

PACS: 62.20.Fe

Ю.Н. Подрезов¹, Н.Д. Рудык¹, В.И. Даниленко¹, Р.Ю. Кулагин²,
А.В. Решетов², Я.Е. Бейгельзимер²

ТВЕРДОСТЬ ДЕФОРМИРОВАННОГО ТИТАНА, ПОЛУЧЕННОГО РАЗНЫМИ СХЕМАМИ ДЕФОРМАЦИИ

¹Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины
ул. Кржижановского, 3, г. Киев, 03680, Украина
E-mail: podrezov@materials.keiv.ua

²Донецкий физико-технический институт им. А.А. Галкина НАН Украины
ул. Р. Люксембург, 72, г. Донецк, 83114, Украина
E-mail: a_reshetov@yahoo.com

Статья поступила в редакцию 22 апреля 2009 года

Разработана методика анализа влияния температуры и степени одноосной деформации на твердость, основанная на измерении твердости в продольном сечении образца, испытанного на одноосное растяжение. Проведен комплекс исследований на титане технической чистоты в рекристаллизованном состоянии и после различных деформационных обработок. Изучено влияние температуры одноосного растяжения и степени деформации на значение твердости образцов, находящихся в различных структурных состояниях.

Ключевые слова: твердость, одноосное растяжение, винтовая экструзия, степень деформации, термостабильность

Измерение твердости – один из наиболее простых и широко распространенных методов определения механических свойств материалов. Благодаря своей простоте этот метод широко используется для первичной проверки качества металла на различных этапах получения и термомеханической обработки. В более прецизионных экспериментах он применяется для установления температур устойчивой работы изделия, когда твердость измеряется после высокотемпературной обработки материала (например, при определении теплостойкости режущего инструмента) либо непосредственно при повышенной температуре (так называемая горячая твердость).

Исследования твердости особенно важны в тех случаях, когда невозможно использовать другие методы механических испытаний. Примером таких экспериментов является определение параметров упрочнения керамики, а также изучение свойств покрытий и поверхностно-упрочненных градиентных материалов. При этом важно правильно сопоставить параметры твердо-

сти с другими механическими свойствами. Разработано несколько теорий, устанавливающих соотношения между значениями твердости и напряжением течения материала. Наиболее глубоко эти вопросы рассмотрены в работах [1–3] для случая конического четырехгранного индентора Виккерса или такого же индентора, используемого при испытаниях на микротвердость. Согласно этим теориям при стандартном угле заточки индентора 136° твердость по Виккерсу HV равна утроенному значению напряжения течения при 8% деформации σ_8 при испытании на одноосное растяжение или сжатие:

$$HV/\sigma_8 = 3. \quad (1)$$

Подобное соотношение соблюдается для испытаний на микроиндентирование. В этом случае пределы текучести ставятся в соответствие с микротвердостью. Для однофазных материалов достаточно хорошо выполняется соотношение $H_\mu/\sigma_8 = 3$, где H_μ – микротвердость материала.

Приведенные соотношения неоднократно проверялись экспериментально и хорошо работают для подавляющего большинства исследованных материалов. Очевидно, что соотношение между твердостью и пределом текучести не столь однозначно и зависит от скорости упрочнения на начальных стадиях деформации (от 0 до 8%). Коэффициент пропорциональности может изменяться от 4–6 для рекристаллизованных материалов до 3.2–3.8 – для деформированных.

При изменении угла заточки индентора экспериментально определенное значение твердости будет соответствовать утроенному напряжению течения, но при другой степени деформации, величина которой определяется из соотношения

$$e = \ln \sin \gamma, \quad (2)$$

где e – деформация, γ – угол заточки индентора.

Это выражение было использовано Ю.В. Мильманом с сотрудниками [3] для построения обобщенной кривой упрочнения, полученной путем объединения в одну зависимость значений твердости, найденных для инденторов разной остроты. Таким образом, исследования твердости позволяют получить полезную информацию о механическом поведении материалов, а правильная интерпретация результатов дает возможность вплотную приблизиться к оценке стандартных механических характеристик.

