

PACS: 81.40.-z

С.П. Малышева<sup>1</sup>, Г.А. Салищев<sup>1</sup>, С.Я. Бецоффен<sup>2</sup>

## ПОЛУЧЕНИЕ ЛИСТОВЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ ТЕХНИЧЕСКОГО ТИТАНА С СУБМИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ СТРУКТУРОЙ И ИХ МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА

<sup>1</sup>Институт проблем сверхпластичности металлов РАН  
ул. С. Халтурина, 39, г. Уфа, 450001, Россия  
E-mail: svufa@imsp.da.ru

<sup>2</sup>МАТИ – Российский государственный технологический университет  
им. К.Э. Циолковского  
Москва, Россия

*Исследованы особенности изготовления листовых полуфабрикатов с субмикроструктурной (СМК) структурой из технического титана ВТ1-0. Предварительно СМК-структура была получена в заготовках теплой всесторонней интенсивной пластической деформацией (ИПД). Заготовки имеют смешанную микроструктуру – наблюдаются высокая плотность дислокаций, зерна, субзерна, элементы полосовой структуры, участки с мелкими (0.1 мкм) и крупными (до 1–2 мкм) зернами. В образцах имеется слабая текстура. Для увеличения пластичности заготовки отжигали при температуре возврата. Изготовлены ленты толщиной 0.8 мм и фольги толщиной 0.1 мм прокаткой при комнатной температуре. В процессе прокатки структура лент и фольг дополнительно измельчается, становится более однородной, в полуфабрикатах формируется типичная текстура прокатки. Тип текстуры не зависит от размера зерен заготовки, но в СМК-титане формируется базисная текстура при меньших степенях деформации. Ленты и фольги из СМК-титана обладают высокими механическими свойствами, которые приближаются к свойствам двухфазных титановых сплавов.*

В промышленности технический титан используется в основном для изготовления листовых полуфабрикатов, сочетающих высокие механические свойства с малым удельным весом и повышенной коррозионной стойкостью. Дополнительное упрочнение листов может быть достигнуто формированием в них микроструктуры с размером зерен в десятые и сотые доли микрометра, называемой соответственно субмикро- или нанокристаллической (НК) [1]. Такая микроструктура не может быть получена обычной прокаткой. Для изготовления листовых полуфабрикатов необходимо использовать заготовки с предварительно созданной СМК-структурой, а режимы

прокатки должны обеспечивать ее сохранение. Для получения крупногабаритных заготовок с СМК-структурой используются методы ИПД. Однако измельчение микроструктуры, повышая прочность титана, одновременно ведет к заметному снижению пластичности, особенно равномерной деформации [2]. Очевидно, последнее может потребовать изменения режимов прокатки листов с СМК-структурой, но данные об особенностях такой прокатки в литературе практически отсутствуют.

Целью настоящей работы являлось исследование влияния холодной прокатки на структуру и механические свойства ленты и фольги из технического титана с СМК-структурой.

Материалом исследования служил технический титан марки ВТ1-0 следующего химического состава, mass%: Ti – основа, Al – 0.3; Fe – 0.3; Si – 0.1; O – 0.20; C – 0.07; N – 0.04; H – 0.01; прочие – 0.3 с кислородным эквивалентом  $O_{eq} = 0.33 \text{ mass\%}$ . СМК-состояние получали ИПД – теплой всесторонней изотермической деформацией (ВИД) с постепенным снижением температуры в интервале 600–400°C при скорости деформации  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [2]. Каждый температурный этап деформации включал многократное проведение операций осадки и протяжки со сменой оси заготовки. В результате были получены массивные заготовки размером 30×50×60 mm, из которых вырезали образцы толщиной 3 mm для прокатки в ленту толщиной 0.8 mm и фольгу толщиной 0.1 mm. Дополнительно были получены ленты с крупнокристаллической (КК) (30  $\mu\text{m}$ ) и микроструктурной (МК) (5  $\mu\text{m}$ ) структурами. Прокатку вели при комнатной температуре на прокатном стане ЛИС6/200. Степень деформации определяли как отношение разности конечной и исходной толщин к исходной толщине.

