

# Влияние низкотемпературной (77 К) квазигидроэкструзии на свойства титана повышенной чистоты: роль исходного структурного состояния

М.А. Тихоновский, П.А. Хаймович, К.В. Кутний, И.Ф. Кисляк,  
В.С. Оковит, Т.Ю. Рудычева

*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт» НАН Украины  
ул. Академическая, 1, г. Харьков, 61108, Украина  
E-mail: kutny@kipt.kharkov.ua*

Статья поступила в редакцию 23 мая 2013 г., после переработки 24 июня 2013 г.

Исследовано влияние квазигидроэкструзии при азотной и комнатной температурах на эволюцию структуры и механические свойства титана повышенной чистоты, полученного с помощью интенсивной пластической деформации по схеме осадка–выдавливание–волочение и подвергнутого последующим отжигам при температурах 350–550°C. Показано, что сочетание интенсивной пластической деформации с криогенной квазигидроэкструзией позволило создать нанокристаллический титан повышенной чистоты с высокими значениями прочности и пластичности.

Досліджено вплив квазігідроекструзії при азотній та кімнатній температурах на еволюцію структури і механічні властивості титану підвищеної чистоти, який отримано за допомогою інтенсивної пластичної деформації за схемою осадка–видавлювання–волочіння та піддано подальшому відпалу при температурах 350–550°C. Показано, що поєднання інтенсивної пластичної деформації з криогенною квазігідроекструзією дозволило створити нанокристалічний титан підвищеної чистоти з високими значеннями міцності та пластичності.

PACS: 81.40.Ef Холодная обработка, деформационное упрочнение, отжиг, последеформационный отжиг; закалка с последующим возвратом и кристаллизация;  
62.25.+g Механические свойства наноразмерных систем;  
62.20.F– Деформация и пластичность.

Ключевые слова: титан повышенной чистоты, квазигидроэкструзия, интенсивная пластическая деформация, отжиг, структура, механические свойства.

## 1. Введение

Титан и его сплавы широко используются в различных областях техники и в медицине [1–3]. Требования к их физико-механическим и химическим свойствам постоянно растут, в связи с чем необходимы новые подходы к управлению структурой и характеристиками этих материалов. В первую очередь это относится к титану технической и повышенной чистоты, для которого возможности увеличения прочностных характеристик в существенной мере ограничены. В то же время для ряда приложений, в частности для изготовления медицинских имплантатов, чистый титан наиболее предпочтителен из-за высокой биосовместимости и отсутствия в нем токсичных элементов [4]. Повыше-

ние прочности чистых металлов, в том числе титана, до уровня прочности сильно легированных сплавов возможно путем различных экстремальных воздействий на объемный материал [5]. К таким воздействиям можно отнести интенсивную пластическую деформацию (ИПД) и деформирование при низких (криогенных) температурах, называемое иногда криодеформацией (КД) [5].

Для титана технической чистоты VT1–0 и его зарубежного аналога титана Grade 2 были реализованы различные схемы ИПД: кручение под давлением [6], равноканальное угловое прессование (РКУП) [7,8], всесторонняя изотермическая ковка [9], винтовая экструзия [10], абс-прессование в сочетании с прокаткой [11] и др. По различным данным, размер зерен (субзе-

рен) при использовании этих схем достигал 100 нм, а пределы текучести и прочности увеличивались в два–три раза. Следует отметить, что для реализации субмикроскопического или наноструктурного состояния методами ИПД требуются высокие деформации (истинная деформация составляет обычно 4–5 и более).

При КД также использовали различные схемы деформации титана: ковку [12], квазигидроэкструзию (КГЭ) [13], волочение [14,15], прокатку [16]. При этом оказалось, что криодеформация значительно эффективнее измельчает зерно, чем аналогичная деформация в области комнатной и повышенных температур.