В работах [4,5] такой метод был использован для исследования механического поведения деформированного титана. Авторами [4] изучено влияние степени предварительной деформации на твердость и предел текучести прокатанного титана (рис. 1).

Из рисунка видно, что отношение твердости к пределу текучести для материала с малой деформацией (до $e = 0.5$) значительно превосходит теоретическое соотношение теории твердости (1) из-за большой разницы между пределом текучести и напряжением σ_8 . Однако при увеличении степени

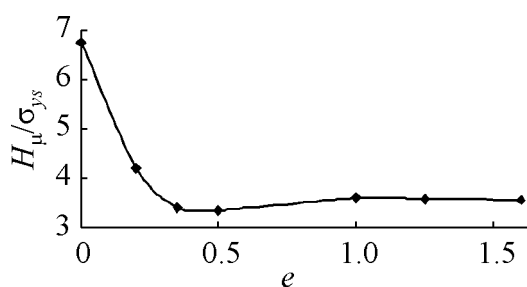


Рис. 1. Параметры H_{μ}/σ_{ys} для случая восстановленной твердости

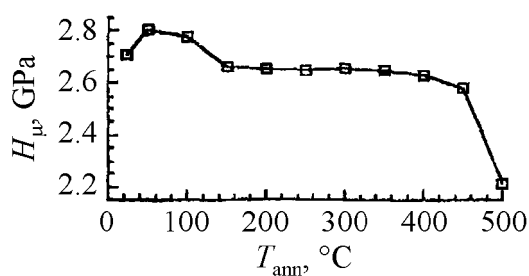


Рис. 2. Температурная зависимость твердости титана, продеформированного по схеме Виккерса [5]

предварительной деформации эта величина приближается к теоретическому значению, поскольку предел текучести деформированного материала приближается к напряжению течения при 8%. Этот результат полезен для оценки величины предела текучести по значениям твердости в сильнодеформированных материалах.

В работе Р.З. Валиева с сотр. [5] исследовалось влияние предварительного нагрева на твердость образцов титана, подвергнутого равноканальному угловому (РКУ) прессованию. Представленные на рис. 2 результаты свидетельствуют о том, что изменение температуры отжига от комнатной до 400°C практически не влияет на твердость, но при последующем повышении температуры до 500°C микротвердость уменьшается. Этот результат важен с научной точки зрения для определения пределов устойчивости деформационной субструктуры и с практической – для нахождения оптимальных условий термомеханической обработки. Согласно данным [5] предел текучести исследованного РКУ-прессованного титана $\sigma_{0,2} = 720$ МПа. Тогда искомое отношение между пределом текучести и твердостью составляет $H_{\mu}/\sigma_{0,2} = 2680/720 = 3.7$.

В настоящей статье предлагается дальнейшее развитие этих представлений с использованием оригинальной методики испытания на твердость образцов, предварительно продеформированных по схеме одноосного растяжения. В этом случае на разных участках образца возникает разная степень деформации: в головке образец не деформирован, в области равномерного формоизменения образца деформация мала, в области шейки она резко возрастает. Таким образом, в пределах одного образца можно изучать влияние температуры и степени деформации на твердость и, как следствие, на особенности структурных перестроек материала.

Материал и методика

Материалом для исследования служил сплав титана технической чистоты ВТ1-0, из которого изготавливали цилиндрические образцы на одноосное растяжение: диаметр 3 mm, длина рабочей части 20 mm. После испытания образцы разрезали вдоль оси растяжения, на них в продольном сечении го-

товили шлиф, после чего методом фотометрирования определяли деформацию в каждом сечении. Измерение проводили в восьми выбранных поперечных сечениях, находящихся на разных расстояниях от центра шейки. Для каждого сечения была рассчитана величина истинной деформации

$$e = \ln(S_0/S_k) = 2\ln(d_0/d_k), \quad (3)$$

где d_0 – начальный диаметр образца, d_k – диаметр образца в данном сечении после испытания. В выбранных сечениях от центра образца к краю с помощью прибора ПМТ-3 был нанесен ряд уколов. Чтобы поля от соседних уколов не перекрывались, расстояние между уколами составляло не менее 5 размеров отпечатков. Микротвердость измеряли при нагрузке 20 г, размер отпечатков составлял 10–20 μm . Поэтому расстояние между уколами составляло примерно 120 μm , а количество уколов в каждом сечении – от 9 до 17 (в зависимости от диаметра исследуемого сечения).

