

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКИ НА
МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ТЕХНИЧЕСКОГО
ТИТАНА ВТ1-0**

Р.Р. ХАЙРУЛЛИН¹, А.В. ПАНИН^{1,2}, А.И. КОЗЕЛЬСКАЯ², М.С. КАЗАЧЕНОК²

¹Томский политехнический университет

²Институт физики прочности и материаловедения СО РАН

E-mail: hairullin@list.ru

**A STUDY OF THE ULTRASONIC TREATMENT EFFECT ON
MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF
COMMERCIAL PURITY TITANIUM**

R.R. HAIRULLIN¹, A.V. PANIN^{1,2}, A.I. KOZELSKAYA², M.S. KAZACHENOK²

¹Tomsk Polytechnic University

²Institute of Strength Physics and Materials Science

E-mail: hairullin@list.ru

***Annotation.** This work presents a study of the ultrasonic treatment effect on microstructure and mechanical properties of as-received and recrystallized commercial purity titanium specimens by means XRD, EBSD and TEM. It was demonstrated that the dislocation density growth and the twins with special boundaries $\Sigma 7b$ and $\Sigma 11b$ increase within the surface grains during ultrasonic treatment depend on initial structural state of the titanium specimens. The relationship between the structural parameters change and the surface layer microhardness value of the titanium specimens subjected to ultrasonic treatment was shown. It was found that differences in the hardened surface layer depth and the surface microhardness of as-received and recrystallized titanium specimens result in the same yield and ultimate tensile strength increment during ultrasonic treatment.*

Введение. Наличие высоких удельной прочности, коррозионной стойкости, биоинертности и хладостойкости обуславливает широкое применение титановых сплавов в качестве перспективных конструкционных материалов в авиационно-космической и химической промышленности, а также в медицине [1]. Для повышения механических и физико-химических свойств материалов, в т. ч. и титановых сплавов, активно используются различные методы поверхностного упрочнения (химико-термическая обработка, поверхностная закалка, обработка электронным пучком, ионная имплантация и др.), среди которых благодаря относительной простоте технической реализации и низкой себестоимости можно отметить ультразвуковую обработку (УЗО). Хорошо известно, что воздействие индентора, колеблющегося с ультразвуковой частотой, позволяет в широких пределах изменять дислокационную субструктуру материала, измельчать зерна и субзерна до размеров нано- и субмикронного диапазона, формировать сжимающие напряжения в поверхностном слое материала и, тем самым, существенно улучшать физические и механические свойства конструкционных материалов, такие как твердость, предел текучести, износостойкость, усталостная прочность и коррозионная стойкость [2].

Следует отметить, что эффект от ультразвуковой обработки зависит как от параметров обработки, так и от исходного структурного состояния образцов. В работах [3,4], где в качестве материала для исследований авторами были взяты отожженный сплав Zr–1%Nb и закаленный сплав Zr–2.5%Nb, было показано, что в процессе ультразвуковой обработки у данных циркониевых сплавов наблюдается различная степень упрочнения. Более мягкий отожженный сплав Zr–1%Nb характеризуется большим приростом по твердости после ультразвуковой обработки, чем

более твердый закаленный сплав Zr–2.5%Nb. Аналогичный эффект большего повышения прочностных характеристик у изначально более мягкого материала после его ультразвуковой обработки установлен в исследованиях с образцами из различных марок стали [5,6]. В указанных исследованиях в повышении механических свойств материала отмечается роль дислокационного скольжения, измельчения зерен или выделения вторичных упрочняющих фаз. Однако влияние среднего размера зерна, плотности дислокаций и других структурных параметров материала на закономерности изменения его микроструктуры в процессе ультразвуковой обработки и связанного с этим повышения механической прочности к настоящему времени остается не ясным. Целью данной работы являлось исследование влияния исходного структурного состояния технического титана ВТ1-0 на изменение его микроструктуры и механических свойств в процессе ультразвуковой обработки.