Отметим, что использованные методы КД (КГЭ, волочение, прокатка) характеризуются в основном монотонным изменением одного из размеров образца (за исключением метода ковки). Это в значительной мере ограничивает степень деформации, которую можно реализовать при сохранении размеров образцов, удобных для исследований или перспективных для практического применения. В определенной степени это ограничивает и предельные возможности измельчения зерна. С другой стороны, в методах ИПД, таких как осадка–выдавливание, равноканальное прессование, винтовая экструзия, очень высокие степени деформации могут быть реализованы без изменения размеров обрабатываемых образцов. В данном случае реализации предельно малого размера зерна препятствуют процессы возврата и динамической рекристаллизации [17]. Поэтому для достижения сверхмелкого зерна и предельно высоких прочностных характеристик представляется естественным совместить в одной технологической цепочке оба рассмотренных метода экстремального воздействия на материал — ИПД и КД [5]. В случае титана такое совмещение было реализовано в работах [13–15]. Использование ИПД методом осадки–выдавливания–волочения с последующим дополнительным волочением при азотной температуре [14] позволило получить проволоку из йодидного титана с пределом прочности на растяжение 1250 МПа, что является, по-видимому, одним из самых высоких значений для материала данной чистоты. Указанная прочность обусловлена малым размером зерен, высокой однородностью зеренной структуры и наличием большеугловых границ. Удлинение до разрушения составило при этом около 3 %. Применение низкотемпературной КГЭ к субмикроструктурному титану марки Grade 2, полученному методом РКУП, также позволило существенно уменьшить размер зерна и повысить предел текучести [13].

Приведенные результаты свидетельствуют о перспективности сочетания ИПД и КД для улучшения свойств титана. Однако систематические исследования влияния различных параметров ИПД и КД на формирование структуры и свойств титана отсутствуют. Особенный интерес представляет изучение титана повы-

шенной чистоты, в котором на процессы структурообразования, механизмы деформации и упрочнения в минимальной степени влияют атомы примесей или возможные выпадения других фаз. Целью данной работы было исследование роли исходного размера зерна титана повышенной чистоты, полученного методом ИПД и последующего отжига, на эволюцию его структуры и изменение свойств при КД методом квазигидроэкструзии. Для выяснения роли температуры деформирования параллельно КД осуществлялась квазигидроэкструзия при комнатной температуре.

## 2. Материал и методика

Для исследований использовали йодидный титан, содержание примесей в котором, согласно сертификату, было следующим (весовые проценты): O — 0,01, N — 0,01, C — 0,01, Si — 0,009, Fe — 0,005, Ni — 0,005, Mg — 0,004, Mn — 0,004, Al — 0,005, Cr — 0,005. После двукратной электроннолучевой переплавки в высоком вакууме ( $1,3 \cdot 10^{-4}$  Па) полученный слиток имел твердость  $H_B \approx 1,13$  ГПа (при нагрузке 9800 Н), микротвердость  $H_{\mu} = 1,23$  ГПа (нагрузка 0,5 Н). Отношение электросопротивлений при температуре 293 и 77 К  $R_{293}/R_{77}$  составляло 9,62. Интенсивную пластическую деформацию осуществляли в два этапа. На первом этапе проводили осадку–выдавливание исходного слитка. При этом слиток осаживали с  $\varnothing 43$  мм на  $\varnothing 48,5$  мм при комнатной температуре (истинная деформация  $e_1 = 0,24$ ), затем помещали в разогретую печь и нагревали до температуры 600°C (процесс нагрева происходил в течение 20–25 мин), переносили в контейнер, нагретый до 250°C, и выдавливали в пруток  $\varnothing 28$  мм ( $e_2 = 1,10$ ). Повторное выдавливание на  $\varnothing 10$  мм ( $e_3 = 2,20$ ) выполняли так же, как и первое, с той лишь разницей, что образец нагревался до 550°C. Поскольку температура контейнера была существенно ниже температуры разогретого образца, происходило некоторое остывание последнего. В результате температура в очаге деформации была, по нашим оценкам, на 120–160°C ниже температуры предварительного нагрева образца. На втором этапе выдавленный образец  $\varnothing 10$  мм волочили при комнатной температуре в пруток  $\varnothing 5$  мм с обжатием 5–7% за проход (деформация волочением  $e_4$  составила 1,39). Суммарная теплая и холодная деформации составили  $e = e_1 + e_2 + e_3 + e_4 = 4,93$ .

