%. Повышение температуры прокатки до 350°C подавляет двойникование и по достижении 30% деформации доля двойникованных зерен составляет 69%.

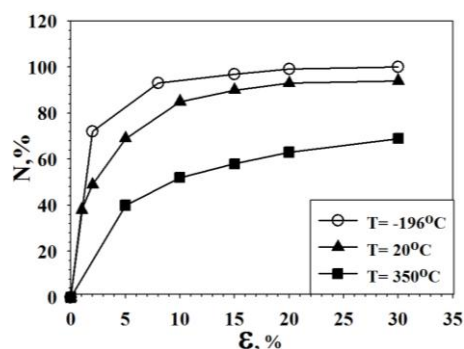


Рис. 7. Влияние температуры деформации на долю двойникованных зерен в титане VT1-0 с исходным размером зерен 15 мкм.

Установлено, что при криогенной температуре прирост доли двойниковых границ наибольший, также существенно больше протяженность этапа развития механического двойникования по сравнению с деформацией при комнатной и повышенной температуре (рис. 8). Повышение температуры выше комнатной подавляет двойникование, поэтому доля двойниковых границ в этом случае наименьшая.

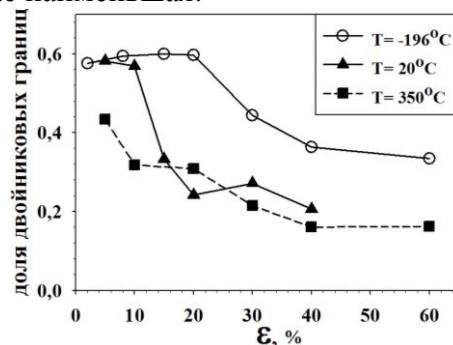


Рис. 8. Влияние температуры деформации на долю двойникованных границ в титане VT1-0 (EBSD анализ).

Изменение полноты и однородности протекания двойникования в зависимости от температурных условий деформации в титане VT1-0 отражается на эволюции его

микроструктуры и механическом поведении. Дополнительно было проведено исследование изменения коэффициента деформационного упрочнения  $\theta_{HV}$  в ходе прокатки при температурах  $-196^{\circ}\text{C}$  и  $350^{\circ}\text{C}$  (рис.9)

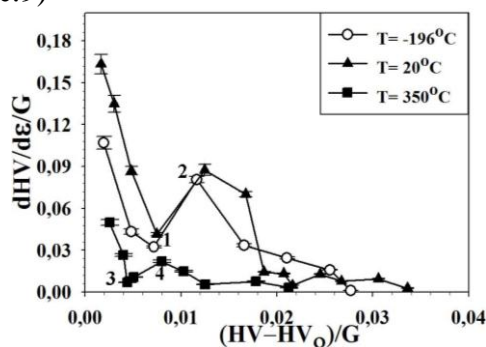


Рис. 9. Изменение нормализованного коэффициента деформационного упрочнения в ходе прокатки титана VT1-0 при температуре  $-196^{\circ}\text{C}$ ,  $20^{\circ}\text{C}$  и  $350^{\circ}\text{C}$ .

Для криогенной температуры ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) изменение коэффициента  $\theta_{HV}$  было исследовано после прокатки на 2, 8, 15, 20, 30, 40, 60 и 93%. Исходно более низкая величина коэффициента  $\theta_{HV}$  для криогенной прокатки, по сравнению с комнатной, связана с менее активным развитием процесса дислокационного скольжения при пониженных температурах. Как известно из работ Цвиккера, при криогенных температурах преимущественным механизмом пластической деформации титана является механическое двойникование, так как снижение температуры приводит к увеличению в разы величины критического сдвигового напряжения при призматическом скольжении. Действительно, как видно из рисунков 4 и 10 на начальном этапе деформации плотность дислокаций в матрице при комнатной прокатке существенно выше по сравнению с данной величиной при криогенной прокатке. Повышение коэффициента  $\theta_{HV}$  в ходе прокатки при  $T = -196^{\circ}\text{C}$  наблюдается при деформации свыше 8% (правее точки 1 на рис. 9) и обеспечено увеличением количества зерен, вовлеченных в двойникование, и двойниковых границ (рис 7), что приводит также и к росту плотности дислокаций (рис. 10). При деформации свыше 15% (правее т 2 на рис. 9) наблюдается постепенное снижение коэффициента  $\theta_{HV}$ , которое связано с затуханием двойникования. На фоне постепенного снижения коэффициента  $\theta_{HV}$  в интервале степеней деформации 30-40% наблюдается интенсивный рост плотности дислокаций (рис. 10). По-видимому, при данных степенях деформации в титане уровень напряжений достигает величин, при которых активизируется скольжение, что и обеспечивает повышение плотности дислокаций. При этом резкий прирост плотности подвижных дислокаций не ведет к упрочнению, в связи с чем повышение коэффициента  $\theta_{HV}$  не происходит. Дальнейшее повышение степени деформации приводит к активизации процессов динамического возврата, что отражается на установившейся величине плотности дислокаций в структуре (рис. 10).

Для теплой прокатки ( $T=350^{\circ}\text{C}$ ) величина коэффициента  $\theta_{HV}$  на начальном этапе пластической деформации наименьшая для исследованных температур, это связано, во-первых с подавлением развития двойникования и во-вторых с более активным протеканием процессов возврата при повышенной температуре деформации. Рост коэффициента  $\theta_{HV}$  при данных температурных условиях прокатки наблюдается при деформации свыше 10% (правее т. 3 на рис. 9) и он связан с некоторым увеличением доли двойникованных зерен и двойниковых границ (рис 7, 8). Далее с повышением степени деформации свыше 20% (правее т 4) коэффициент  $\theta_{HV}$  снижается и изменяется незначительно, что, по-видимому, обусловлено процессами динамического возврата.