Структурные исследования выполняли на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2000EX при ускоряющем напряжении 160 кV. Изучение текстуры проводили путем съемки и построения обратных полюсных фигур (ОПФ), используя дифрактометр ДРОН-3М. Механические свойства определяли растяжением плоских образцов на машине «Инстрон» при комнатной температуре со скоростью деформирования 1 mm/min. Плотность оценивали гидростатическим взвешиванием с использованием аналитических весов ВЛР-200, имеющих номинальную чувствительность  $10^{-5} \text{ g}$ .

Микроструктура титана после ВИД представлена на рис. 1,а. Видно, что четко определяемая зеренная структура в основном отсутствует, отмечаются значительные упругие искажения, наблюдаются зерна различных размеров, в крупных зернах определяются субзерна. В структуре обнаруживаются протяженные полосы, пересекающие десятки зерен (субзерен). Присутствие элементов полосовой структуры связано с особенностями формирования СМК-структуры титана в ходе ВИД [3], когда измельчение структуры идет во время пластического течения в результате образования и развития границ деформационного происхождения. Средний размер фрагментов и зерен в трех взаимно перпендикулярных сечениях заготовки, определенный по темнопольным

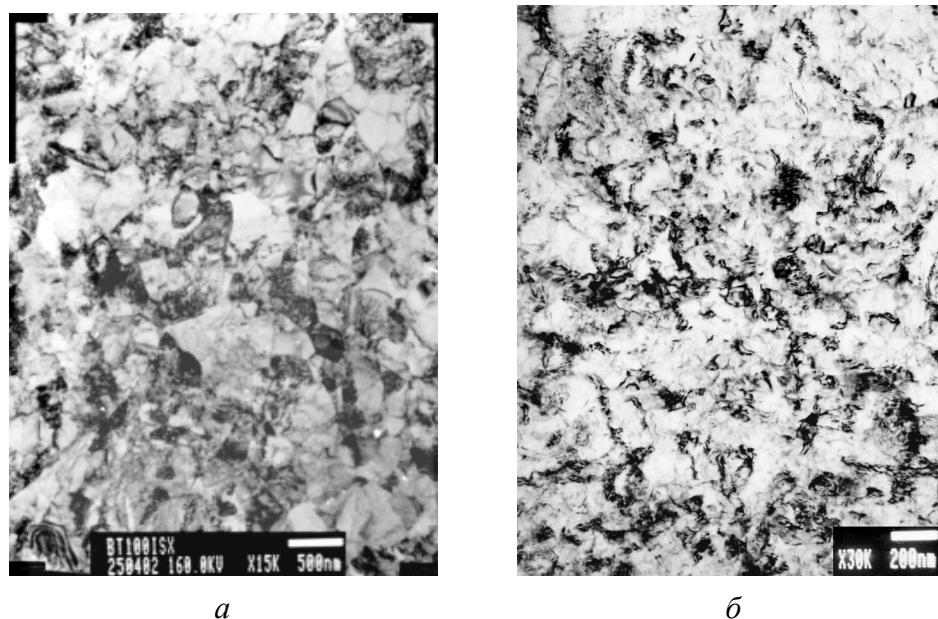


Рис. 1. Микроструктура СМК-титана после ВИД (а) и холодной прокатки на  $\epsilon = 75\%$  (б)

изображениям, равен 0.2; 0.22 и 0.25  $\mu\text{m}$ . Отметим, что размер крупных зерен достигает 2  $\mu\text{m}$ , объемная доля зерен размером 1–2  $\mu\text{m}$  – 30%. Электронно-микроскопический анализ микроструктуры показал, что в СМК-титане присутствуют дисперсные частицы  $\text{Ti}_5\text{Si}_3$  и  $\text{Ti}_2\text{Fe}$  размером 50–80 nm, объемная доля которых не превышает 1%. Эти частицы выделяются в процессе динамического деформационного старения при подготовке СМК-структуры [4].

Измерение плотности образцов СМК-титана после ВИД показало значение  $\rho = 4.483 \pm 0.002 \text{ g/cm}^3$ , которое на 0.5% меньше плотности КК- и МК-титана ( $\rho = 4.505 \pm 0.003 \text{ g/cm}^3$ ). В работе [5] установлено, что уменьшение плотности СМК-титана связано со значительной объемной долей в нем приграничных участков зерен с атомно-разупорядоченной структурой.

Рентгеноструктурный анализ СМК-образцов, вырезанных в трех ортогональных направлениях, показал, что они имеют слабую кристаллографическую текстуру – наблюдаются слабая текстура призматического типа в обоих направлениях растяжения при последней осадке и слабо выраженная базисная текстура в плоскости сжатия.