Полученный пруток  $\varnothing 5$  мм разрезали на образцы длиной 25 мм, часть которых отжигали в вакууме  $1,3 \cdot 10^{-1}$  Па при температурах  $T_{\text{анн}} = 350, 450, 550^\circ\text{C}$  в течение одного часа для создания различных структурных состояний. В дальнейшем образцы в исходном, т.е. после ИПД, и отожженном состояниях использовали как для исследования микроструктуры и механических свойств, так и для реализации дополнительного этапа деформирования КГЭ при 77 К и комнатной

температуре. Методика КГЭ, разработанная в ННЦ ХФТИ, подробно описана в работах [18,19]. В качестве рабочей среды для создания квазигидростатического давления использовали чистый индий. Степень деформации КГЭ для всех образцов была одинакова и составляла около 45% (истинная деформация  $\epsilon_5 \approx 0,86$ ).

Микроструктуру образцов перед и после КГЭ исследовали методом просвечивающей электронной микроскопии (электронный микроскоп JEM-100 CX). Фольги для исследования вырезали поперек оси образцов; выборочно изучали также продольные сечения. Утонение фольг проводили струйной электрополировкой раствором, содержащим 27 мл хлорной кислоты, 400 мл этилового спирта и 27 мл глицерина, при напряжении 100 В и температуре 20°C.

Микротвердость  $H_{\mu}$  образцов измеряли на поперечных шлифах, которые после приготовления стандартным методом подвергали электрохимической полировке в растворе из равных частей серной, азотной, плавиковой кислот и воды для снятия наклепанного слоя. Измерения проводили на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке 0,5 Н. Для механических испытаний на растяжение вдоль оси образцов вырезали «двухсторонние лопаточки» с размерами рабочей части 0,7×1,4×8 мм. Относительная скорость деформации при испытаниях

составляла  $5 \cdot 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ; испытания проводились при комнатной температуре.

Образцы, полученные по схеме осадка–выдавливание–волочение, в дальнейшем будем обозначать как ИПД титан с уточнением состояния (неотожженные либо отоженные при конкретной температуре  $T_{\text{ann}}$ ), к процессам квазигидроэкструзии и их результатам будем применять обозначения «КГЭ77» и «КГЭ300» соответственно температурам деформации в кельвинах.

### 3. Результаты и обсуждение

#### Микроструктура

Электронномикроскопические исследования поперечных сечений деформированных прутков показали, что использованная схема ИПД приводит к образованию субмикроструктурного состояния, характеризующегося средним размером зерна (субзерна) около 150 нм (рис. 1(а)).

При этом зерна имеют неравноосную форму и между зернами преобладает малоугловая разориентация. В продольном сечении прутка зерна сильно вытянуты в направлении волочения и их средний размер в 2–3 раза больше, чем в поперечном сечении. В теле зерен наблюдается довольно высокая плотность дислокаций.