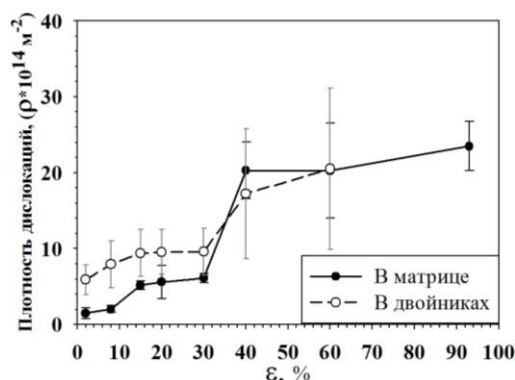


Рис. 10. Изменение плотности дислокаций в матрице и двойниках в ходе прокатки титана с исходным зерном 15 мкм при криогенной температуре.

Исследование структурных изменений в зависимости от температуры пластической деформации с оценкой плотности высокоугловых границ показало, что, как и при комнатной температуре, сохраняется стадийность развития микроструктуры (рис. 11 а). Между тем имеются некоторые отличия в эволюции микроструктуры для криогенной и повышенной температур, и они связаны с особенностями двойникования. В ходе прокатки при  $T=350^{\circ}\text{C}$  ожидаемо наблюдается более низкий уровень плотности высокоугловых границ, чем при комнатной температуре, а при криогенной прокатке прирост высокоугловых границ на первой и второй стадиях происходит интенсивнее по сравнению с изменением плотности ВУГ при комнатной температуре (рис. 7 и 8). Также, в ходе прокатки при повышенных температурах вторая стадия эволюции структуры выявляется менее отчетливо, чем при других температурах. В случае криогенной температуры прокатки стадийность эволюции структуры подтверждается зависимостями плотности дислокаций в матрице и в двойниках от степени деформации (рис. 10). И на той, и на другой выделяются три характерных участка, как и на кривой изменения плотности высокоугловых границ (рис. 10). Отметим, что плотности дислокаций в двойниках и матрице становятся весьма близкими. Это свидетельствует, о том, что к третьей стадии деформации измельчение микроструктуры двойниками завершается и вступает в действие механизм фрагментации, который возможно протекает существенно более интенсивно, чем при комнатной температуре, так как уже к 60% деформации в структуре были обнаружены зерна размером 100-200 нм (рис.11 б).

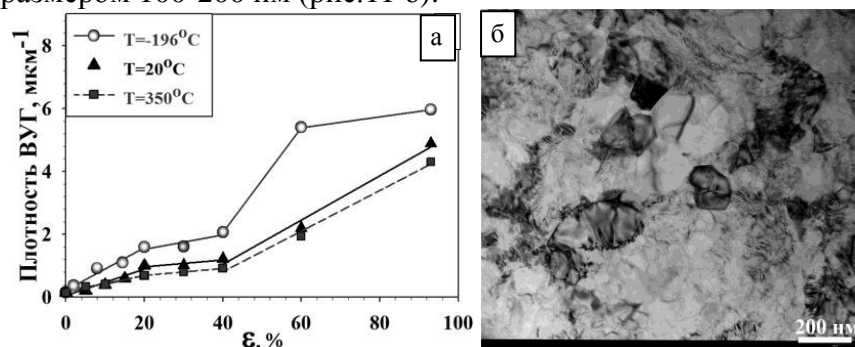


Рис. 11. а) Изменение плотности высокоугловых границ в ходе прокатки титана с исходным размером зерна 15 мкм при -196, 20 и 350°C; б) Микроструктура титана ВТ1-0 прокатка на 60% при  $T= -196^{\circ}\text{C}$ .

Таким образом, в ходе прокатки титана ВТ1-0 с исходным размером зерна 15 мкм при температурах -196, 20 и 350°C до значения истинной степени деформации 2,6 формируется микроструктура со средним размером зерен/субзерен 0,05 мкм, 0,15 мкм и 0,4 мкм и плотностью высокоугловых границ 6; 4,9 и 4,3 мкм<sup>-1</sup>, соответственно. На основании проведенных исследований установлено, что понижение температуры деформации стимулирует развитие двойникования в титане ВТ1-0, это приводит к увеличению доли двойниковых границ и способствует формированию ультрамелкозернистой структуры с большой плотностью высокоугловых границ. Повышение температуры деформации до 350°C приводит к подавлению механического двойникования, снижению доли двойникованных

зерен и двойниковых границ. Установлено, что стадийность эволюции структуры сохраняется, как при криогенной, так и повышенной температуре.

**В пятой главе** приведены результаты исследования эволюции микроструктуры титана Grade4. На примере титана Grade4 с исходным средним размером зерна 10 мкм, который характеризуется большей концентрацией таких элементов как Fe, O, N, C и H по сравнению с титаном BT1-0, показано влияние химического состава на эволюцию микроструктуры в ходе прокатки в области комнатных температур.