Материалы и методика исследований. В качестве материала для исследований были выбраны образцы технически чистого титана марки ВТ1-0 (0.2 % Al, 0.4 % Zr, 0.3 % Mn, 0.01 % Cr, 0.06 % Si, 0.2 % Fe, 0.02 % Cu и 98.8 % Ti), взятые в состоянии поставки (холодная прокатка на 5%, затем отжиг при 650 °С в течение 1ч) и подвергнутые рекристаллизационному отжигу в вакууме при температуре 750 °С в течение 1 часа. Средний размер зерна образцов, находящихся в состоянии поставки составлял 40 мкм, а рекристаллизованных образцов – 100 мкм.

Ультразвуковую обработку образцов ВТ1-0 проводили инструментом, представляющим собой колебательную систему, состоящую из ультразвукового магнитострикционного преобразователя и волновода-концентратора, к торцу которого присоединен сферический индентор из твердого сплава марки ВК8. В процессе ультразвуковой обработки инструмент прижимается к обрабатываемой поверхности титановых образцов с силой 200 Н, совершая колебания с частотой ~22 кГц и амплитудой ~40 мкм. Диаметр индентора и скорость его движения вдоль образцов составляли 10 мм и 0,015 м/с, соответственно.

Микроструктуру образцов титана ВТ1-0 исследовали с помощью сканирующего электронного микроскопа LEO EVO 50 с системой регистрации дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) Oxford Instruments CHANNEL5. Рентгеноструктурные исследования образцов выполняли на дифрактометре ДРОН-7 с использованием CoK_{α} -излучения. Дефектную субструктуру исследуемых образцов определяли методами дифракционной электронной микроскопии тонких фольг на просвечивающем электронном микроскопе JEM-2100. Фольги изготавливались из пластин путем механического шлифования до толщины 0.2 мм, а затем электрополировкой в растворе утоняли до 200 нм.

Измерения микротвердости H_{μ} исследуемых образцов выполняли на микротвердомере “ПМТ-3” с нагрузкой 50 г.

Результаты исследований. По результатам EBSD-исследований установлено, что в исходном состоянии как в образцах, находящихся в состоянии поставки, так и в рекристаллизованных образцах, зерна имеют различную ориентацию. Ультразвуковая обработка титановых образцов приводит к уменьшению среднего размера поверхностных зерен в два раза, увеличению доли малоугловых границ (МУГ) и к формированию деформационных двойников с когерентными границами специального типа $\Sigma 7b$ и $\Sigma 11b$ (рисунок 1).

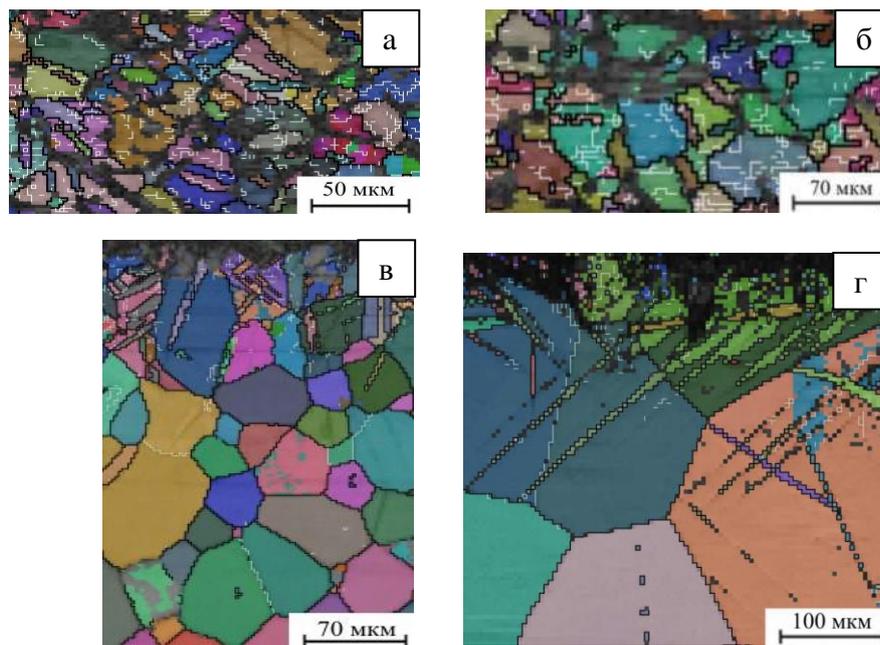


Рисунок 1 – EBSD – карты микроструктуры поверхности (а, б) и боковой грани (в, г) образцов BT1-0, находящихся в состоянии поставки (а, в) или рекристаллизованном состоянии (б, г) и подвергнутых последующей ультразвуковой обработке