Результаты экспериментов

Данные о распределении микротвердости по сечениям исследованного образца, предварительно испытанного на одноосное растяжение, представлены в табл. 1.

Таблица 1

Распределение микротвердости по сечениям образца, исследованного после испытаний на одноосное растяжение

d_k	E	H_{μ}, GPa																	
		0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	max	average	
1.56	1.78	2.7	2.3	2.6	2.5	2.3	2.8	2.7	2.6	2.9	–	–	–	–	–	–	2.9	2.7	
1.63	1.68	2.7	3.0	2.9	2.8	2.8	2.9	2.4	2.5	2.5	–	–	–	–	–	–	3.0	2.7	
1.65	1.6	3.3	2.7	2.6	2.7	2.7	2.6	2.7	2.4	2.3	–	–	–	–	–	–	3.3	2.7	
1.68	1.5	2.6	2.8	2.5	2.4	2.4	2.8	2.6	2.5	2.3	2.1	–	–	–	–	–	2.8	2.6	
1.86	1.1	2.5	2.8	2.4	2.9	2.9	2.3	2.6	2.7	2.9	2.4	2.6	1.8	–	–	–	2.9	2.5	
2.7	0.5	2.5	2.1	2.1	2.4	2.4	2.7	2.4	2.3	2.4	2.7	2.4	2.6	2.3	2.3	2.2	2.7	2.3	
2.85	0.25	2.1	2.3	2.1	2.3	2.3	2.3	2.3	2.0	2.0	2.0	1.9	2.1	1.9	2.0	1.9	2.3	2.2	
3	0	2.1	2.3	2.1	2.3	2.3	2.3	2.3	2.0	2.0	2.0	2.0	2.9	2.1	1.9	2.0	1.9	2.3	2.1

По средним значениям построен график изменения микротвердости от степени деформации (рис. 3). График представляет собой восходящую кривую за исключением последней точки, где твердость измерялась на участке предразрушения. Рост твердости с повышением степени деформации связан с деформационным упрочнением материала, а уменьшение значения твердости в последней точке можно объяснить увеличением пористости, которая предшествует формированию ямочного излома в титане при одноосном растяжении.

По такой же методике была исследована твердость в образцах титана, испытанных на одноосное растяжение при более высоких (100–200°C) температурах. Результаты этих экспериментов представлены на рис. 4 в виде зависимости

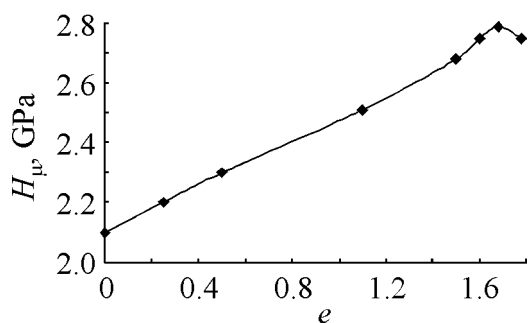


Рис. 3. Зависимость микротвердости от степени деформации

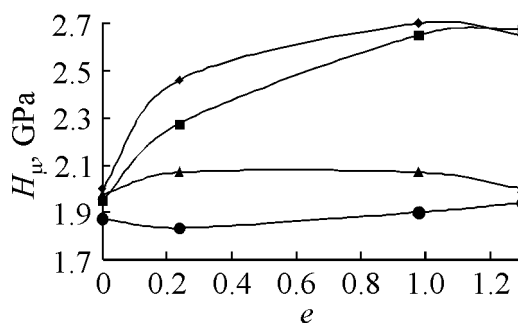


Рис. 4. Зависимость микротвердости от степени деформации для образцов, испытанных на растяжение при разных температурах, °С: ◆ – 20, ▲ – 100, ● – 200, ■ – образец, испытанный при комнатной температуре и отожженный после испытания при 200°С