Как видно из рисунка 12а, при сопоставимом размере зерна в BT1-0 и Grade4 двойникование в последнем развивается менее активно. Так, доля двойникованных зерен после прокатки на 30% в титане Grade4 существенно ниже и составляет 40%. Соответственно меньше в нем доля двойниковых границ (рис.12 в). Можно предположить, что примеси, особенно, кислород и азот, существенно влияют на механизмы пластической деформации титана. По литературным данным повышение концентрации кислорода и азота в титане ведет к росту критических сдвиговых напряжений двойникования, а также к активизации новых систем скольжения. Влияние изменения химического состава титана на его механическое поведение при пластической деформации было оценено при помощи коэффициента деформационного упрочнения  $\theta_{HV}$  (рис. 13). Оценка величины коэффициента  $\theta_{HV}$  в титане Grade4 была проведена после прокатки на 2, 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 80 и 93%.

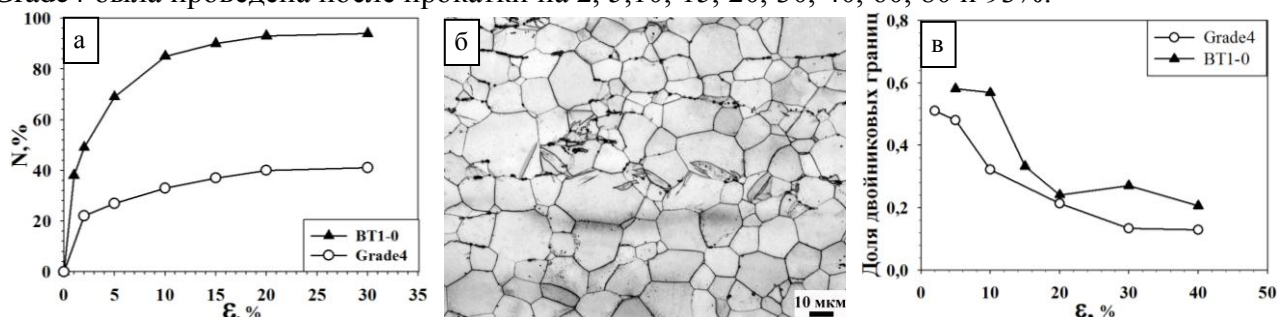


Рис. 12. а) Зависимость доли двойникованных зерен от степени деформации для титана BT1-0 и титана Grade4, где N-доля двойникованных зерен, %; б) Микроструктура титана Grade4 после прокатки на 10% при комнатной температуре; в) Изменение доли двойниковых границ в титане BT1-0 и Grade4 при прокатке (EBSD анализ).

Видно, что для титана Grade4 характерна более высокая величина коэффициента  $\theta_{HV}$ , что связано с повышенным содержанием упрочняющих титан примесей. Между тем зависимость коэффициента  $\theta_{HV}$  подобна наблюдаемой в титане BT1-0. Различие связано с тем, что уже после 10% деформации Grade4 величина коэффициента  $\theta_{HV}$  снижается (т. 2 рис. 13), поскольку нет существенного прироста новых двойниковых границ в структуре (рис. 12 а, в). При дальнейшем повышении степени деформации Grade4 более 30% (правее т 3 на рис. 13) величина коэффициента  $\theta_{HV}$  остается примерно на одном уровне.

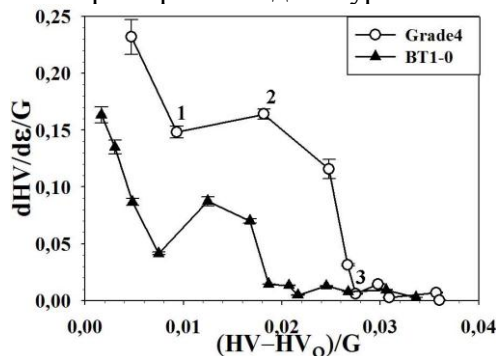


Рис. 13. Изменение нормализованного коэффициента деформационного упрочнения в ходе прокатки титана BT1-0 и Grade4 при температуре 20°C.

Подавление развития двойникования и изменение в характере скольжения при пластической деформации титана Grade4 оказывает влияние на эволюцию микроструктуры. Из рисунка 14 видно, что зависимости плотности высокоугловых границ от степени

деформации в титане VT1-0 и Grade4 значительно отличаются. Слабое развитие механического двойникования ведет к уменьшению прироста плотности высокоугловых границ на начальном этапе деформации. Дальнейшее деформирование приводит лишь к некоторому увеличению плотности высокоугловых границ. Вид кривой изменения плотности высокоугловых границ от степени деформации не позволяет четко выделить стадии развития микроструктуры. Вероятной причиной такой вялой кинетики эволюции микроструктуры в Grade4 являются большие возможности релаксации напряжений, вследствие активизации дополнительных систем скольжения. В связи с этим можно предположить, что для получения ультрамелкозернистой структуры в титане Grade4 величина накопленной степени деформации должна быть существенно выше по сравнению с титаном VT1-0.

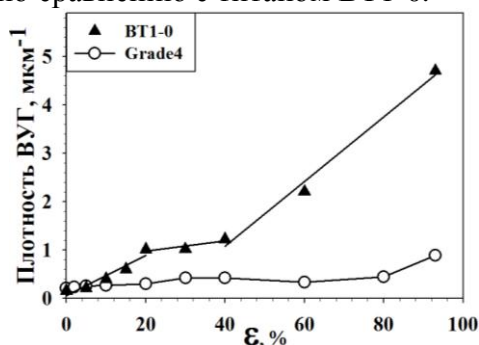


Рис. 14. Изменение плотности высокоугловых границ в ходе прокатки титана VT1-0 ( $d=15$  мкм) и Grade4 ( $d=10$  мкм) при комнатной температуре.