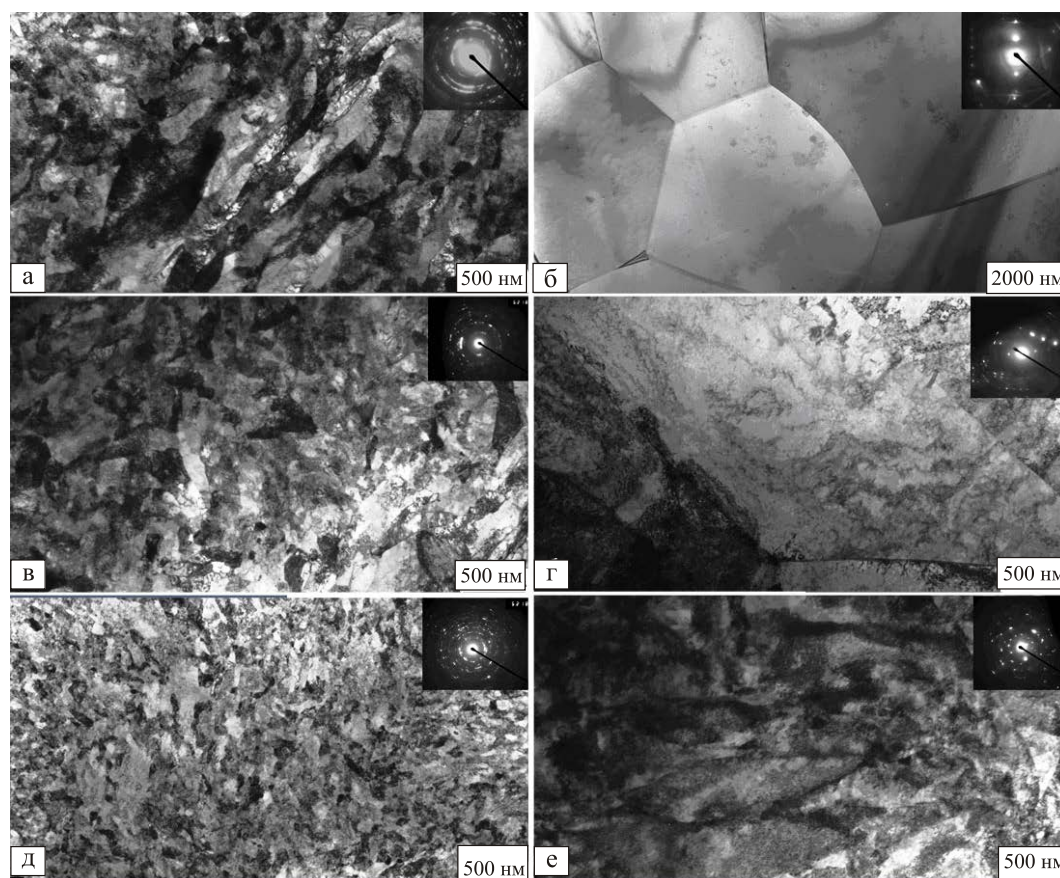


Рис. 1. Микроструктура образцов титана после ИПД, отжига и последующей КГЭ при комнатной и азотной температурах: ИПД (а); ИПД + отжиг при 550°C (б); ИПД + КГЭ300 (в); ИПД + отжиг при 550°C + КГЭ300 (г); ИПД + КГЭ77 (д); ИПД + отжиг при 550°C + КГЭ77 (е).

Отжиг при температурах до 300°C не вызывает заметного изменения размера зерна. Повышение температуры отжига до 350°C приводит к началу процесса рекристаллизации и образованию бимодальной структуры со средними размерами зерен 150 нм и 0,6 мкм. Дальнейший отжиг при 450 и 550°C приводит к рекристаллизации: возникшие зерна с большой разориентацией и четкими тонкими границами имеют средний размер 4 и 9 мкм соответственно.

Трансформация микроструктуры при КГЭ исследовалась на образцах ИПД титана (рис. 1(а)) и ИПД титана, отожженного при 550°C (рис. 1(б)).

После КГЭ300 структура ИПД титана мало изменилась по сравнению с исходным состоянием, средний размер зерна составляет 130 нм (рис. 1(в)). Внутри зерен наблюдается повышенная плотность дислокаций. В то же время КГЭ77 привела к существенному измельчению структуры (рис. 1(д)); средний размер зерен уменьшился в 2 раза и составил 75 нм. При этом зерна в поперечном сечении образца стали более равноосными.

Для рекристаллизованных образцов с размером зерен 9 мкм измельчающий эффект квазигидроэкструзии КГЭ300 намного более заметен, чем для ИПД образцов: средний размер зерен уменьшился приблизительно в 4 раза и составил 2 мкм (рис. 1(г)). При этом по наличию большого числа экстинкционных контуров можно судить о значительных напряжениях, возникших в материале после КГЭ. Еще более эффективным оказалась низкотемпературная (77 К) КГЭ: размер зерен уменьшился до 0,53 мкм, т.е. почти в 20 раз (рис. 1(е)).