В табл. 1 представлены механические свойства титана в различных состояниях. Видно, что при уменьшении зерен до СМК-величин резко (в 2 раза) возрастают прочностные показатели. В то же время наблюдается снижение относительного удлинения, в особенности равномерной деформации.

Для увеличения пластичности при прокатке и снятия внутренних напряжений требуется отжиг, причем его температура должна сохранять СМК-структуру в образцах. На рис. 2 приведена зависимость изменения микротвердости и размера зерен СМК-титана от температуры отжига продолжительностью 1 h.

Таблица 1

Механические свойства титана ВТ1-0 в различных состояниях

Состояние	HV, МПа	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_{\text{uts}}$ , МПа	$\delta$ , %	$\delta_p$ , %	$\psi$ , %
КЗ	950/2141	275/570	420/720	29/13	17/-	73/60
МК	1670/2465	360/667	450/788	-/14	-/-	-/61
СМК	2460/2727	685/714	730/872	18/18	7/-	63/63

Примечание. В числителе – значения до прокатки, в знаменателе – после холодной прокатки на  $\varepsilon = 75\%$ .

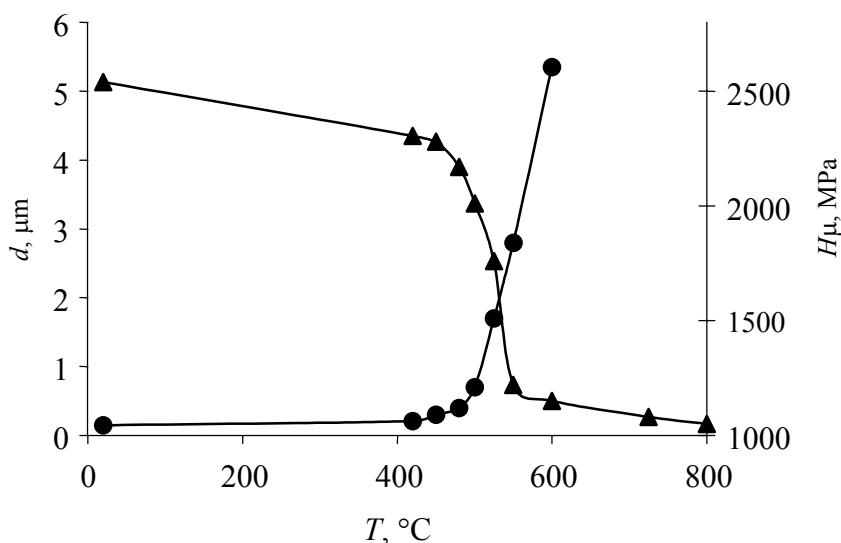


Рис. 2. Зависимость микротвердости (—▲—) и размера зерен  $d$  (—●—) от температуры отжига СМК-титана

Видно, что СМК-образцы после ВИД имеют микротвердость около 2500 МПа, и при повышении температуры отжига до 450°C она снижается незначительно – до 2200 МПа. В то же время размер зерен достигает величины 0.35 μm. В интервале температур от 450 до 550°C наблюдаются сильное (до 1200 МПа) снижение микротвердости и интенсивный (до 2.8 μm) рост зерен. Последующее увеличение температуры отжига слабо влияет на микротвердость. После отжига при 800°C ее значение снижается до 980 МПа, а размер зерен  $d = 30 \mu\text{m}$ . Исходя из полученных результатов, в качестве предварительного перед прокаткой был выбран отжиг при  $T = 420^\circ\text{C}$ . В этом состоянии рост зерен незначителен ( $d = 0.25 \mu\text{m}$ ), тело большей части зерен свободно от дислокаций.

Отжиг СМК-образцов ведет к восстановлению плотности материала. Так, после отжига: при 450°C изменение плотности по сравнению с КК-титаном составляет 0.28% ( $\rho = 4.492 \pm 0.004 \text{ g/cm}^3$ ); при 500°C оно сокращается до 0.07% ( $\rho = 4.502 \pm 0.003 \text{ g/cm}^3$ ); при 800°C значение плотности ( $\rho = 4.504 \pm 0.002 \text{ g/cm}^3$ ) возвращается к плотности КК-материала.

