

На правах рукописи

Кунгурцев Максим Сергеевич

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ
И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТИТАНА
ПРИ ТЕМПЕРАТУРНОМ ВОЗДЕЙСТВИИ**

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Белгород – 2012

Работа выполнена в ФГАОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет»

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ: доктор физико-математических наук, профессор Камышанченко Николай Васильевич

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ: Павленко Вячеслав Иванович доктор технических наук, профессор, Белгородский государственный технологический университет имени В. Г. Шухова, директор ИСМиТБ

Лопатин Николай Валерьевич кандидат технических наук, Белгородский государственный национальный исследовательский университет научный сотрудник лаборатории объемных нано-структурных материалов

Тамбовский Государственный Университет им. Г.Р. Державина

Защита состоится « 13 » сентября 2012 г. в 15.30 на заседании диссертационного совета Д 212.015.04 при ФГАОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет». Адрес: 308015, г. Белгород, ул. Победы, 85.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВПО «Белгородский государственный национальный исследовательский университет».

Автореферат разослан « » _____ 2012 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Беленко В.А.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы: Одной из задач материаловедения является изучение зависимостей между составом, строением и свойствами материалов, а также закономерностей их изменения под воздействием внешних факторов. Решение этого вопроса, кроме чисто научного интереса, представляет собой еще и важное практическое значение, так как понимание закономерностей физических процессов, протекающих в материалах, позволяет достичь значительного прогресса в области разработки новых материалов с улучшенными потребительскими свойствами.

Представленные в последние годы в научной литературе материалы исследования свойств титана и его сплавов, полученные в процессе механического, термического и других способов воздействия, говорит о том, что интерес к данному металлу и его свойствам актуален, а проведенное интенсивное изучение физико-механических возможностей далеко не достаточно. Востребованность титана в различных отраслях промышленности требует достоверных знаний о поведении его физических, механических, химических свойств в требуемом диапазоне температур. Большое влияние на свойства материала оказывают его макро- и микроструктура. Именно поэтому исследование закономерностей формирования структуры титана марки ВТ1-0 в результате воздействия температуры в широком диапазоне и влияния её на электрические и механические свойства представляет собой как научный, так и практический интерес.

Диссертационная работа выполнена в рамках научного направления НИУ БелГУ «Создание упроченного состояния металлов путем программного физико-механического воздействия».

Целью настоящей работы является изучение закономерностей формирования структуры титана на примере сплава ВТ1-0, полученной в результате температурного воздействия в диапазоне 550 – 1100°С, и её влияния на физико-механические свойства.

Для достижения поставленной цели в работе решались следующие основные задачи:

1. Изучение закономерностей формирования структуры и особенностей структурно-фазовых превращений в титановом сплаве ВТ1-0 при отжиге в диапазоне 550-1100°С.

2. Изучение влияния структуры, полученной в процессе отжига, на механические свойства титана ВТ1-0.

3. Исследование характеристик электропроводности титана BT1-0, прошедшего термическую обработку в диапазоне 550-1100°C.

4. Проведение комплексного анализа влияния температуры нагрева при отжиге на структуру, механические свойства, электросопротивление, акустическую эмиссию и релаксацию напряжений с целью определения оптимального режима термообработки титана BT1-0, способствующего восстановлению физико-механических свойств при $\beta \rightarrow \alpha$ превращении.

Научная новизна полученных результатов:

1. Впервые на примере титана BT1-0 обнаружено, что структура, сформированная в процессе отжига выше температуры полиморфного превращения, приводит к проявлению аномального поведения зависимости механических и физических свойств (акустико-эмиссионных характеристик и удельного электрического сопротивления).

2. Установлено, что отжиг титана при температуре выше температуры полиморфного превращения приводит к снижению степени неоднородности внутренних напряжений, о чем свидетельствует релаксационная зависимость в этой области температур отжига.

3. На основе результатов исследований влияния структуры, полученной в процессе отжига при температуре ниже и выше температуры полиморфного превращения, на физико-механические свойства, определен оптимальный режим обработки, способствующий восстановлению механических свойств изделий из титанового сплава BT1-0.

4. По данным комплексного исследования структуры (электронной просвечивающей микроскопии, акустической эмиссии и удельного электрического сопротивления) определена температура отжига выше температуры полиморфного превращения, способствующая образованию дислокационной структуры и связанных с ней физико-механических свойств, аналогичных полученным при отжиге ниже температуры полиморфного превращения.

Основные положения диссертации, выносимые на защиту:

1. Экспериментальные данные о влиянии температурного воздействия в диапазоне 550-1100°C на структуру титана BT1-0.

2. Результаты исследования влияния температуры отжига на релаксационные свойства титана BT1-0.

3. Результаты исследования влияния структуры титана, полученной в процессе отжига в широком диапазоне температур, на механические свойства, удельное электрическое сопротивление и релаксацию напряжений.

4. Способ температурного воздействия на структуру, способствующий восстановлению физико-механических свойств при $\beta \rightarrow \alpha$ превращении.

Теоретическая значимость:

Экспериментальные результаты по исследованию эволюции структуры в процессе отжига и ее влияния на физико-механические свойства титана VT1-0 способствуют расширению представлений о процессах, протекающих в материале в процессе эксплуатации.

Практическая значимость:

1. Результаты исследований дают возможность выработать предложения для установления режимов эксплуатации и восстановления механизмов, изготовленных из технически чистого титана.

2. На основе полученных в работе результатов по исследованию влияния температуры нагрева на структуру и физико-механические свойства титана предложен способ возвращения физико-механических характеристик к исходному значению после термомеханического воздействия в процессе изготовления или восстановительных работ.

Степень достоверности результатов

Достоверность экспериментальной части работы основана на получении результатов с помощью современных и апробированных методов исследований, включающих методики просвечивающей электронной микроскопии, стандартные методы механических испытаний. Достоверность полученных результатов подтверждается использованием взаимодополняющих, комплексных методов исследований, статистической обработкой результатов экспериментов и сравнением экспериментальных результатов с имеющимися данными, известными на сегодняшний день в научной литературе.

Личный вклад автора

Личный вклад автора заключается в выполнении основного объема экспериментальных и теоретических исследований, изложенных в диссертационной работе, включающих: подготовку объектов исследования, проведение экспериментов, обработку результатов исследований, участие в разработке методик проведения экспериментов и обсуждение полученных результатов, подготовку материалов для статей и докладов.