#### Механические свойства

На рис. 2–6 представлены данные по механическим свойствам ( $H_{\mu}$ ,  $\sigma_{0,2}$ ,  $\sigma_b$ ,  $\delta_p$ ,  $\delta$ ) образцов ИПД титана после отжига при различных температурах (кривые 1) и последующей КГЭ при комнатной (кривые 2) и криогенной (77 К) (кривые 3) температурах (исходному ИПД состоянию соответствует температура «отжига» 20°C). Каждый рисунок состоит из двух частей. Часть «а» представляет абсолютные значения исследуемых свойств, а часть «б» — относительное приращение данного свойства после КГЭ300 и КГЭ77 в сравнении с его исходным значением, т.е. значением до КГЭ. Рассмотрим подробнее полученные результаты.

Как видно на рис. 2(а), КГЭ300 исходного ИПД титана приводит к неожиданному результату — снижению (примерно на 10%) его микротвердости. Напротив, КГЭ77 повышает (примерно на 15%) величину  $H_{\mu}$ . Для всех отожженных образцов КГЭ, независимо от температуры, при которой выполнена эта операция, увеличивает микротвердость. При этом относительный прирост микротвердости монотонно растет по мере роста температуры предварительного отжига образцов

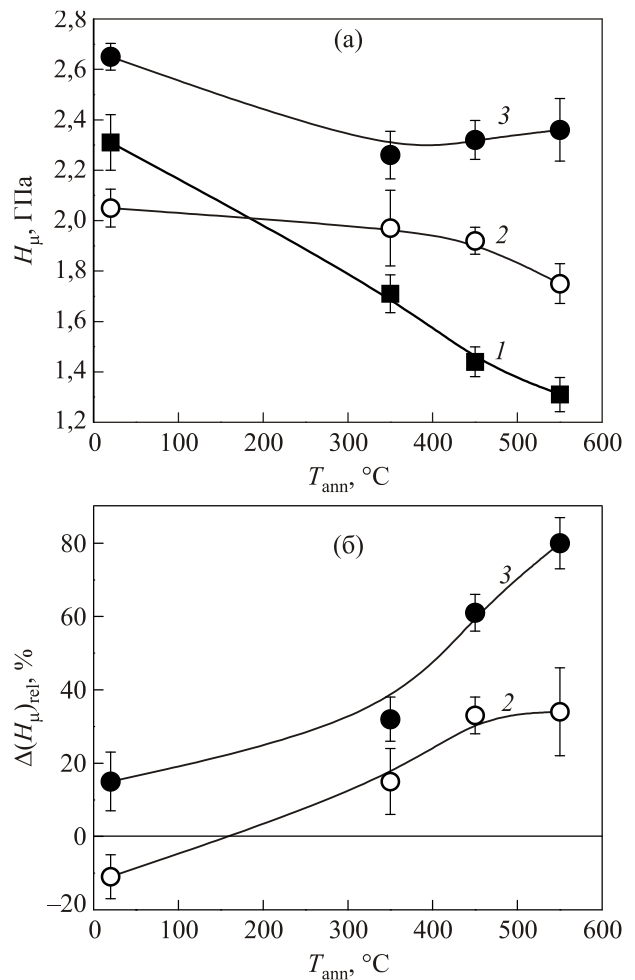


Рис. 2. Микротвердость ИПД титана после отжига при различных температурах (кривая 1) и последующей КГЭ при температурах 300 К (кривая 2) и 77 К (кривая 3): абсолютные значения  $H_{\mu}$  (а); относительные изменения  $H_{\mu}$  в результате КГЭ (б).