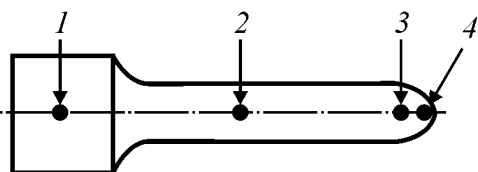


Рис. 5. Характерные точки образца: 1 – его головке; 2 – на участке равномерной деформации; 3 – в области шейки; 4 – в области шейки на участке предразрушения

твердости от деформации. Для простоты на графике приведены значения твердости в наиболее характерных точках (см. рис. 5): в головке образца (1), где деформация отсутствует; на участке равномерной деформации (2), где деформация 0.25; в области шейки (3), где деформация 0.9; в области шейки на участке предразрушения (4), где деформация 1.35.

Из полученных данных следует, что незначительное повышение температуры деформации до 100 и 200°С практически полностью нивелирует процесс упрочнения (т.е. зависимость твердости от степени деформации практически отсутствует). По-видимому, одноосное растяжение при этих температурах сопровождается процессами интенсивного динамического возврата деформационной структуры. Особо отметим, что данный эффект имеет динамическую природу, т.е. релаксация наступает в результате взаимодействия подвижных дислокаций. В пользу этого вывода свидетельствуют результаты испытания образца, растянутого при комнатной температуре и дополнительно нагретого до 200°С. Как видно из графика, в этом случае зависимость твердости от степени деформации практически совпадает с зависимостью, полученной на образце, испытанном при комнатной температуре. Такое совпадение свидетельствует об отсутствии статического возврата при нагреве деформированного образца на 200°С.

Подобный эксперимент был проведен нами на предварительно деформированных образцах титана. В первом случае исследовали образцы, подвергнутые винтовой экструзии (ВЭ) по схеме 4 прохода при 400°С и один при комнатной температуре, во втором – образцы, прокатанные до большой степени деформации ($e = 1.7$) при комнатной температуре. Из деформирован-

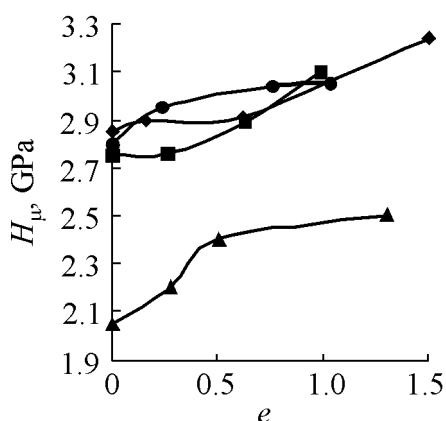


Рис. 6. Влияние деформации растяжения на микротвердость титана, предварительно продеформированного методом ВЭ при разных температурах, °С: ● – 20, ◆ – 200, ■ – 400, ▲ – 500

Из приведенных данных видно, что в районе шейки образцы существенно упрочняются. Их твердость растет приблизительно на 20%. Эти результаты подтверждают известные положения теории интенсивной пластической деформации о положительной роли одноосных схем нагружения при повторной деформации. Из данных, представленных на рис. 6, следует, что приложение нагрузки по одноосной схеме (одноосное растяжение) ведет к увеличению упрочнения аналогично тому, как это имеет место в экспериментах при прокатке образцов, предварительно деформированных методом РКУ-прессования [6]. Численные значения предела текучести можно оценить по значению твердости из соотношения $\sigma_{0.2} \sim H_{\mu}/3.7$. Значение предела текучести в области больших деформаций в районе шейки можно оценить величиной 900 МПа, тогда как в области захвата, где пластическая деформация отсутствует, предел текучести приблизительно равен 700 МПа.

На рис. 7 показано влияние температуры испытания (методом растяжения) на твердость на разных участках образца. При температурах от комнатной до 400°C включительно твердость образцов как в области захвата, так и в области шейки практически не изменяется с повышением температуры испытания. Лишь при температуре 500°C твердость уменьшается, причем одинаково как в районе шейки, так и в районе захвата.