Апробация результатов работы:

Основные результаты проведенных исследований докладывались и обсуждались на международных, всесоюзных, всероссийских и региональных конференциях: XVII Международная конференция «Физика прочности и пластичности материалов» (г. Самара, 2009 г.); Физическое материаловедение IV Международная школа (г. Тольятти, 2009 г.); III международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (г. Москва, 2009 г.); Всероссийская конференция с элементами научной шко-

лы для молодёжи «Проведение научных исследований в области индустрии наносистем и материалов» (г. Белгород, 2009 г.); XIX Петербургские чтения по проблемам прочности, посвященные 130-летию со дня рождения академика АН УССР Н. Н. Давиденкова (г. Санкт-Петербург, 2010 г.); 50-й Международный симпозиум «Актуальные проблемы прочности» (Беларусь, г. Витебск, 2010 г.); VI Международная научная конференция «Прочность и разрушение материалов и конструкций» (г. Оренбург, 2010 г.); XX Международное совещание «Радиационная физика твердого тела» (г. Севастополь, 2010 г.); LI Международная конференция «Актуальные проблемы прочности» (Украина, г. Харьков, 2011 г.); V Международная школа «Физическое материаловедение» с элементами научной школы для молодежи (г. Тольятти, 2011 г.).

Публикации

Результаты исследований по теме диссертации опубликованы в 21 печатной работе, в том числе 5 в изданиях рекомендованных ВАК, 2 ноу-хау, 1 заявка на изобретение.

Объем и структура диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, основных выводов и списка использованной литературы из 112 наименований. Содержание работы изложено на 116 страницах, в 36 рисунках и 6 таблицах.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во **введении** показана актуальность диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, отмечена научная новизна полученных результатов и практическая ценность работы.

В **первой главе** приведен обзор литературы, в котором рассмотрены результаты исследований ученых - металлофизиков, изучавших особенности структурных превращений титана, давших надежно обоснованные предпосылки для понимания протекающих в материале процессов.

Вторая глава посвящена описанию экспериментального оборудования, методики подготовки образцов и проведения эксперимента.

В качестве материала исследования был выбран титановый сплав технической чистоты марки ВТ1-0. На образцах в состоянии поставки экспериментально были определены основные механические параметры, микротвёрдость и удельное электрическое сопротивление (табл. 1).

Таблица 1. Свойства исходного материала

σ_s , МПа	σ_B , МПа	$H_{V 100}$	Удельное электрическое сопротивление, мкОм·см
173	318	150	126

Титановые прутки диаметром 6 мм были подвергнуты следующим видам механико-термической обработки. Для получения материала в мелкозернистом состоянии титановые заготовки подвергались прокатке на электромеханических вальцах “ВЭМ-3 СМ” при температуре 500°С методом пластической деформации за 8 проходов с обжатием за проход 15%. После прокатки заготовки титана имели форму полос толщиной 1,5 мм. Величина накопленной деформации при прокатке достигала 75%. Степень деформации оценивалась по формуле:

$$\varepsilon = \frac{d_0 - d}{d_0} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где: d_0 – толщина заготовки до прокатки;
 d – толщина заготовки после прокатки.

Прокатанные по вышеописанной методике, полосы титана подвергались отжигу в вакуумной печи “СНВЭ 131/14” с остаточным давлением не ниже 10^{-5} Па при температурах 550, 600, 650, 700, 850, 900, 1000, 1050 и 1100°С в течение 60 минут с последующим медленным (1,8°С/мин) охлаждением с печью.

После вышеописанных видов механико-термической обработки (МТО) из полученных полосовых заготовок электроэрозионным способом на установке AQ300L вырезались образцы.

Для определения механических характеристик исследуемого титана, проводили испытание образцов на одноосное растяжение с постоянной скоростью деформации 1,5 мм/мин на установке «Instron 3369» при комнатной температуре. Одновременно с записью диаграммы нагружения проводилась регистрация сигналов акустической эмиссии (АЭ) и измерение удельного электрического сопротивления в процессе нагружения. В эксперименте все данные снимались синхронизировано (рисунок 1).

Измерение удельного электрического сопротивления проводилось четырехзондовым методом. Измерительная 4-х зондовая головка прижималась пружинным механизмом к плоской полированной поверхности образца. Данные о падении напряжения на измерительных зондах поступали на цифровой нановольтметр «Agilent 34420А», который в свою очередь передавал эти данные на компьютер.

Для регистрации акустической эмиссии пьезоэлектрический датчик поджимали к торцу образца. Акустический контакт обеспечивался за счет акустической смазки. Электрический сигнал датчика АЭ, усиленный основным усилителем, регистрировался компьютером с помощью аналогово-цифрового преобразователя (АЦП) L-783 с частотой дискретизации 1 МГц на каждый канал и записывался программой PowerGraph в файл.



Рисунок 1 – Блок – схема установки для исследования механических параметров, АЭ и удельного электрического сопротивления; 1 – образец; 2 - пьезоэлектрический датчик АЭ; 3 – четырехзондовая головка

Для выявления границ зерен титановые образцы подвергали химическому травлению в растворе, содержащем 1 мл HNO_3 , 2 мл HF и 40 мл H_2O . Морфология поверхности образцов исследовалась с помощью микроскопа «OLYMPUSG71». Определение средних размеров зерен было выполнено методом “случайных секущих” по шлифам ГОСТ 5639-82.

Измерение микротвердости образцов выполняли согласно ГОСТ 9450-76 на микротвердомере «DM-8B» с использованием пирамидки Виккерса с нагрузкой на индентор 100 грамм. Исследование макроструктуры и измерение микротвердости титана проводили вдоль поперечного сечения образцов.

Микроструктура изучалась при помощи просвечивающего электронного микроскопа “JEM-2100”. Рентгеноструктурный анализ осуществлялся на рентгеновском дифрактометре «ARL X'TRA».

Третья глава посвящена выявлению связи между прочностными свойствами исследуемого титана и его структурным состоянием, созданным в результате механико-термической обработки (МТО).

Эволюция структуры изучалась по результатам термического отжига титана ВТ1-0, прошедшего предварительную пластическую деформацию до 75%. В процессе отжига при 550°C происходит перераспределение с частичной аннигиляцией дислокаций разноименных знаков, что приводит к увеличению блоков (рисунок 2, а). При отжиге 700°C происходят существенные структурные изменения зерна - образуется неоднородная структура зерна с размерами от 12 до 50 мкм и четко выделенными границами (рисунок 2, б). С достижением температуры отжига 850°C наблюдается полная рекристаллизация структуры. Происходит стабилизация структуры, заключающаяся в выравнивании размеров зерен и небольшое увеличение зерна в сравнении с образцами, отожженными при 700°C (рисунок 2, в).