(рис. 2(б)), так что в итоге микротвердость образцов, отожженных при 550°C, после КГЭ77 повышается примерно на 80%. Обращает на себя внимание тот факт, что КГЭ с довольно небольшой степенью деформации ( $\approx 45\%$ ) в существенной мере «нивелирует» влияние температуры предварительного отжига (рис. 2(а)), т.е. исходного структурного состояния титана повышенной чистоты, на величину  $H_{\mu}$ .

Неожиданный эффект снижения микротвердости ИПД титана после КГЭ300 нашел свое «повторение» и в поведении предела текучести  $\sigma_{0,2}$  (рис. 3(а), кривая 2). При этом уменьшение  $\sigma_{0,2}$  ИПД титана после КГЭ300 также составило примерно 10%. В то же время применение к ИПД титану КГЭ77 повышает как предел текучести (рис. 3(а), кривая 3), так и  $H_{\mu}$  (рис. 2(а), кривая 3). Для отожженных образцов поведение  $\sigma_{0,2}$  коррелирует с поведением  $H_{\mu}$ : и КГЭ300, и КГЭ77 дают прирост  $\sigma_{0,2}$ , монотонно повышающийся по мере роста  $T_{ann}$ . Однако темпы прироста  $\sigma_{0,2}$ , в сравнении с

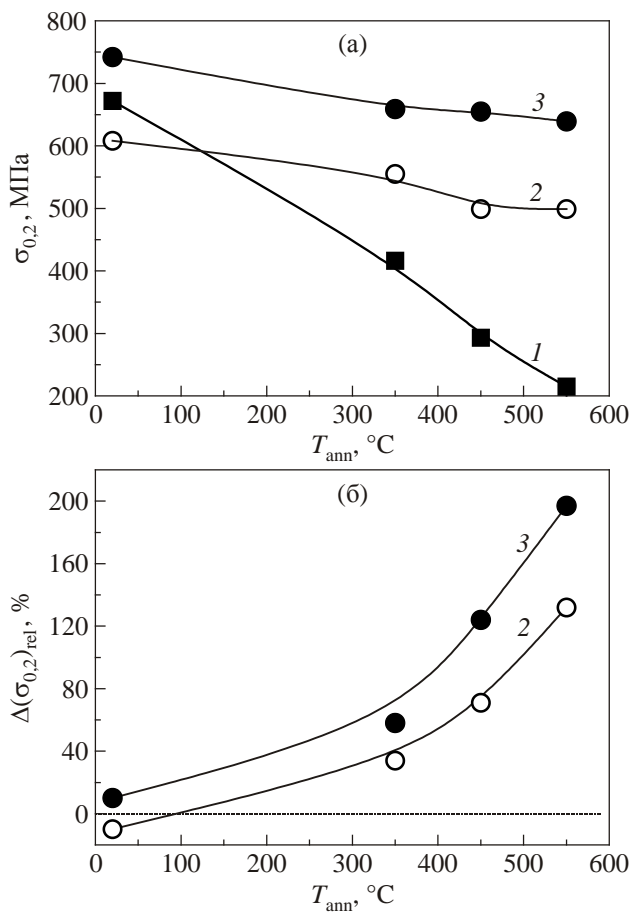


Рис. 3. Условный предел текучести ИПД титана после отжига при различных температурах (кривая 1) и последующей КГЭ при температурах 300 К (кривые 2) и 77 К (кривые 3): абсолютные значения  $\sigma_{0,2}$  (а); относительные изменения  $\sigma_{0,2}$  в результате КГЭ (б).

$H_{ц}$ , существенно выше: КГЭ300 дает более чем двукратное, а КГЭ77 — трехкратное увеличение  $\sigma_{0,2}$  для ИПД титана, предварительно отожженного при 550°C.