Полученные данные важны с точки зрения анализа влияния повторной деформации на свойства образцов, продеформированных ВЭ. Отсутствие разупрочнения в образцах, продеформированных при высоких (300–400°C) температурах, свидетельствует о стабильности деформационной

ных заготовок вырезали образцы на одноосное растяжение, материалы испытывали в диапазоне 20–500°C, после чего проводили испытания на твердость по вышеописанной методике.

Результаты испытаний образцов после ВЭ приведены на рис. 6.

Поскольку испытания на растяжение были проведены в широком диапазоне температур, возникла возможность не только проанализировать влияние деформации растяжения на свойства предварительно продеформированных образцов, но и оценить влияние температуры испытаний на процессы, которые происходят в разных участках образцов: в зоне захвата (т.е. там, где происходит статический возврат) и в рабочей части образца (где идет динамический возврат).

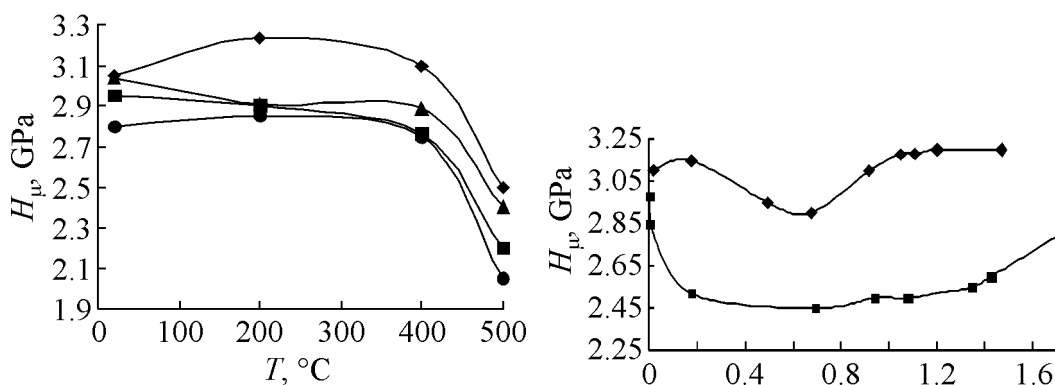


Рис. 7. Влияние температуры на микротвердость титана, предварительно продеформированного методом ВЭ при растяжении ϵ : ● – 0, ■ – 0.15–0.25, ▲ – 0.40–0.50, ◆ – 0.63–0.78

Рис. 8. Влияние деформации растяжения на микротвердость титана, предварительно продеформированного прокаткой при 300 (◆) и 500°C (■)

наноструктуры не только к статическому, но и динамическому возврату. Разупрочнение образца при 500°C одинаково как в зоне его головки, где идет статический возврат, так и в зоне шейки, где идет динамический возврат. Это может свидетельствовать о том, что влияние температуры весомее, чем влияние последующей деформации на релаксацию структуры образцов, полученных методом ВЭ.

В образцах, предварительно продеформированных прокаткой, проанализирована твердость после испытания на растяжение при 300 и 500°C (рис. 8). Отличительной чертой зависимостей твердости от степени деформации материалов, продеформированных по схеме прокатка + одноосное растяжение, является снижение твердости в области средних деформаций на растяжение. По-видимому, взаимодействие деформационной субструктуры, сформированной прокаткой, с дислокациями, формирующимися при одноосном растяжении, приводит к аннигиляции дефектов на ранних и средних стадиях деформаций. Однако при больших степенях деформации преобладающим становится процесс деформационного упрочнения.

Абсолютные значения твердости образцов, продеформированных ВЭ (см. рис. 6) и прокаткой (рис. 8), соизмеримы. В обоих случаях разупрочнение наблюдается только при 500°C. В этом смысле деформированные состояния сильно отличаются от рекристаллизованных, где, как было показано на рис. 4, процесс динамического возврата интенсивно протекает уже при температурах 100 и 200°C.