На основании проведенных исследований установлено, что в титане Grade4 механическое двойникование подавлено, а увеличение доли высокоугловых границ с ростом степени деформации ( $\epsilon=2,6$ ) по сравнению с титаном VT1-0 незначительное. В ходе прокатки титана VT1-0 и Grade4 до значения истинной степени  $\epsilon=2,6$  формируется микроструктура со средним размером зерен/субзерен 0,15 и 0,8 мкм и плотностью высокоугловых границ 4,9 и 0,9 мкм<sup>-1</sup>. Соответственно для получения измельченной структуры с большой плотностью высокоугловых границ для титана Grade4 требуется более высокая степень деформации по сравнению с титаном VT1-0.

**В шестой главе** представлены результаты разработки режимов деформации для получения ультрамелкозернистых листовых и прутковых полуфабрикатов с высокими механическими свойствами из титана VT1-0.

Приведенные выше результаты исследований по влиянию исходного размера зерна указывают на то, что для получения мелкозернистой структуры с высокой плотностью ВУГ наиболее целесообразно использовать титан VT1-0 с исходным средним размером зерна около 15 мкм. Повысить плотность ВУГ можно также изменяя температуру деформации. В таблице 3 и на рисунке 15 представлены результаты исследования микроструктуры и механических свойств листов титана VT1-0, прокатанных при разных температурах. Видно, что снижение температуры пластической деформации способствует уменьшению среднего размера зерен/субзерен и повышению прочностных свойств, при этом пластические свойства титана VT1-0 снижаются. Повышение температуры пластической деформации способствует росту пластичности, снижению прочности и увеличению среднего размера зерен/субзерен. Таким образом, показано, что в соответствии с возможностями обрабатываемого инструмента и требованиями к механическим характеристикам конечных полуфабрикатов возможно использование тех или иных температурных условий деформационной обработки.



Таблица 3. Механические свойства и параметры структуры титана ВТ1-0 в ходе листовой прокатки при -196, 20 и 350°C на суммарную степень деформации  $\epsilon=2,6$  (механические испытания проводились при  $T=20^\circ\text{C}$ )

Температура прокатки, ( $^\circ\text{C}$ )	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ , МПа	Предел прочности, $\sigma_B$ (МПа)	$\delta$ , Относительное удлинение, (%)	d, средний размер зерен/субзерен (по данным ПЭМ), (мкм)
-196	870	1 180	3,8	0,05
20	720	910	5,3	0,15
350	650	770	7,4	0,4

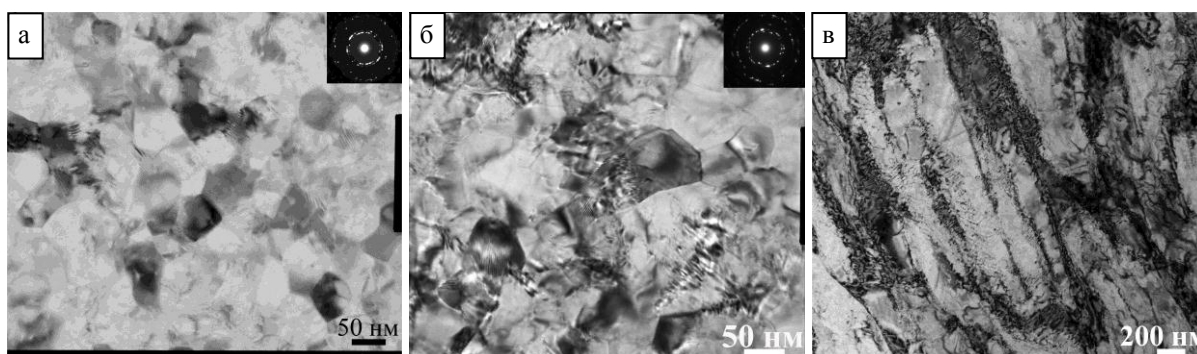


Рис. 15. Микроструктура титана ВТ1-0 после прокатки на степень деформации  $\epsilon=2,6$  при а)  $T = -196^\circ\text{C}$ ; б)  $T = 20^\circ\text{C}$ ; в)  $T = 350^\circ\text{C}$  (ПЭМ).

Помимо исходного размера зерна и температуры прокатки на формирующуюся микроструктуру оказывает влияние и такой фактор как маршрут прокатки. Смена направления в ходе листовой прокатки вовлекает в процесс пластической деформации большее число зерен, что отражается на однородности и размере формирующихся зерен/субзерен. На рисунке 16 проиллюстрировано влияние маршрута прокатки при комнатной температуре на эволюцию структуры на начальных этапах деформации. Прокатка по первому маршруту проводилась с сохранением заданного направления, прокатка по второму маршруту проводилась со сменой направления прокатки на угол  $90^\circ$ , по отношению к первоначальному направлению. Так доля двойникованных зерен после прокатки на 30% увеличивается с 94% до 97% при прокатке по второму маршруту, а среднее расстояние между границами уменьшается с 3,3 мкм до 2,7 мкм (рис. 16).