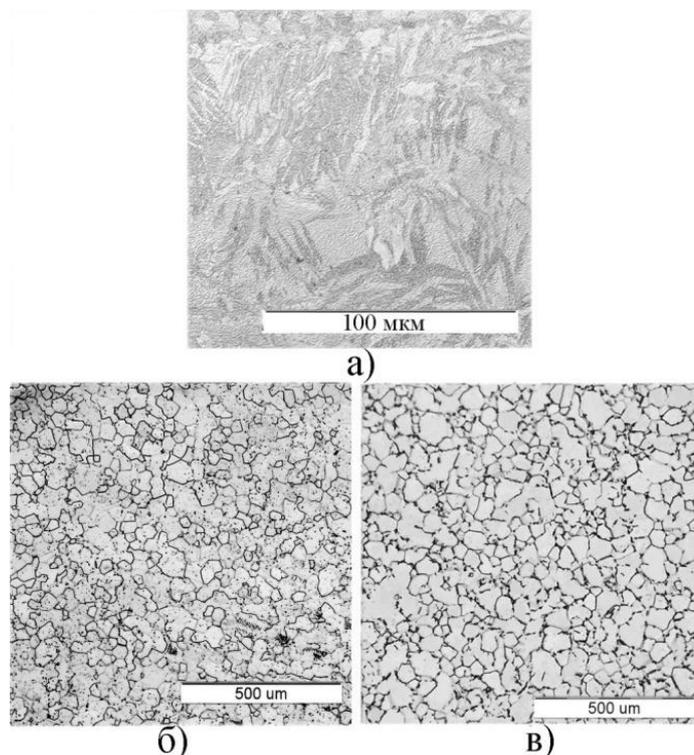


Рисунок 2 – Макроструктура титана, прошедшего отжиг при: 550°C (а), 700°C (б), 850°C (в)

Повышение температуры отжига в диапазоне температур 500-850°C вызывает рост зерна и снижение прочностных характеристик - рисунок 3, рисунок 4.

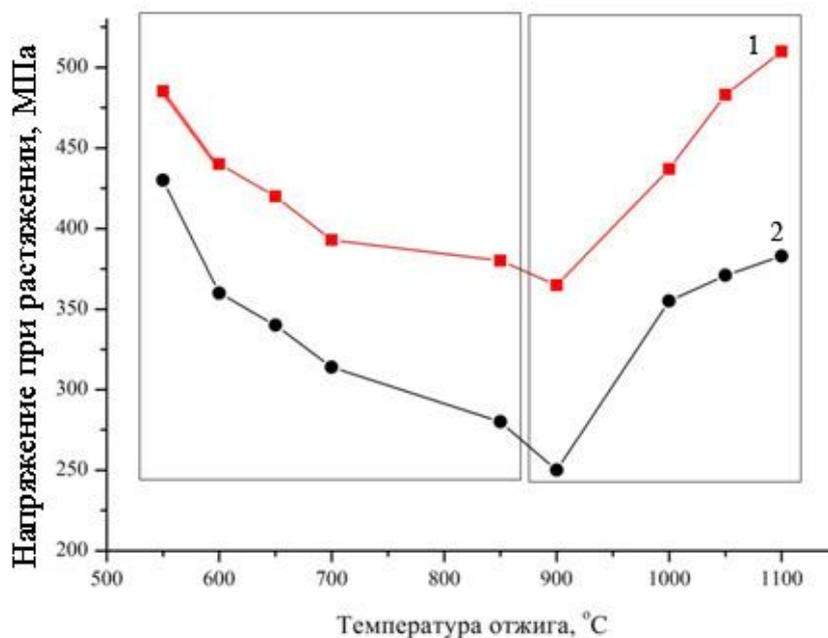


Рисунок 3 – Зависимость механических характеристик от температуры отжига; (1) - предел прочности, (2) - предел текучести

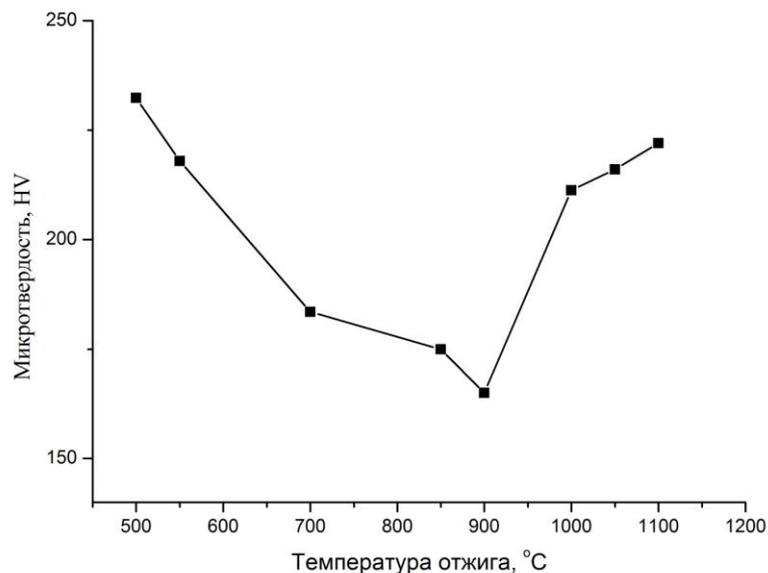


Рисунок 4 – Зависимость микротвердости от температуры отжига

Отжиг при температуре 900°C, близкой к температуре $\alpha \rightarrow \beta$ превращения, приводит лишь к незначительному росту зерен в сравнении с отжигом при 850°C (рисунок 5, а).

С повышением температуры отжига от 900 до 1100°C с последующим медленным охлаждением титан приобретает пластинчатый характер внутризеренной структуры, с размерами 115 – 130 мкм – рисунок 5 (б, в, г).

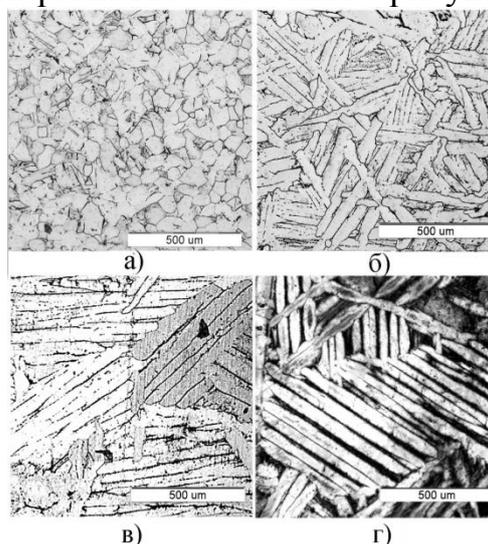


Рисунок 5 – Макроструктура титана, прошедшего отжиг при: 900°C (а), 1000°C (б), 1050°C (в) и 1100°C (г)

С повышением температуры выше температуры полиморфного превращения наблюдается повышение прочностных характеристик (рисунок 3). Такая закономерность установлена и для микротвердости – рисунок 4.

Как видно из результатов, представленных выше, механические характеристики титана, прошедшего отжиг при 1050°C соответствуют характери-

кам образца прошедшего обработку в α – области (таблица 2, рисунок б), при температуре отжига 550°C. Что дает основания для разработки режима термообработки, обеспечивающего восстановление физико-механических свойств изделий из титанового сплава ВТ1-0.