Согласно полученным данным установлено, что после ультразвуковой обработки относительная доля МУГ в образцах BT1-0, находящихся в состоянии поставки, в три раза меньше, а доля двойникованных границ специального типа $\Sigma 7b$ и $\Sigma 11b$ в четыре раза больше, чем в рекристаллизованных образцах. Сравнительный анализ EBSD-карт боковой грани образцов BT1-0 продемонстрировал, что толщина модифицированного слоя образцов, находящихся в состоянии поставки, и рекристаллизованных образцов не превышает 70 мкм и 150 мкм, соответственно (рисунок 1, в, г).

Исследования, проведенные методом просвечивающей электронной микроскопии, показали, что плотность дислокаций в образцах BT1-0, находящихся в состоянии поставки, и в рекристаллизованных образцах составляет 10^9 и 10^8 см⁻², соответственно. Последующая ультразвуковая обработка приводит к росту плотности дислокаций в поверхностном слое (глубиной до 10 мкм) исследуемых образцов до 10^{10} см⁻².

Рентгеноструктурными исследованиями выявлено, что после ультразвуковой обработки в образцах BT1-0, находящихся в состоянии поставки, величина микроискажений кристаллической решетки и средний размер областей когерентного рассеяния (ОКР) составляют 0,3 % и 80 нм, соответственно. В свою очередь в рекристаллизованных образцах, подвергнутых ультразвуковой обработке, величина микроискажений и средний размер ОКР в два раза меньше, что можно объяснить меньшей долей двойникованных границ специального типа $\Sigma 7b$ и $\Sigma 11b$ и большей долей МУГ. Кроме того, установлено, что величина остаточных макронапряжений после ультразвуковой обработки не зависит от исходного состояния материала и составляет -210 МПа (Табл. №1).

Таблица 1 – Средний размер зерна D , средний размер ОКР d , макронапряжения σ и микроискажения ε в поверхностном слое образцов титана ВТ1-0 при различных видах обработки

Вид обработки	D , мкм	d , нм	σ , МПа	ε , %
Поставка	40	>200	-145	0,15
Поставка+УЗО	20	80	-210	0,3
Отжиг	100	>200	0	0
Отжиг+УЗО	50	40	-210	0,15

Как видно из рисунка 2, в предварительно рекристаллизованных образцах ВТ1-0 микротвердость на поверхности увеличивается на 900 МПа после ультразвуковой обработки. В свою очередь, в образцах, находящихся в состоянии поставки, после ультразвуковой обработки микротвердость на поверхности увеличилась только на 600 МПа. Глубина упрочненного слоя также определяется исходным структурным состоянием и составляет 70 и 150 мкм для образцов, находящихся в состоянии поставки, и для рекристаллизованных образцов, соответственно, что согласуется с данными EBSD-исследований боковой грани (рисунок 1, в, г).

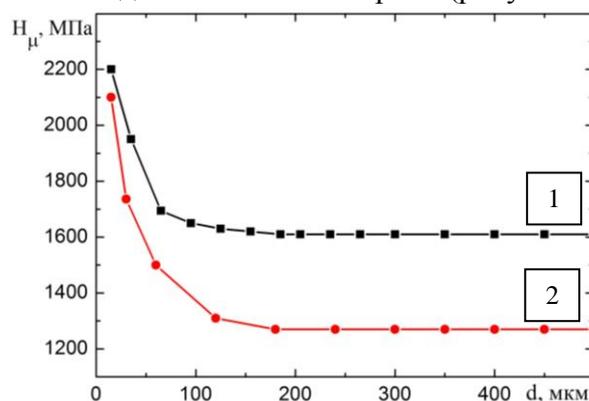


Рисунок 2 – Изменение микротвердости по глубине образцов ВТ1-0, подвергнутых ультразвуковой обработке, находящихся в состоянии поставки (1) и после рекристаллизационного отжига (2)