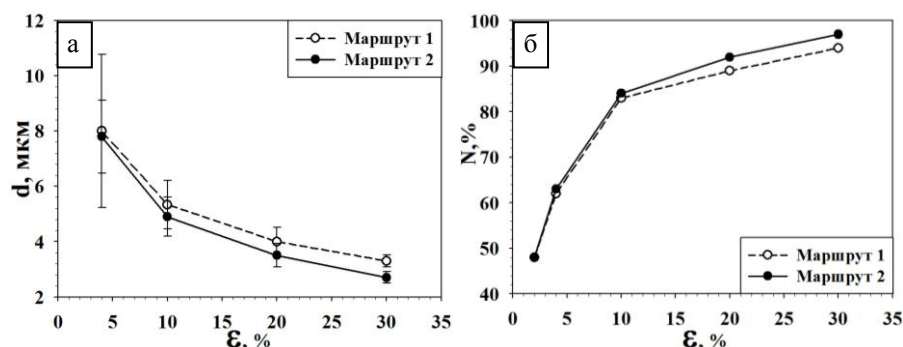


Рис. 16. Влияние маршрута прокатки на а) средний размер фрагментов; б) долю двойникованных зерен при листовой прокатке.

С учетом результатов исследований влияния исходного размера зерна, температуры, и маршрута прокатки были получены листы титана ВТ1-0 размерами  $250 \times 500 \times 0,3$  мм. Необходимо отметить, что лист деформировался вплоть до конечной степени деформации без образования трещин. По результатам данного исследования было оформлено «ноу-хау» на «Способ изготовления фольг с нанокристаллической структурой из технического чистого титана».

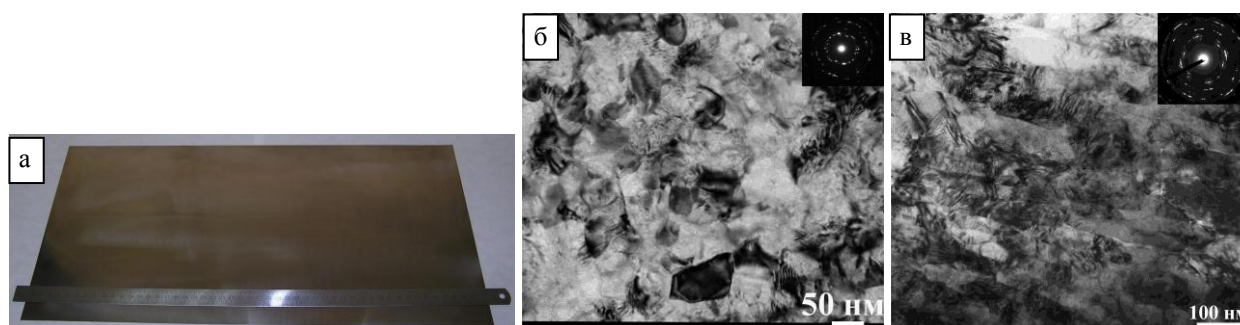


Рис. 17. а) Фотография листа титана VT1-0 (250x500x0,3 мм); б) микроструктура листа VT1-0, в плоскости прокатки (ПЭМ); в) микроструктура листа VT1-0 в продольной плоскости (ПЭМ)

В ходе прокатки листа по разработанному режиму сформировалась структура со средним размером зерен/субзерен 150 нм (рис 17 а), а плотность высокоугловых границ составила  $5,3 \text{ мкм}^{-1}$ . Условный предел прочности составил  $\sigma_b=952 \text{ МПа}$ , а величина относительного удлинения  $\delta=5,6\%$  (таблица 5). Как известно, измельчение структуры помимо значительного повышения прочностных свойств листа приводит к повышению диффузионных свойств и делает возможным использование таких листов в качестве соединительных прокладок для сцепления материалов при сварке взрывом или диффузионной сварке. Для данных целей в Волгоградский Государственный Технический Университет была поставлена партия листов VT1-0 размерами 250x500x0,3 мм в количестве 6 шт.

Для получения длинномерных прутковых полуфабрикатов был предложен комбинированный метод радиально-сдвиговой и сортовой прокатки. Режимы комбинированной радиально-сдвиговой и сортовой прокатки приведены в таблице 4.

Предварительно, перед проведением термомеханической обработки образца в стане радиально-сдвиговой прокатки, заготовки VT1-0 подвергались деформации на 5% в области комнатной температуры, что привело к увеличению количества двойниковых границ в структуре. Далее заготовка титана VT1-0 обрабатывалась по режимам указанным в таблице 4. Сочетание радиально-сдвиговой и сортовой прокатки, в силу особенностей напряженно-деформированного состояния данных методов, позволяет формировать достаточно однородную по сечению структуру. Показано, что в ходе радиально-сдвиговой прокатки пластическая деформация локализуется на поверхности прутка, а при сортовой прокатке максимальная деформация приходится на центральную область прутка.