Таблица 2. Механические свойства титана

№	Температура отжига, °С	Микротвердость, НV	σ_B , МПа
1	550	221	508
2	1050	219	475

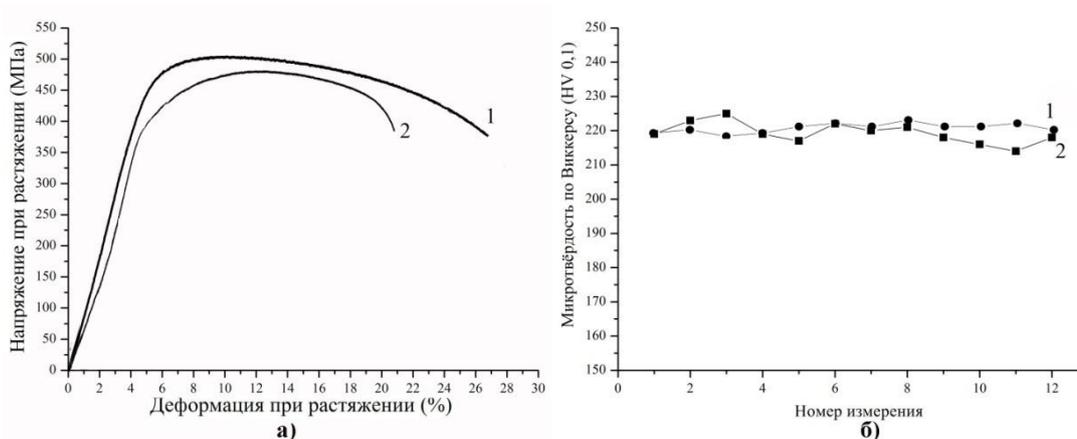


Рисунок б – Механические характеристики титана:
 а – деформационные кривые; б – микротвердость;
 1 – отжиг 550°C; 2 – отжиг при 1050°C

Дополнительные исследования релаксации напряжений впервые обнаружили аномальное поведение параметров в диапазоне температуры отжига 1050°C.

Релаксация напряжений в титане ВТ1-0

После отжига титановые образцы подвергались исследованию на релаксацию напряжения при комнатной температуре под действием приложенной нагрузки $\sigma_0 = (0,3 \div 0,6 \div 0,9)\sigma_{0,2}$. По величине релаксационного эффекта ($\Delta\sigma/\sigma_0$ - отношение падения напряжения при релаксации к приложенной начальной нагрузке) можно качественно судить о степени неоднородности внутреннего напряжения, а именно: чем больше степень неоднородности внутреннего напряжения, тем больше величина релаксационного эффекта.

С увеличением температуры отжига вплоть до температуры начала полиморфного превращения величина $\Delta\sigma/\sigma_0$ падает, так как в процессе отжига происходит стабилизация структуры и уменьшение внутренних напряжений.

Но как только температура отжига превышает температуру полиморфного превращения, отношение $\Delta\sigma/\sigma_0$ начинает расти. В области температуры отжига 1050°C наблюдается падение величины отношения $\Delta\sigma/\sigma_0$ (рисунок 7).

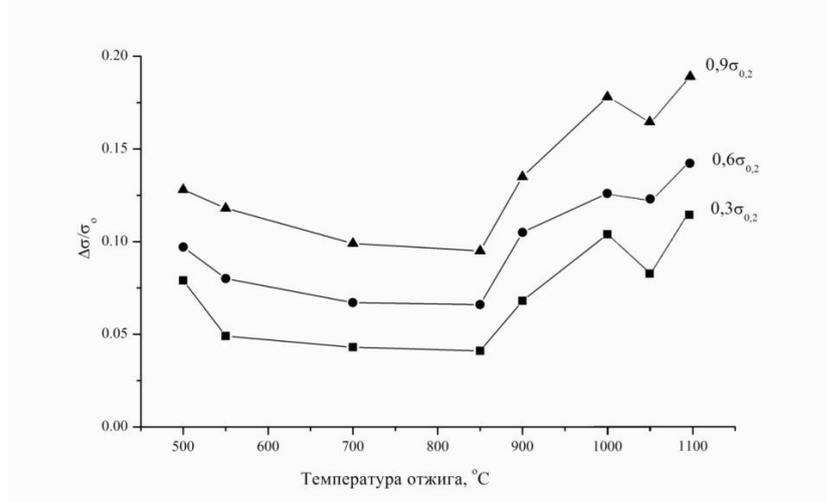


Рисунок 7 – Зависимость отношения падения напряжения при релаксации от приложенной начальной нагрузки от температуры нагрева при отжиге

Интенсивность релаксации напряжения зависит не только от величины приложенного напряжения, но и от скорости охлаждения после нагрева. Так, после быстрого охлаждения (закалки) от 1050°C происходит снижение релаксационных параметров (рисунок 8), что очевидно связано с созданием однородной поверхностной структуры.

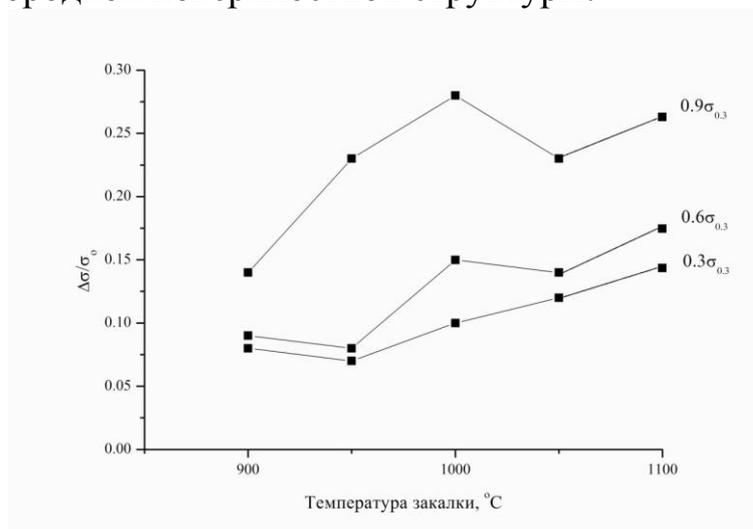


Рисунок 8 – Зависимость отношения падения напряжения при релаксации к приложенной начальной нагрузке от температуры нагрева при закалке

После релаксационных исследований образцы подверглись старению при комнатной температуре в течение 24 часов. По результатам испытаний этих образцов на разрыв было определено, что релаксация напряжений под

нагрузкой и последующий отдых не оказывает заметного влияния на прочностные характеристики отожженного как при температурах до полиморфного, так и после полиморфного превращения титана. Для образцов титана, прошедших закалку от 1050°C, наблюдается иная картина: заметно повышаются микротвердость, предел текучести и предел прочности, но существенно ухудшаются пластические свойства (рисунок 9), что говорит об активном участии вторичных дефектов в закреплении дислокационной структуры титана после термической обработки.