Рентгеноструктурный анализ показал, что в образцах СМК-титана после отжига при 420°C исходная размытая базисная текстура еще несколько ослабевает, а после отжига при 800°C она отсутствует.

Заготовки с СМК-, МК- и КК-структурами были деформированы на 25; 50 и 75%. В ленте с СМК-структурой после деформации 75% на боковой поверхности появились трещины, в то же время в заготовках с крупнозернистой (КЗ) и МК-структурами трещины не образовывались до деформации 90%. Таким образом, допустимые деформации при прокатке СМК-титана меньше, чем в обычном материале. Поэтому после 70% деформации для титана с СМК-структурой необходимо проводить промежуточный отжиг.

Микроструктурные исследования СМК-ленты, деформированной на 75%, показали, что крупные зерна, которые присутствовали в исходной заготовке, не наблюдаются, при прокатке зерна и субзерна еще более измельчаются (до 0.08  $\mu\text{m}$ ), их равноосность сохраняется (см. рис. 1,б). В структуре имеются значительные упругие искажения, наблюдается полосчатость. В МК- и КК-образцах титана после прокатки зерна вытянутые, внутри них выявляется субструктура. Анализ ОПФ, снятых с плоскости прокатки лент с СМК- и КК-структурой, показал, что при прокатке формируется текстура базисного типа, причем в СМК-состоянии интенсивность формирования текстуры выше. Так, после деформирования на 25% полюсная плотность базисного компонента  $P_{002} = 4.2$  для СМК-образцов и  $P_{002} = 2.1$  для КЗ. И, кроме того, в СМК-титане наиболее заметно различие между базисной ориентацией и ориентациями, удаленными от базисного компонента. При увеличении степени деформации отмеченная разница уменьшается, и при  $\epsilon = 75\%$  текстуры СМК- и КК-образцов близки.

Интегрированную оценку изменения текстуры при деформации дает зависимость, представленная на рис. 3. Здесь острота текстуры  $F$  вычислялась как среднеквадратическое отклонение полюсной плотности  $P_{hkl}$  от единицы, соответствующей бестекстурному состоянию. Видно, что в СМК-титане формируется базисная текстура при меньших степенях деформации. Объяснить полученный результат можно, по-видимому, тем, что, поскольку деформация СМК-материала развивается за счет образования и распространения

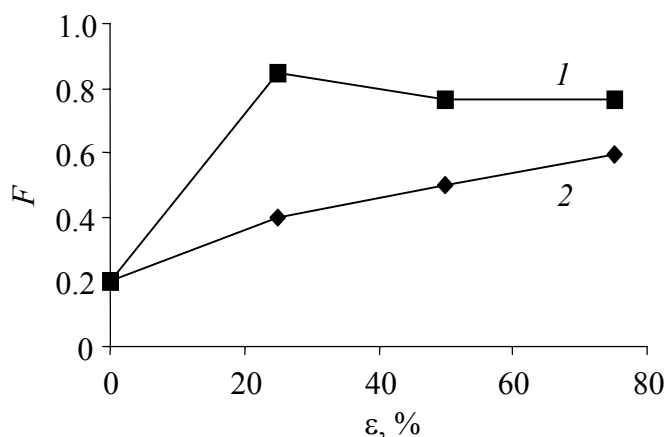


Рис. 3. Зависимость остроты текстуры в ленте с СМК- (1) и КЗ- (2) структурами от степени деформации при холодной прокатке

границ деформационного происхождения (согласно [6] развитие такого процесса свидетельствует о существенном ускорении деформационных процессов), то по этой причине острота текстуры в случае СМК-титана достигала максимального значения уже после первого этапа прокатки.

Механические свойства ленты с различным размером зерен, вырезанной вдоль направления прокатки, представлены в табл. 1. Видно, что прочностные свойства всех образцов после прокатки ( $\sigma_{0.2}$  и  $\sigma_{\text{uts}}$ ) существенно выше, чем в образцах титана до деформации. Хотя в СМК-титане ВТ1-0 прирост прочности меньше, чем у титана с большими размерами зерен, все же прочность СМК-титана в результате холодной прокатки увеличивается еще в 1.5 раза, достигая уровня прочности легированных титановых сплавов. При этом пластичность СМК-ленты сохраняется на том же уровне, в отличие от образцов из КК- и МК- титана после прокатки, где пластичность снижается.