Таблица 4. Режимы комбинированной радиально-сдвиговой и сортовой прокатки, обеспечивающие формирование ультрамелкозернистой структуры с высокими механическими свойствами

Номер этапа прокатки	Метод прокатки	Температура нагрева, °С	Уменьшение площади	$\sigma_b$ , МПа	$\delta$ ,%
1	Радиально-сдвиговая	450	1,46	623	28
2	Сортовая	350	1,89	-	-
3	Сортовая	350	1,44	888	16
4-1	Сортовая	350	1,56	890	9
4-2	Сортовая	20	1,56	1084	12

Было предложено два режима комбинированной прокатки которые отличались между собой тем, что 1 режим предполагал на четвёртом этапе сортовую прокатку при  $T=350^\circ\text{C}$ , в ходе прокатки по данному режиму в прутке была сформирована достаточно однородная структура со средним размером зерен/субзерен  $0,29 \text{ мкм}$  (ПЭМ) и плотностью высокоугловых границ  $6,2 \text{ мкм}^{-1}$ . Условный предел прочности составил  $\sigma_b=890 \text{ МПа}$ , а величина относительного удлинения  $\delta=9\%$  (таблица 5). 2 режим предполагал на четвёртом этапе сортовую прокатку при  $T=20^\circ\text{C}$ , в ходе прокатки по данному режиму в прутке была сформирована достаточно однородная структура со средним размером зерен/субзерен  $0,18$

мкм и плотностью высокоугловых границ  $7,6 \text{ мкм}^{-1}$  (рисунок 18). Условный предел прочности составил  $\sigma_b=1084 \text{ МПа}$ , а величина относительного удлинения  $\delta=12\%$  (таблица 5).

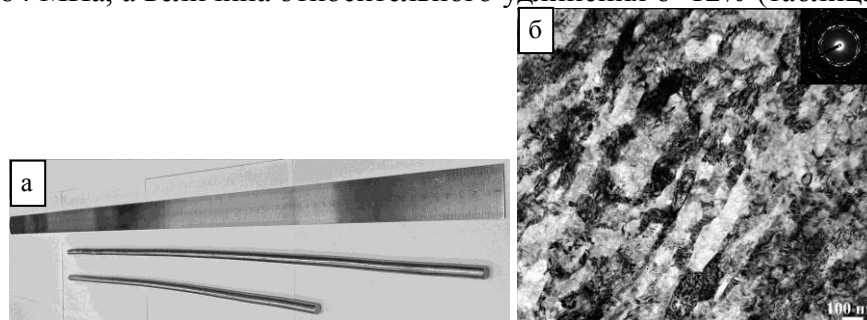


Рис. 18. Фотография прутка титана VT1-0 (750xØ8 мм); б) микроструктура прутка VT1-0 в продольном сечении, режим 2, (ПЭМ).

Результаты исследований по влиянию исходного размера зерна на эволюцию структуры, представленные в 3 главе, указывают на то, что его уменьшение влияет на прирост высокоугловых границ и изменяет стадийность развития микроструктуры. В настоящее время для получения длинномерных ультрамелкозернистых полуфабрикатов используют предварительно измельченную в ходе ИПД (РКУ, ВИК и др.) структуру. Последующая прокатка используется для получения требуемой формы и приводит к увеличению плотности высокоугловых границ и повышению механических свойств титана VT1-0. В ходе термомеханической обработки титана VT1-0 по режиму, приведенному в патенте РФ 2010133011 «Способ обработки крупногабаритных заготовок из титановых сплавов», была получена УМЗ структура со средним размером зерен/субзерен  $0,35 \text{ мкм}$  и плотностью высокоугловых границ  $6,7 \text{ мкм}^{-1}$ . Последующая листовая прокатка УМЗ титана на суммарную степень  $\varepsilon=2,6$  привела к повышению плотности высокоугловых границ до  $9,8 \text{ мкм}^{-1}$  и уменьшению среднего размера зерен/субзерен до  $0,08 \text{ мкм}$ . Предел прочности составил  $\sigma_b=1010 \text{ МПа}$ , а величина относительного удлинения  $\delta=9,3 \%$  (Таблица 5). Но при этом было отмечено, что технологическая пластичность титана в этом состоянии снижалась, так как по краю листа наблюдалось развитие трещин.

Таблица 5. Механические свойства полуфабрикатов полученных различными методами деформационной обработки.

Метод деформационной обработки титана VT1-0	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\delta$ , %
В состоянии поставки	-	428	49,3
Листовая прокатка ( $\varepsilon=2,6$ )	790	952	5,6
Комбинированная радиально-сдвиговая и сортовая прокатка. Режим 1 ( $\varepsilon=5,26$ )	530	890	9
Комбинированная радиально-сдвиговая и сортовая прокатка. Режим 2 ( $\varepsilon=5,26$ )	964	1084	12
Всесторонняя изотермическая деформация (ВИД) + прокатка	930	1010	9,3

Таким образом, на основании проведенных исследований влияния исходного размера зерна, температуры и схемы деформации на формирующуюся микроструктуру титана VT1-0 были предложены режимы получения листовых и прутковых полуфабрикатов из титана VT1-0 с ультрамелкозернистой структурой и высоким уровнем механических свойств. Высокие механические свойства представленных полуфабрикатов титана VT1-0 и обоснованные режимы деформационной обработки могут быть использованы при создании промышленных технологий производства листовых и прутковых полуфабрикатов.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Представленные результаты указывают на то, что исходный размер зерна оказывает существенное влияние на развитие процесса механического двойникования и эволюцию структуры титана VT1-0. Уменьшение исходного размера приводит к подавлению двойникования в титане VT1-0, что приводит к малому приросту плотности высокоугловых границ на начальном этапе деформации. Увеличение исходного размера зерна приводит к неоднородному развитию двойникования по объему материала и неоднородности формирующейся при больших деформациях структуры. Наиболее оптимальным для развития двойникования и формирования структуры с большой плотностью высокоугловых границ является титан VT1-0 с исходным средним размером зерна около 15 мкм.