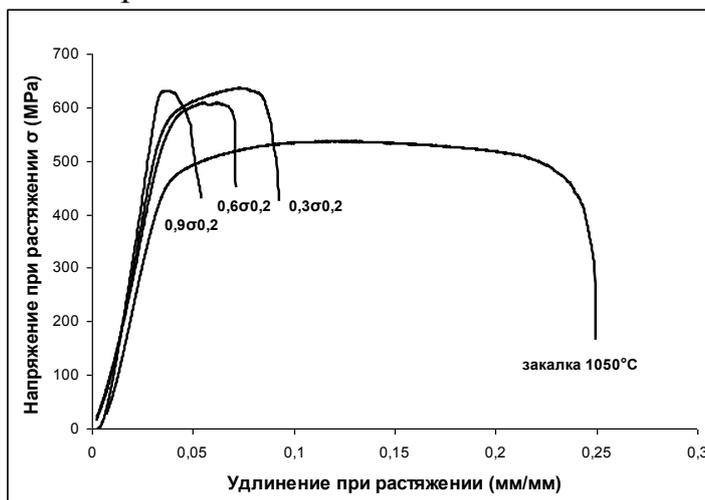


Рисунок 9 – Механические характеристики титана, прошедшего закалку от 1050°C и последующую релаксацию напряжений

Это позволяет сделать вывод о нахождении оптимального режима термомеханической обработки для титана VT1-0 и получения материала, сочетающего достаточные прочностные и пластические характеристики.

Изучение влияния размера зерна на механические свойства титана VT1-0

Отжиг в диапазоне температур до полиморфного превращения способствует созданию структуры однородного строения деформированного титана. Размеры зерна находятся в прямой зависимости от температуры отжига. К настоящему времени субструктурные кристаллы описываются различными моделями, в основе которых лежит соотношение Холла – Петча.

С повышением температуры в процессе отжига происходит снижение внутренних напряжений, что способствует уменьшению влияния дислокационной структуры за счет градиентных параметров. Плотность дислокаций в теле зерна существенно меньше плотности дислокаций и других дефектов в приграничной зоне. На границе зерен по мере увеличения температуры отжига происходит локализация мощных источников внутренних упругих полей, к которым относятся стыки зерен, дислокационные и примесные образования и др. Поскольку избыточная плотность дислокаций и других дефектов выше вблизи границы зерна, чем в теле зерна, то и величина дальнедей-

ствующих полей напряжений, влияющих на кривизну кристаллической решетки, будет больше. Представленные на рисунке 10 зависимости микротвердости и пределов текучести от размера зерна хорошо согласуются с уравнением Холла - Петча.

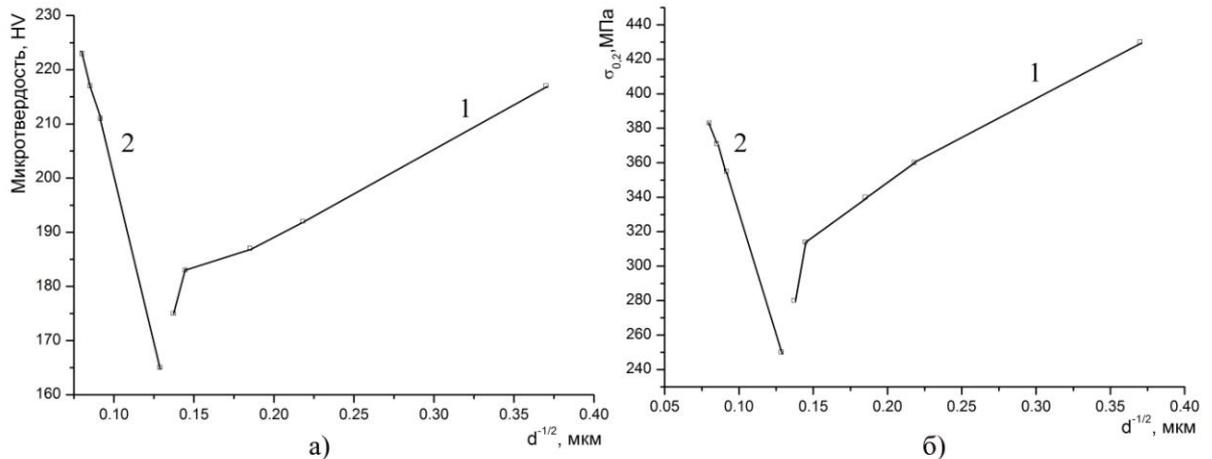


Рисунок 10 – Зависимость микротвердости (а) и предела текучести (б) от размера зерна титана в различных структурных состояниях в координатах уравнения Холла-Петча: 1 - область температурного диапазона до полиморфного превращения; 2 - область температурного диапазона после полиморфного превращения

Выполняется это соотношение и после полиморфного превращения, но при этом наблюдается перелом скорости изменения предела текучести в диапазоне температур 900 – 1050°С, выделяется этот перелом и на зависимости $\sigma_y = f(d^{-\frac{1}{2}})$ в области температуры полиморфного превращения. Наблюдаемое изменение зерна при отжиге в диапазоне α и β - состояний приводит к изменению коэффициента k_y в соотношении Холла – Петча и его можно представить в виде следующих соотношений:

$$\sigma_y' = \sigma_0 + k_y' d^{-1/2} \quad (2)$$

$$\sigma_y'' = \sigma_0 + k_y'' d^{-1/2}, \quad (3)$$

где σ_y – предел текучести, k_y – коэффициент Холла-Петча, d – размер зерна, σ_0 – постоянная материала.

Выражение (2) удовлетворяет соотношению Холла – Петча до полиморфного превращения, а выражение (3) – для температурного диапазона после полиморфного превращения (рисунок 11).