Несмотря на разную глубину упрочненного поверхностного слоя в рекристаллизованных образцах ВТ1-0 и образцах, находящихся в состоянии поставки, исследования на одноосное растяжение показало, что пределы прочности и текучести исследуемых образцов после ультразвуковой обработки увеличиваются на одну и ту же величину независимо от их исходного структурного состояния (рисунок 3).

Обсуждение результатов. На повышение микротвердости поверхностных зерен образцов ВТ1-0 после ультразвуковой обработки в общем случае влияют размер зерна, плотность дислокаций и двойников. Согласно известному закону Холла-Петча предел текучести поликристаллического материала возрастает с уменьшением среднего размера зерна. Средний размер зерна на поверхности образцов ВТ1-0 уменьшается после ультразвуковой обработки примерно в два раза независимо от исходного структурного состояния. В связи с этим объяснить больший прирост по микротвердости рекристаллизованных образцов большим уменьшением размера зерна не представляется возможным. Главной причиной более высокого прироста микротвердости в образцах, подвергнутых предварительному отжигу, является

больший на порядок прирост по плотности дислокаций в поверхностных зернах после ультразвуковой обработки. В то же самое время, в образцах, находящихся в состоянии поставки, также наблюдается существенное увеличение микротвердости поверхности после ультразвуковой обработки относительно исходного состояния. Данный эффект связан с более выраженным образованием двойников с границами типа $\Sigma 7b$ и $\Sigma 11b$ в поверхностных зернах данных образцов. Несмотря на то, что указанные двойники не являются эффективными барьерами для движения дислокаций [7], они вносят вклад в повышение микротвердости поверхности образцов ВТ1-0, находящихся в состоянии поставки, за счет увеличения микроискажений кристаллической решетки.

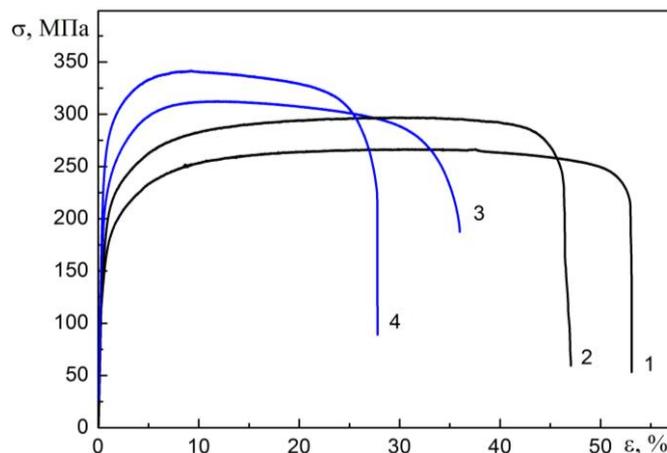


Рисунок 3 – Кривые «напряжение – деформация» образцов ВТ1-0, находящихся в различных структурных состояниях: рекристаллизованном (1); рекристаллизованном и подвергнутом ультразвуковой обработке (2); в состоянии поставки (3); в состоянии поставки и подвергнутом ультразвуковой обработке (4)

Одинаковый прирост пределов текучести и прочности после ультразвуковой обработки исследуемых образцов независимо от их исходного структурного состояния связан с различиями по глубине упрочнения и по микротвердости поверхностных зерен. Действительно, меньший слой упрочненного слоя в образцах, находящихся в состоянии поставки и подвергнутых ультразвуковой обработке, компенсируется большей микротвердостью поверхности. В результате, прирост по прочности после ультразвуковой обработки в данных образцах такой же, как и в предварительно рекристаллизованных, у которых, напротив глубина упрочненного слоя больше, а микротвердость поверхностных зерен меньше.