2. Выявлена стадийность развития микроструктуры титана VT1-0 с ростом степени деформации. На первой стадии при степенях деформации  $\leq 20\%$  определяющим процессом является механическое двойникование, за счет которого наблюдается прирост специальных границ с высокоугловой разориентировкой и измельчение микроструктуры. На второй стадии, в интервале степеней деформации  $20\% \leq \epsilon \leq 40\%$ , плотность высокоугловых границ изменяется не значительно, а развитие микроструктуры выражается в формировании субграниц и трансформации двойниковых границ в произвольные высокоугловые. Третья стадия соответствует степеням деформации свыше 40% и характеризуется образованием высокоугловых границ деформационного происхождения. На данной стадии происходит рост плотности высокоугловых границ, связанный, с формированием высокоугловых границ деформационного происхождения.

3. Сравнительное исследование структуры прокатанного титана VT1-0 с исходным размером зерна 1 и 15 мкм показало, что уменьшение размера зерна ведет к вырождению первой стадии эволюции структуры и увеличению протяженности второй стадии ввиду более активного протекания динамического возврата. Динамика эволюции структуры в обоих состояниях титана на третьей стадии подобна. В ходе прокатки ( $\epsilon=2,6$ ) при комнатной температуре была сформирована структура со средним размером зерен/субзерен 0,1 и 0,15 мкм и плотностью ВУГ 6,3 и 4,9  $\text{мкм}^{-1}$  соответственно.

4. Установлено, что снижение температуры прокатки до криогенной ( $T=-196^\circ\text{C}$ ) стимулирует развитие двойникования, что приводит к существенному приросту высокоугловых границ и измельчению микроструктуры на начальном этапе деформации. Повышение температуры деформации до  $350^\circ\text{C}$  приводит к подавлению механического двойникования, снижению доли двойникованных зерен и двойниковых границ. В ходе прокатки титана VT1-0 с исходным размером зерна 15 мкм при температурах  $-196$ , 20 и  $350^\circ\text{C}$  до значения истинной степени деформации 2,6 формируется микроструктура со средним размером зерен/субзерен 0,05 мкм, 0,15 мкм и 0,4 мкм и плотностью высокоугловых границ 6; 4,9 и 4,3  $\text{мкм}^{-1}$ , соответственно. Установлено, что стадийность процесса эволюции структуры сохраняется, как при криогенной, так и повышенной температуре.

5. Показано, что при прокатке титана VT1-0 ( $\epsilon=2,6$ ) в области комнатных температур формируется структура с высокими прочностными свойствами, предел прочности составил  $\sigma_b=910$  МПа, а относительное удлинение  $\delta=5,3\%$ . Снижение температуры прокатки до  $T=-196^\circ\text{C}$  приводит к повышению прочностных свойств титана VT1-0 до 1180 МПа, при снижении величины относительного удлинения до 3,8%. Повышение температуры прокатки до  $T=350^\circ\text{C}$  приводит к снижению прочностных свойств титана VT1-0 до 770 МПа и повышению величины относительного удлинения до 7,4%.

6. На примере титана Grade4 с исходным средним размером зерна 10 мкм, который характеризуется большей концентрацией таких элементов как Fe, O, N, C и H по сравнению с титаном VT1-0, показано влияние химического состава на эволюцию микроструктуры в ходе прокатки в области комнатных температур. Установлено, что для получения измельченной структуры с большой плотностью высокоугловых границ для титана Grade4 требуется более

высокая степень деформации по сравнению с титаном VT1-0. В ходе прокатки титана VT1-0 и Grade4 до значения истинной степени деформации  $\varepsilon=2,6$  формируется микроструктура со средним размером зерен/субзерен 0,15 мкм и 0,8 мкм и плотностью высокоугловых границ 4,9 и 0,9 мкм<sup>-1</sup>.

7. На основании проведенных исследований были разработаны режимы листовой прокатки титана VT1-0 при комнатной температуре, включающие прокатку с постоянной сменой направления на 90° до суммарной степени 30% и дальнейшую прокатку в одном направлении до суммарной степени деформации 93%. Используемые режимы обеспечивают получение листовых полуфабрикатов с ультрамелкозернистой структурой размерами 250x500x0,3 мм. Средний размер зерен/субзерен составил 0,15 мкм, плотность высокоугловых границ 5,3 мкм<sup>-1</sup>. Предел текучести составил  $\sigma_{0,2}=790$  МПа, предел прочности  $\sigma_b=952$  МПа, а относительное удлинение  $\delta=5,6\%$ .

8. Разработаны режимы комбинированной деформационной обработки титана VT1-0, которые включают предварительное формирование УМЗ структуры всесторонней изотермической деформацией и последующую листовую прокатку при комнатной температуре. В ходе прокатки на степень  $\varepsilon=2,6$  была сформирована структура со средним размером зерен/субзерен 0,08 мкм и плотностью высокоугловых границ 9,8 мкм<sup>-1</sup>. Предел прочности составил  $\sigma_b=1010$  МПа, предел текучести  $\sigma_{0,2}=930$  МПа, а величина относительного удлинения  $\delta=9,3\%$ .

9. Для получения прутковых полуфабрикатов из титана VT1-0 были разработаны режимы комбинированной (радиально-сдвиговой и сортовой) прокатки, обеспечивающие формирование ультрамелкозернистой структуры по сечению прутка. С использованием разработанных режимов был получен пруток титана VT1-0 размерами 750xØ8 мм. Средний размер зерен/субзерен составил 0,18 мкм, плотность высокоугловых границ 7,6 мкм<sup>-1</sup>. Предел текучести составил  $\sigma_{0,2}=964$  МПа, предел прочности  $\sigma_b=1084$  МПа, а относительное удлинение  $\delta=12\%$ .