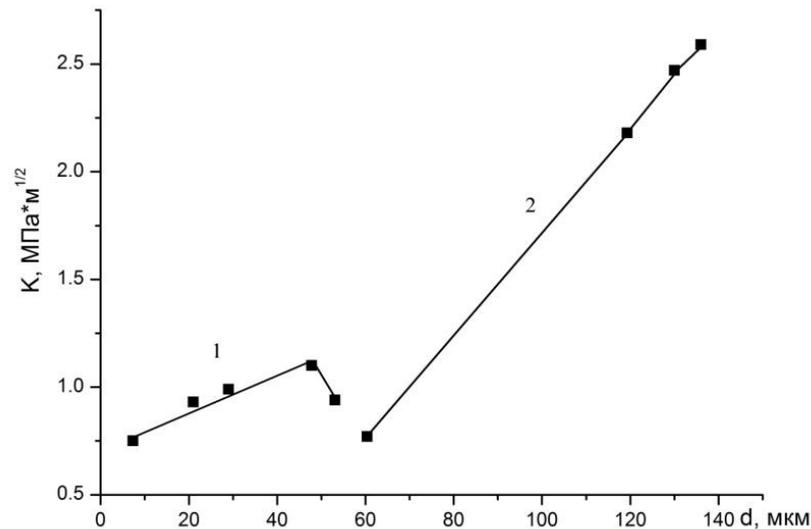


Рисунок 11 – Зависимость коэффициента Холла – Петча от размера зерна: 1 - область температурного диапазона до полиморфного превращения; 2 - область температурного диапазона после полиморфного превращения

В температурном диапазоне до полиморфного превращения k_y' непропорционально растет с увеличением зерна. В диапазоне температур после полиморфного превращения скорость изменения k_y'' существенно отличается от скорости изменения k_y' в диапазоне до полиморфного превращения с увеличением размера зерна. Однако соотношение Холла-Петча выполняется в диапазоне температур отжига, как до полиморфного превращения, так и после полиморфного превращения, а существенное отличие коэффициентов k_y' и k_y'' связано со структурой, образовавшейся в процессе отжигов.

Четвертая глава посвящена изучению влияния температуры отжига при медленном охлаждении на физические свойства титана ВТ1-0.

Как следует из результатов измерения остаточного удельного электросопротивления, последнее прямолинейно уменьшается в температурном диапазоне от 500°С до температуры полиморфного превращения и затем, в диапазоне выше температуры полиморфного превращения, величина удельного электросопротивления начинает резко увеличиваться вплоть до температуры ~1000°С (рисунок 12).

В области температур 1025 - 1050°С происходит спад величины удельного электрического сопротивления.

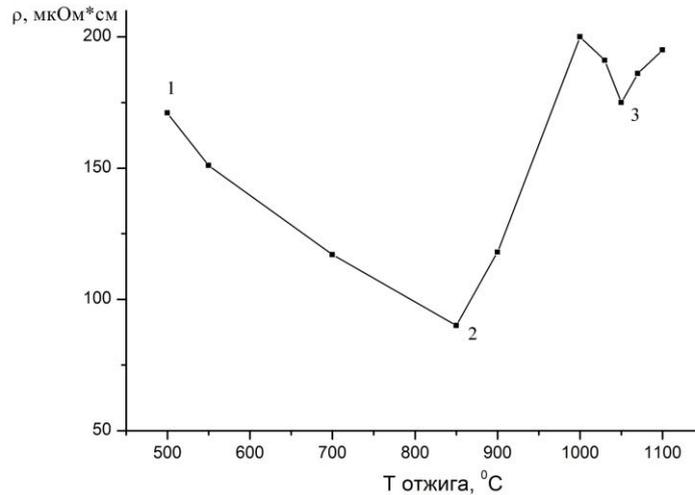


Рисунок 12 – Зависимость удельного электрического сопротивления от температуры отжига

Электрические параметры в диапазоне $1000^{\circ}\text{C} - 1100^{\circ}\text{C}$ ведут себя с существенным отклонением от линейной зависимости, наблюдаемой в диапазоне $889,5 - 1000^{\circ}\text{C}$. При этом значения электрического сопротивления и предела прочности в нижней части перегиба при 1050°C практически совпадают по величине с аналогичными параметрами при отжиге в диапазоне $500-550^{\circ}\text{C}$. По абсолютным значениям величина электрического сопротивления в нижней точке 3 на графике зависимости (рисунок 12) соответствует значению в точке 1. Такие же соотношения наблюдаются из сравнения механических характеристик (предел прочности, микротвердость) – рисунок 6 (а, б), таблица 2 и на зависимости отношения падения напряжения при релаксации от приложенной начальной нагрузки от температуры нагрева при отжиге (рисунок 7).

Исследование дефектной структуры образцов, прошедших различную термическую обработку, методом акустической эмиссии

Исследование акустической эмиссии (АЭ) позволяет проанализировать состояние дефектной структуры титана, прошедшего описанные режимы отжига (рисунок 13).

Активность и амплитуда акустического сигнала после прокатки характеризуется повышенными значениями в сравнении с аналогичными параметрами титана, прошедшего отжиг в диапазоне $550^{\circ}\text{C} - 900^{\circ}\text{C}$ (рисунок 13, б, в, г, д), что говорит о снижении внутренних напряжений.

С повышением температуры в диапазоне $900^{\circ}\text{C} - 1000^{\circ}\text{C}$ создается новая зёрненная и дефектная структура, о чем свидетельствует развитие АЭ в процессе деформации растяжением при комнатной температуре. Однако, максимальное значение активности и амплитуды напряжения достигается в области 1050°C (рисунок 13, ж) с последующим уменьшением с ростом температуры до 1100°C (рисунок 13, з).