Механические свойства СМК-фольги измерены на образцах, вырезанных в трех различных направлениях, и приведены в табл. 2. Видно, что в СМК-фольге наблюдается незначительная (до 15%) анизотропия свойств.

Таблица 2

**Влияние направления вырезки образцов из фольги титана с СМК-структурой на механические свойства**

Направление относительно оси прокатки	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_{\text{uts}}$ , МПа	$\delta$ , %	HV, МПа
Вдоль	820	1061	13	3099
Под углом 45°	773	940	11.8	
Поперек	718	865	9.1	

Измерения предельного угла загиба фольги показали, что фольга сгибается на 180° без разрушения. Согласно ОСТ 90027–71 требование по предельному углу загиба фольги титана составляет не менее 140° [7]. Важно, что такое технологическое свойство СМК-листовых полуфабрикатов, как угол загиба, оказывается на уровне листов с КК-структурой, обладающих более высокой пластичностью.

Плотность СМК-ленты равна 4.482 g/cm<sup>3</sup>, а СМК-фольги – 4.481 g/cm<sup>3</sup>, что соответственно на 0.51 и 0.53% меньше плотности КЗ-титана, как и у образцов до прокатки. Близкие значения плотности СМК-листовых полуфабрикатов и СМК-заготовок говорят о том, что холодная прокатка не приводит к формированию пор и трещин в заготовках.

Таким образом, результаты исследования показывают, что заготовки технического титана с предварительно полученной СМК-структурой могут быть использованы для изготовления листовых полуфабрикатов различной толщины. Листовые полуфабрикаты с СМК-структурой обладают высокими механическими и технологическими свойствами и могут применяться для изготовления различных изделий.

1. Р.З. Валиев, И.В. Александров, Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией, Логос, Москва (2000).
2. С.В. Жеребцов, Р.М. Галеев, О.Р. Валиахметов, С.П. Мальшиева, Г.А. Салищев, М.М. Мышляев, КШП №7, 17 (1999).
3. G.A. Salishchev, S.V. Zherebtsov, S.Yu. Mironov, M.M. Myshlyayev, R. Pippan, Adv. Eng. Mater. (2004) (в печати).
4. С.П. Мальшиева, Г.А. Салищев, Р.М. Галеев, В.Н. Даниленко, М.М. Мышляев, А.А. Попов, ФММ 95, № 4, 98 (2003).
5. G.A. Salishchev, R.M. Galeev, S.P. Malysheva, M.M. Myshlyayev, Nanostructured Materials 11, 407 (1999).
6. В.В. Рыбин, Большие пластические деформации и разрушение металлов, Металлургия, Москва (1986).
7. В.К. Александров, Н.Ф. Аношкин, Г.А. Бочвар, Полуфабрикаты из титановых сплавов, Металлургия, Москва (1979).

G.A. Salishchev, S.P. Malysheva, S.Ya. Betsofen

## PRODUCTION OF SHEET HALF-FINISHED PRODUCTS FROM TITANIUM WITH SUBMICROCRYSTALLINE STRUCTURE AND THEIR MECHANICAL PROPERTIES

Processing to manufacture sheet half-finished products with submicrocrystalline (SMC) structure from commercial titanium preforms produced by warm multiple severe plastic deformation (SPD) was studied. It is shown that microstructure in preforms is of mixed type: submicron-sized grains and subgrains (0.1  $\mu\text{m}$ ), coarse grains (up to 1–2  $\mu\text{m}$ ), banded structure are observed. The texture in preforms is weak prominent. For cold rolling of ribbons and foils to prevent fracture, the preforms should be annealed at temperatures of recovery. Ribbons, 0.8 mm thick, and foils, 0.1 mm thick, were produced from SMC titanium by rolling. During rolling the microstructure of ribbons and foils undergoes additional refinement, it becomes homogeneous and a basal type texture is formed. The type of texture does not depend on titanium grain size but in SMC titanium the formation of basal components of texture occurs at less strain. Ribbons and foils from titanium possess excellent mechanical properties, which are not below those of some two-phase titanium alloys.

**Fig. 1.** Microstructure of SMC-titanium after SPD (a), cold rolling up to 75% (b)

**Fig. 2.** Dependence of microhardness (—▲—) and grain size  $d$  (—●—) on annealing temperature of submicrocrystalline titanium

**Fig. 3.** Dependence of texture index in submicro- (1) and coarse-grained (2) titanium ribbons on reduction in pass at the cold rolling