Как отмечалось ранее, исследование твердости приобретает особое значение при изучении градиентных деформационных структур, где деформация изменяется постепенно от поверхности в глубь образца. В этом смысле особый интерес представляют данные об изменении твердости в сечении

образца, подвергнутого ВЭ. При такой схеме деформации в приповерхностном слое происходит наложение двух схем интенсивной пластической деформации: на схему объемной ВЭ, действующей во всем объеме заготовки, накладывается схема сдвиговой деформации, возникающая у поверхности прессовки вследствие взаимодействия инструмента пресс-формы с приповерхностной частью образца. Таким образом, реализуется особый вид интенсивной деформации, при котором сдвиг формируется одновременно по двум различным направлениям.

Для анализа изменения твердости по направлению от поверхности в глубь образца, продеформированного методом ВЭ, был изготовлен шлиф в плоскости, перпендикулярной оси прессования. Испытания на твердость проводили аналогично эксперименту, описанному выше. В эксперименте определяли твердость в приповерхностной зоне заготовок, продеформированных ВЭ, и глубину слоя с повышенной твердостью.

В табл. 2 приведены значения твердости в областях боковой поверхности и примыкающей к ребру образца, а также в объеме титановой заготовки после ВЭ по режиму: 4 прохода при 400°C и 1 проход при 20°C. Как видно из таблицы, суперпозиция двух схем интенсивной пластической деформации позволяет существенно повысить твердость деформированного материала: если в объеме заготовки твердость находится на уровне 2700 МПа, то на боковой грани она повышается до 3500 МПа, а в области ребра – до 3750 МПа. Глубина залегания слоя с повышенной твердостью до 1 мм. По аналогии с предыдущим случаем величину предела текучести и напряжения течения при деформации на 8% для разных участков прессовки можно оценить по найденным значениям твердости (табл. 2). Из полученных результатов следует, что приповерхностная интенсивная пластическая деформация титанового образца, подвергаемого ВЭ, приводит к его дополнительному упрочнению до значения 1000 МПа на пределе текучести и 1250 МПа при деформации на 8%.

Таблица 2

**Механические характеристики титановой заготовки после ВЭ по режиму:
4 прохода при 400°C и 1 проход при 20°C**

Участок заготовки	Механические характеристики				
	глубина слоя, μm	значение твердости	разброс значений твердости	$\sigma_{0.2}$	σ_8
МПа					
Область боковой поверхности	660	3500	3200–3950	946*	1166*
Область, примыкающая к ребру	1000	3750	3200–4850	1000*	1250*
Объем	–	2500	2400–2900	750	850

* Расчетные значения.

Выводы

1. Разработана методика анализа влияния температуры и степени одноосной деформации на твердость. Для реализации этой методики образцы, испытанные на одноосное растяжение, разрезаются вдоль оси растяжения, на них в продольном сечении готовится шлиф, и методом фотометрирования определяется деформация в каждом сечении. В нескольких поперечных сечениях шлифа измеряется твердость и устанавливается соответствие между твердостью и степенью деформации.

2. В образцах рекристаллизованного титана, испытанных на растяжение при комнатной температуре, твердость монотонно возрастает со степенью деформации, за исключением области, соответствующей предразрушению образца, где твердость несколько падает из-за наличия пор деформационного происхождения.

3. Повышение температуры испытания рекристаллизованного титана до 100–200°C приводит к резкому понижению значения твердости на участке равномерной деформации и в области шейки образца. Наблюдаемое падение твердости связано с протеканием эффекта динамического возврата деформационной субструктуры.

4. Деформационная субструктура, сформированная методом ВЭ, сохраняет свою устойчивость после дальнейшего одноосного растяжения при температурах от 20 до 400°C, что проявляется в неизменности значения твердости в области равномерной деформации и некотором ее повышении в области шейки. При 500°C наблюдается явление возврата, при этом роль температуры (статический возврат) преобладает над деформационными процессами (динамический возврат).