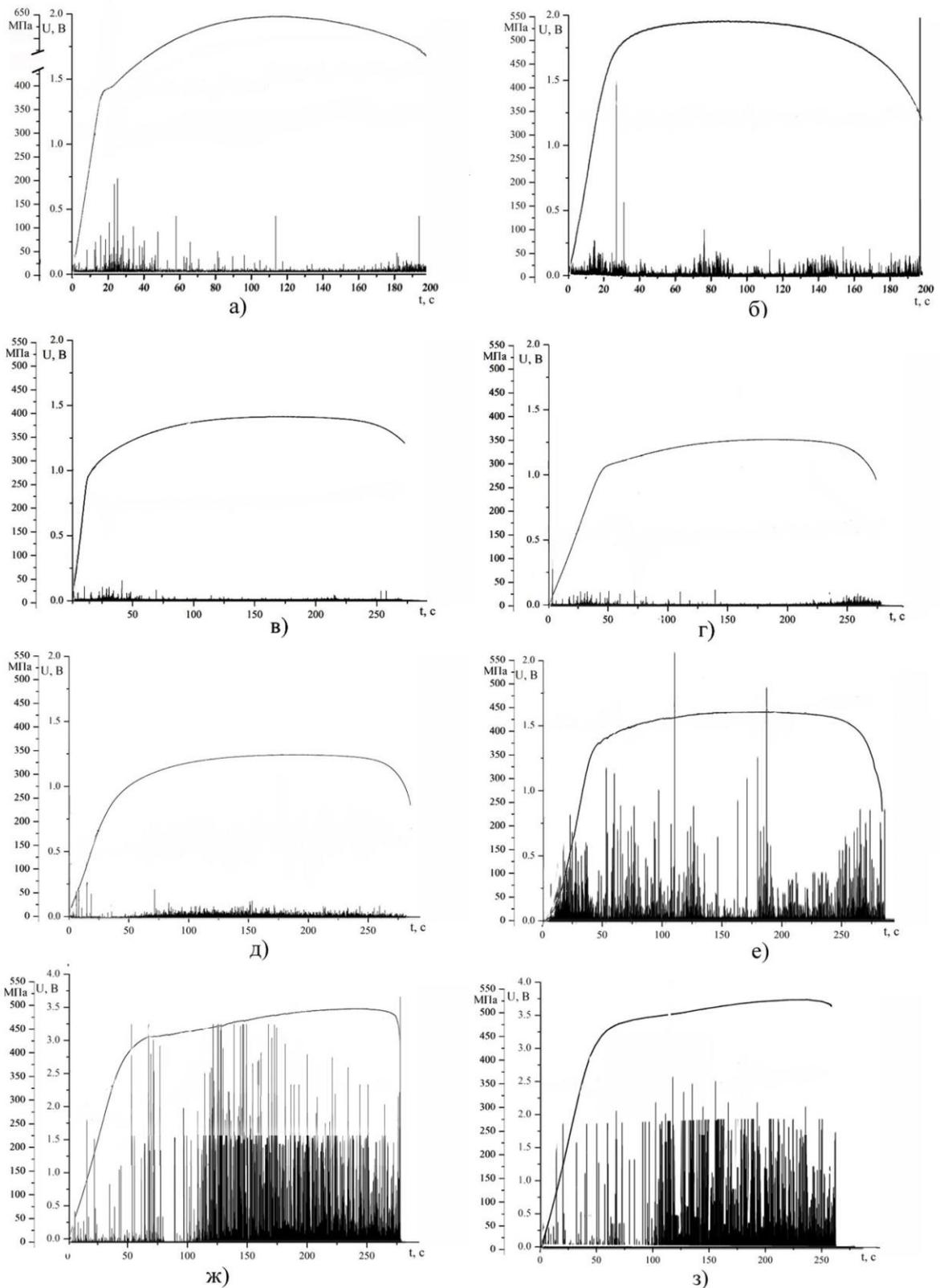


Рисунок 13 – Развитие АЭ в процессе деформации растяжением титана после горячей прокатки (а), после отжигов 550°C (б), 700°C (в), 850°C (г), 900°C (д), 1000°C (е), 1050°C (ж), 1100°C (з)

В титане при отжиге в диапазоне до температуры полиморфного превращения под действием локальных напряжений возникает новая дефектная структура, не оказывающая заметного влияния на плотность в объеме кристалла, что и проявляется в низкой активности АЭ и уменьшении удельного электрического сопротивления после отжига (рис. 13, а - г). С увеличением температуры отжига выше температуры полиморфного превращения (900°С и выше) поведение АЭ существенно отличается от аналогичных зависимостей, полученных в процессе отжига до полиморфного превращения. С повышением температуры выше 900°С основную роль начинают играть высокоамплитудные источники, какими могут быть образованные дисперсные фазы, двойники и специфичная микро- и макроструктура, образованная в процессе последующего перехода из β – фазы в α – фазу.

Результаты электронно-микроскопических исследований

На рисунке 14 представлены типичные наблюдаемые элементы микроструктуры титана ВТ1-0, полученные с помощью электронного микроскопа «JEM-2100». Полученные результаты просвечивающей электронной микроскопии показали зависимость плотности дислокаций от температуры отжига, составляющую $2.4 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$, $7.2 \cdot 10^7 \text{ см}^{-2}$, $2.8 \cdot 10^8 \text{ см}^{-2}$ при температуре отжига 550°С, 1050°С и 1100°С соответственно.

При движении обычной полной дислокации атомы последовательно переходят из одного равновесного положения в другое. Известно, что расщепление полной дислокации осуществляется на две или три составляющие, из которых одни открываются на поверхности с образованием дефекта упаковки, а остальная часть дислокации не открывается, поскольку не меняется состояние вектора Бюргерса в ней и поэтому она продолжает давать дифракционный контраст в кристаллической структуре титана.

Следовательно, наличие дефектов упаковки свидетельствует о диссоциации дислокаций с образованием частичной дислокации, что способствует понижению энергии кристалла. Однако, если энергия дефекта упаковки в исследуемом металле велика, расщепление дислокаций на частичные энергетически не выгодно и полная дислокация сохраняется в структуре кристалла. Наличие или отсутствие частичных дислокаций и образование в процессе диссоциации дефектов упаковки позволяет утверждать о различных величинах внутренней энергии титана в зависимости от температуры отжига. Было обнаружено, что частичные дислокации отличаются не только плотностью образованных дефектов упаковки, но и их размерами, величина которых растет с повышением температуры отжига (рисунок 14).

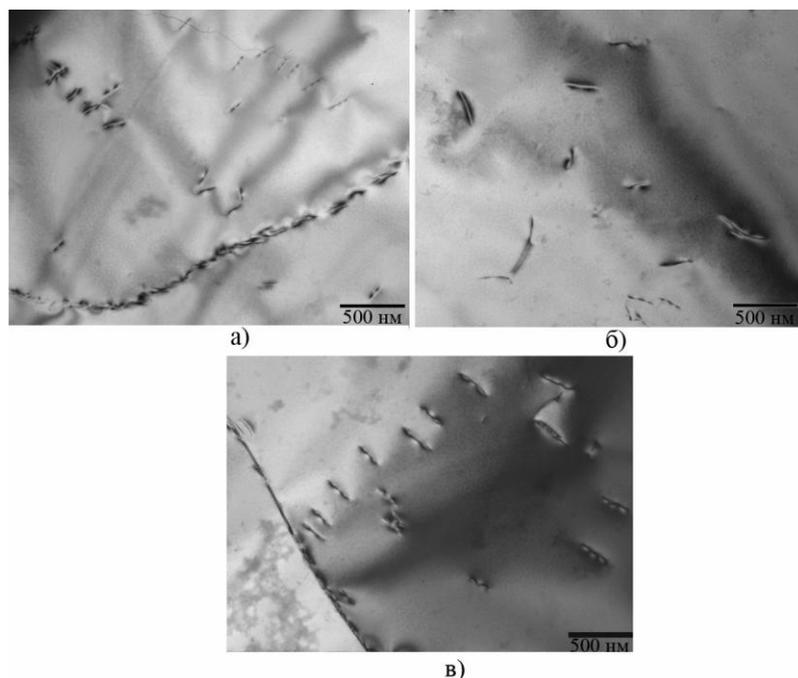


Рисунок 14 – Микроструктура титана после отжига при 550°С (а), 1050°С (б) и 1100°С (в)