#### **Основное содержание диссертации опубликовано в следующих работах:**

1. S.V. Zherebtsov, G.S. Dyakonov, A.A. Salem, S.P. Malysheva, G.A. Salishchev, and S.L. Semiatin. Evolution of Grain and Subgrain Structure during Cold Rolling of Commercial-Purity Titanium // Materials Science and Engineering A. 2011. V.528, № 9. P. 3474–3479. (Научная статья в рецензируемом издании из перечня ВАК РФ)
2. Nikolay Lopatin, Grigoriy Dyakonov, Olga Pleshakova. Effect of Combined Rolling Processes on Structure and Mechanical Properties of Pure Titanium Rods // Materials Science Forum. 2011. V. 667-669. P. 161-166 (Научная статья в рецензируемом издании из перечня ВАК РФ)
3. С.В. Жеребцов, Г.С. Дьяконов, С.П. Малышева, Г.А. Салищев. Исследование эволюции микроструктуры титана при холодной прокатке // Перспективные материалы, 2011 г., №12, с 311-315. (Научная статья в рецензируемом издании из перечня ВАК РФ)
4. Н.В. Лопатин, Г.С. Дьяконов, С.В. Жеребцов, Г.А. Салищев. Структура и механические свойства наноструктурного листа из титана VT1-0, полученного холодной прокаткой // Научные ведомости БелГУ, Математика Физика, 2010 г., №11(82). Вып. 19, с 69-77. (Научная статья в рецензируемом издании из перечня ВАК РФ)
5. Патент РФ 2010133011. Способ обработки крупногабаритных заготовок из титановых сплавов / Салищев Г.А., Жеребцов С.В., Лопатин Н.В., Дьяконов Г.С.; заявл. 05.08.2010; 22.08.2011 решение о выдаче патента. 5 с.
6. Дьяконов Г.С., Лопатин Н.В., Жеребцов С.В., Салищев Г.А. Исследование особенностей структурного состояния титанового сплава VT1-0 после комбинированной деформации при комнатной и повышенных температурах // Всероссийская школа семинар молодых ученых и преподавателей «Функциональные и конструкционные наноматериалы»: Сб. материалов. 2009. С 99.
7. Кудрявцев Е.А., Дьяконов Г.С., Лопатин Н.В. Влияние направления прокатки на двойникование в технически чистом титане // Всероссийская школа семинар молодых

- ученых и преподавателей «Функциональные и конструкционные наноматериалы»: Сб. тезисов. 2009. С 97.
8. G.S. Dzyakonov, G.A. Salishchev, S.P. Malysheva, S.V. Zherebtsov, N.V. Lopatin. Rolling as a method of producing nanocrystalline structure in titanium // Second International Symposium BNM: book of abstracts.2009.P.166.
  9. Лопатин Н.В., Дьяконов Г.С., Салищев Г.А. Влияние структуры на механические свойства и деформируемость прутков титана ВТ1-0 // шестая Международная научная конференция «Прочность и разрушение материалов и конструкций»: Сборник материалов. 2010. С. 525-531.
  10. Лопатин Н.В., Дьяконов Г.С., Салищев Г.А. Степанов Н.Д. Исследование комбинированной прокатки как метода получения наноструктурного состояния в титановых прутках // III Международный форум по нанотехнологиям RUSNANOTECH 2010: Сборник материалов на электронном носителе 2010.
  11. Салищев Г.А., Жеребцов С.В., Лопатин Н.В., Дьяконов Г.С., Кузнецов А.В., Степанов Н.Д., Рааб Г.И., Мурашкин М.Ю., Валиев Р.З. Микроструктура и механические свойства листов некоторых ГЦК-, ОЦК- и ГП – металлов, полученных комбинированными методами РКУП, мультиосевой деформации в сочетании с прокаткой // 11-я Международная конференция «Высокие давления – 2010. Фундаментальные и прикладные аспекты»: сборник тезисов. 2010. С 9.
  12. Лопатин Н.В., Дьяконов Г.С., Жеребцов С.В., Салищев Г.А. Структура и свойства прутков нанокристаллического титана, полученных прокаткой // 11-я Международная конференция «Высокие давления – 2010. Фундаментальные и прикладные аспекты»: сборник тезисов. 2010. С 123.
  13. Жеребцов С.В., Дьяконов Г.С., Салищев Г.А. Эволюция структуры титана при различных схемах интенсивной пластической деформации // IV Всероссийская конференция по наноматериалам Нано-2011: Сборник материалов. 2011.С. 366.
  14. Жеребцов С.В., Дьяконов Г.С., Салищев Г.А. Влияние температуры и вида нагружения на механизмы деформации и измельчение структуры титана // 51-я Международная конференция «Актуальные проблемы прочности»: сборник тезисов. 2011. С.341.
  15. Дьяконов Г.С., Жеребцов С.В., Салищев Г.А. Влияние двойникования на эволюцию микроструктуры технически чистого титана в ходе прокатки при комнатной и криогенной температурах // II Молодежная школа-конференция «Современные проблемы металловедения»: Сборник трудов. 2011.С.438.
  16. G. Dyakonov , S. Zherebtsov, V.I. Sokolenko, G.A. Salishchev. Formation of Nanostructure in CP Titanium during Rolling at Room and Cryogenic Temperatures // The third International Symposium BNM: book of abstracts.2011.P.170-171.