Заключение. Ультразвуковая обработка образцов ВТ1-0 приводит к фрагментации структуры их поверхностного слоя, интенсивному двойникованию, увеличению плотности дислокаций и внутренних напряжений, что способствует росту микротвердости поверхности, а также пределов прочности и текучести при растяжении. Двойникование, приводящее к формированию границ специального типа $7b$ и $11b$, оказывается более выраженным в образцах ВТ1-0, находящихся в состоянии поставки.

Глубина поверхностного упрочнения титановых образцов в результате ультразвуковой обработки определяется средним размером зерна и исходной плотностью дислокаций. С уменьшением среднего размера зерна и с увеличением плотно-

сти дислокаций уменьшается глубина упрочненного поверхностного слоя после ультразвуковой обработки.

Большее увеличение твердости поверхностного слоя рекристаллизованных образцов ВТ1-0, подвергнутых ультразвуковой обработке, связано с более существенным увеличением плотности дислокаций в поверхностных зернах. Несмотря на то, что двойники с когерентными границами специального типа $\Sigma 7b$ и $\Sigma 11b$, формирующиеся в поверхностном слое титановых образцов в процессе ультразвуковой обработки, не являются барьерами для внутризеренного скольжения, они дополнительно способствуют упрочнению поверхностного слоя образцов ВТ1-0, находящихся в состоянии поставки, за счет роста микроискажений кристаллической решетки.

В образцах ВТ1-0, находящихся в состоянии поставки и подвергнутых ультразвуковой обработке, твердость упрочненного поверхностного слоя оказывается больше, а его толщина – меньше по сравнению с образцами, подвергнутых предварительному рекристаллизационному отжигу. Как следствие, повышение пределов текучести и прочности в исследованных образцах ВТ1-0 оказывается одинаковым.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда (проект № 14-19-00766). Экспериментальные исследования проводились на приборах ЦКП «НАНОТЕХ» Института физики прочности и материаловедения СО РАН.

Список литературы

1. Ezugwu E.O., Wang Z.M.. Titanium alloys and their machinability – a review // *Journal of Materials Processing Technology*. –1997. – V. 68 (3). – P. 262–274.
2. Chang Ye, Abhishek Telang, Amrinder S.Gill et al. Gradient nanostructure and residual stresses induced by Ultrasonic Nano-crystal Surface Modification in 304 austenitic stainless steel for high strength and high ductility // *Materials Science & Engineering A*. – 2014. – V.613. – P. 274–288.
3. Mordyuk B.N., Karasevskaya O.P., Prokopenko G.I., Khripta N.I.. Ultrafine-grained textured surface layer on Zr–1%Nb alloy produced by ultrasonic impact peening for enhanced corrosion resistance // *Surface & Coatings Technology*. – 2012. – V. 210. – P. 54-61.
4. Mordyuk B.N., Karasevskaya O.P., Prokopenko G.I.. Structurally induced enhancement in corrosion resistance of Zr–2.5%Nb alloy in saline solution by applying ultrasonic impact peening // *Materials Science & Engineering A*. – 2013. – V. 559. – P. 453–461.
5. Panin A. V., Kazachenok M. S., Pochivalov Yu. I., Ivanov Yu. F. and Panina A. A.. The influence of the initial structural state of Armco iron on the ultrasonic treatment effect // *Russian Physics Journal*. – 2009. – V. 52 (1). – P. 85-93.
6. B. Wu, P. Wang, Y. Pyoun et al. Effect of ultrasonic nanocrystal surface modification on the fatigue behaviors of plasma-nitrided S45C steel // *Surface and Coatings Technology* – 2012. – V. 213. – P. 271-277.
7. Panin A. V., Kazachenok M.S., Kozelskaya A.I., Hairullin R.R., Sinyakova E. A. Mechanisms of surface roughening of commercial purity titanium during ultrasonic impact treatment // *Materials Science and Engineering A*. – 2015. – V. 647. – P. 43-50