Неравномерное изменение плотности и размеров дефектов упаковки с изменением температуры отжига позволяет предположить о сложных процессах, протекающих в кристаллическом строении в результате температурного воздействия. Прежде всего, изменяется энергия внутренних напряжений не только на границах кристалла, но и в объеме кристалла. Границы зёрен представляют собой узкую переходную область между двумя кристаллами неправильной формы. Поскольку на границах зёрен атомы смещены из равновесного положения, то величина собственной энергии границ зёрен повышена. Такое состояние характерно при температуре отжига 550°С (рисунок 14, а) и при температуре 1100°С (рисунок 14, в). Однако величина внутренних напряжений каждого состояния при этом будет существенно отличной, что подтверждается не только плотностью дефектов упаковки, но и их размерами. В отожженном при 550°С титане на границе кристаллов наблюдаются дислокационные петли, образованные в основном за счет междоузельных атомов, размеры которых после отжига при 1100°С заметно уменьшаются (рисунок 14, в). Температура отжига пластически деформированного титана 550°С характеризуется развитием первичной рекристаллизации с образованием границ, куда перемещаются образованные в процессе деформации дефекты. Перемещение дефектов к границе кристалла ведет к образованию концентраторов упругих напряжений, и создаются условия для формирования дислокационных петель и полупетель в параллельных базису плоскостях. При этой температуре отжига титан имеет повышенную концентрацию точечных дефектов и имеющихся в его структуре дислокаций, дефекты упаковки находятся в условиях пресыщения. Под действием растягивающего напряжения или напряжения, создаваемого температурой, дефекты будут перемещаться к границе кристалла с образованием ступенек на дислокациях и

других дефектах, таких как дислокационные петли, окантованные частичными дислокациями (рисунок 14, а). С уменьшением пресыщения точечных дефектов размеры петли уменьшаются (рисунок 14, в), полосы дефектов упаковки поглощают точечные дефекты вдоль своего края, что приводит к уменьшению ширины полосы петель вдоль границы.

В отличие от рассмотренных структур, образованных при отжиге от 550°C и 1100°C, после отжига от 1050°C плотность дефектов упаковки и других дефектов существенно снижается (рис. 14, б). Снижение плотности дефектов упаковки приводит к уменьшению внутренней энергии кристаллического строения.

В диапазоне температуры отжига 1050°C наблюдается отклонение поведения механических и электрических параметров от линейной зависимости, характерной для области температур отжига 850 - 1000°C и выше 1100°C. По величинам физико-механические характеристики титана, прошедшего отжиг 1050°C, соответствуют значениям, полученным после отжига при 550°C. Также при этой температуре отжига наблюдается аномальное поведение релаксационных параметров.

Фазовый переход – переход вещества из одной фазы в другую, сопровождающийся скачкообразным изменением каких-либо физических характеристик вещества при непрерывном изменении внешних параметров. В проведенных исследованиях обнаружены скачкообразные изменения таких характеристик вещества, как микротвердость, предел текучести, остаточного значения удельного электрического сопротивления, активности и амплитуды сигналов акустической эмиссии, релаксации напряжений, что позволяет утверждать, что наблюдаемое аномальное явление в диапазоне температуры отжига 1050°C относится к фазовому наклепу первого рода.

Очевидно, отжиг при температуре в диапазоне 1050°C способствует созданию условий, благодаря которым в объеме кристаллической структуры происходит возникновение фазового наклепа.

Наличие фазового наклепа за счет дефектов решетки способствует развитию аномального поведения электрофизических свойств титана в диапазоне 1000°C – 1100°C.

Выводы

1. По результатам исследования влияния температур отжига на структуру и связанные с ней физико-механические свойства титанового сплава ВТ1-0 определено, что отжиг выше температуры полиморфного (в области 1050°C) превращения приводит к проявлению аномального поведения зависимости механических и физических свойств (акустико-эмиссионных характеристик и удельного электрического сопротивления).

2. Отжиг титана при температуре выше температуры полиморфного превращения (1050°C) приводит к снижению степени неоднородности внутренних напряжений, о чем свидетельствуют релаксационные процессы в этой области температур отжига и снижение удельного электрического сопротивления.

3. Определен режим термообработки (включающий нагрев в области 1050°C и быстрое охлаждение с последующим старением под нагрузкой), обеспечивающий повышение механических свойств изделий из титанового сплава BT1-0.

4. Определена температура отжига выше температуры полиморфного превращения, способствующая образованию дислокационной структуры и связанных с ней физико-механических свойств, аналогичных полученным при отжиге ниже температуры полиморфного превращения.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Камышанченко, Н.В. Исследование влияния скорости охлаждения на структуру, физико-механические свойства и процесс двойникования в закаленном титане BT1-0 / Н. В. Камышанченко, И. М. Неклюдов, И. С. Никулин, М. С. Кунгурцев, Е. С. Кунгурцев //Перспективные материалы. – 2012. – №1 – С. 52-57.

2. Влияние отжига при медленном охлаждении на структуру и механические свойства технического титана BT1-00 / Н. В. Камышанченко, М. С. Кунгурцев, Д. П. Кузнецов, И. С. Никулин, О. А. Печерина, И. М. Неклюдов// Перспективные материалы. – 2012. - № 3 – С. 24 – 30.

3. Камышанченко, Н.В. Температурная зависимость механических свойств титана марки BT1-0 / Н.В. Камышанченко, И.Н. Кузьменко, И.С. Никулин, М.С. Кунгурцев, И.М. Неклюдов, О.И. Волчок // Упрочняющие технологии и покрытия. – 2010. – №7 – С. 3-7.

4. Камышанченко, Н.В. Закономерности изменения микротвердости технически чистого титана, подверженного различному механико-термическому воздействию/ Н.В. Камышанченко, И. С. Никулин, Д. П. Кузнецов, М. С. Кунгурцев, И.М. Неклюдов, О.И. Волчок// Научные ведомости БелГУ. Сер. Математика, физика. – 2010. – №11(82) – вып. 19. – С. 78-87.

5. Камышанченко, Н.В. Исследование динамики двойникования в титане BT1-0 методом акустической эмиссии / Н.В. Камышанченко, И.С. Никулин, М.С. Кунгурцев, И.М. Неклюдов, О.И. Волчок // Перспективные материалы. – 2010. - № 5 – С. 93 – 98.

6. Камышанченко Н. В. Свидетельство №55 о регистрации в качестве ноу-хау результата интеллектуальной деятельности “Универсальная закалочная установка”/ Камышанченко Н. В., Кунгурцев М. С., Кунгурцев Е.С., Никулин И. С., 2011.

7. Камышанченко Н. В. Свидетельство №56 о регистрации в качестве ноу-хау результата интеллектуальной деятельности “Датчик для измерения удельного электрического сопротивления”/ Камышанченко Н. В., Кунгурцев С. А., Кунгурцев М. С., Кунгурцев Е.С., Никулин И. С., 2011.

8. Камышанченко Н.В. Заявки на изобретение №2012119105 Способ повышения механических свойств титана марки BT1-0/ Камышанченко Н.В., Кунгурцев М. С., Неклюдов И.М., Кунгурцев Е.С., Никулин И. С., Дурыхин М. И.