5. Анализ изменения твердости на приповерхностных участках заготовок, подвергнутых ВЭ, показал, что суперпозиция двух одновременно действующих схем интенсивной пластической деформации позволяет значительно повысить параметры упрочнения деформированного титана.

1. В.К. Григорович, Твердость и микротвердость металлов, Наука, Москва (1976).
2. М.М. Хрущев, Е.С. Беркович, Микротвердость, определяемая методом вдавливания, Наука, Москва (1951).
3. Ю.В. Мильман, Новые методики микромеханических испытаний материалов методом локального нагружения жестким индентором, Наукова думка, Киев (1999), стр. 637–656.
4. Е.М. Борисовская, Ю.Н. Подрезов, В.Ф. Горбань, В.Б. Воропаев, К.А. Гогаев, С.А. Фирстов, Электронная микроскопия и прочность материалов № 13, 87 (2006).
5. V. Stolyarov, Y. Zhu, R. Valiev, Mat. Sci. Eng. **A299**, 59 (2001).
6. Е.М. Борисовская, Д.Г. Вербило, В.А. Писаренко, Ю.Н. Подрезов, В.А. Назаренко, Я.И. Евич, В.И. Копылов, ФТВД **17**, № 2, 110 (2007).

Ю.М. Подрезов, Н.Д. Рудик, В.І. Даниленко, Р.Ю. Кулагін, О.В. Решетов,
Я.Ю. Бейгельзімер

ТВЕРДІСТЬ ДЕФОРМОВАНОГО ТИТАНУ, ОТРИМАНОГО РІЗНИМИ ДЕФОРМАЦІЙНИМИ СХЕМАМИ

Розроблено методику аналізу впливу температури і ступеня одновісної деформації на твердість. Методика заснована на вимірюванні твердості в подовжньому перетині зразка після його випробування на одновісне розтягування. Проведено комплекс досліджень на титані технічної чистоти в рекристалізованому стані і після різних деформаційних обробок. Досліджено вплив температури одновісного розтягування і ступеня деформації на значення твердості зразків, які знаходяться в різних структурних станах.

Ключові слова: твердість, одновісне розтягування, гвинтова екструзія, ступінь деформації, термічна стабільність

*Yu.N. Podrezov, N.D. Rudyk, V.I. Danilenko, R.Yu. Kulagin, A.V. Reshetov,
Ya.E. Beygelzimer*

HARDNESS OF DEFORMED TITANIUM PRODUCED BY DIFFERENT DEFORMATION SCHEMES

A technique of analysis of uniaxial deformation level and temperature influence on hardness is developed. The technique is based on hardness measuring in longitudinal cross-section of specimen previously subjected to uniaxial tension. A series of investigations of commercially pure titanium both in recrystallized state and after various deformation treatments were carried out. Both temperature of uniaxial tension and deformation level influence on hardness value of specimens in different structural states were investigated.

Keywords: hardness, uniaxial tension, twist extrusion, deformation degree, thermostability

Fig. 1. Characteristic H_{μ}/σ_{ys} for restored hardness case

Fig. 2. Temperature dependence of titanium hardness after Vickers deformation [5]

Fig. 3. Microhardness dependence on deformation ratio

Fig. 4. Microhardness dependence on deformation ratio for billets after uniaxial tension test at different temperatures, °C: ♦ – 20, ▲ – 100, ● – 200, ■ – specimen tested at room temperature and annealed after test at 200°C

Fig. 5. Characteristic points of the specimen: 1 – end; 2 – homogeneous strain zone; 3 – neck zone; 4 – neck zone in the region of predamage beginning

Fig. 6. Influence of tensile deformation on microhardness of titanium previously exposed to twist extrusion at different temperatures, °C: ● – 20, ♦ – 200, ■ – 400, ▲ – 500

Fig. 7. Influence of temperature on microhardness of titanium specimen previously exposed to twist extrusion at tension ϵ : ● – 0, ■ – 0.15–0.25, ▲ – 0.40–0.50, ♦ – 0.63–0.78

Fig. 8. Influence of tensile deformation on microhardness of titanium specimen previously exposed to rolling at 300 (♦) and 500°C (■)