В отличие от предела текучести, предел прочности  $\sigma_b$  после квазигидроэкструзии при обеих температурах обработки повышается для всех структурных состояний титана (рис. 4(а)). При этом понижение температуры квазигидроэкструзии до 77 К приводит не только к более высокому приросту  $\sigma_b$  (рис. 4(б)), но и к относительному нивелированию роли исходного структурного состояния. В этом плане влияние температуры предварительного отжига на предел прочности (рис. 4(а), кривая 3) подобно ее влиянию на поведение микротвердости (рис. 2(а), кривая 3). Что же касается относительных приростов (рис. 4(б)), то, как и для микротвердости, они существенно выше после КГЭ77. Если у образца, отожженного при 550°C, прирост  $\sigma_b$  после КГЭ300 достигает 50%, то после КГЭ77 он составляет более 120%. Причем важно, что прирост наблюдается и для ИПД образцов с субмикроструктурной исходной структурой: для КГЭ300 он составляет около

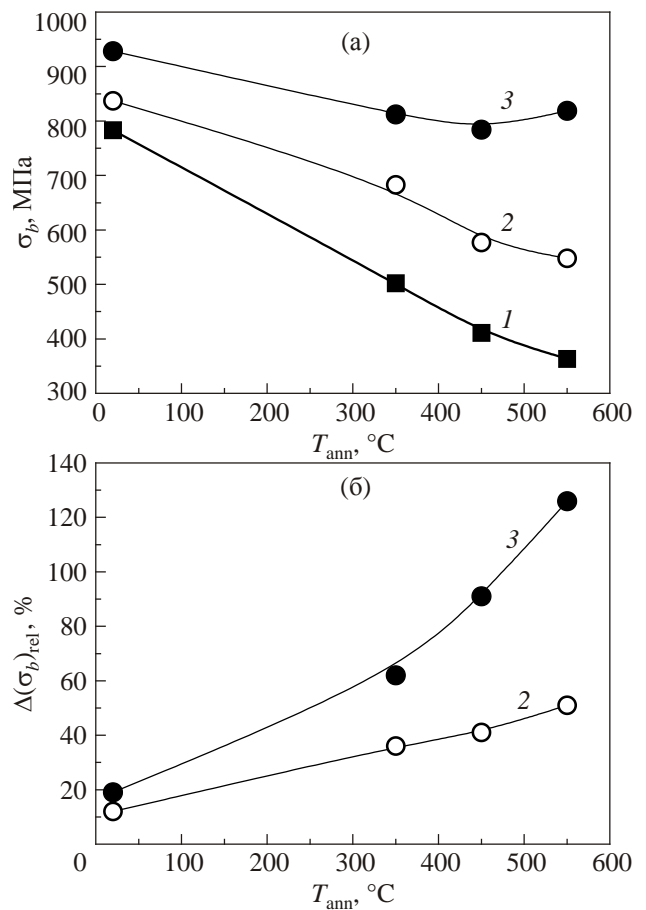


Рис. 4. Предел прочности ИПД титана после отжига при различных температурах (кривая 1) и последующей КГЭ при температурах 300 К (кривые 2) и 77 К (кривые 3): абсолютные значения  $\sigma_b$  (а); относительные изменения  $\sigma_b$  в результате КГЭ (б).

10%, а для КГЭ77 — 20%. Абсолютное значение  $\sigma_b$  неотожженного ИПД титана после КГЭ77 достигает 930 МПа.

Квазигидроэкструзия существенно влияет и на пластические характеристики титана с различной микроструктурой. У исходных ИПД образцов после экструзии при обеих температурах обнаруживается небольшой рост (на 10–20%) равномерной пластической деформации  $\delta_p$  (рис. 5(а)). В отожженных образцах оба вида обработки существенно (в 5–6 раз) понижают  $\delta_p$ . При этом величина  $\delta_p$  после КГЭ практически не зависит от исходного структурного состояния образцов и составляет 3–4% (рис. 5(а)). Подобный характер зависимости от температуры предварительного отжига и вида обработки наблюдается и для пластической деформации до разрушения  $\delta$  (рис. 6(а)), но количественные различия между эффектами для  $\delta$  и  $\delta_p$  очень значительны. В исходных ИПД образцах и КГЭ300, и КГЭ77 приводят к почти двукратному повышению  $\delta$ . С другой стороны, отожженные образцы после этих обработок теряют меньшую часть  $\delta$  — около 50%. В результате деформа-

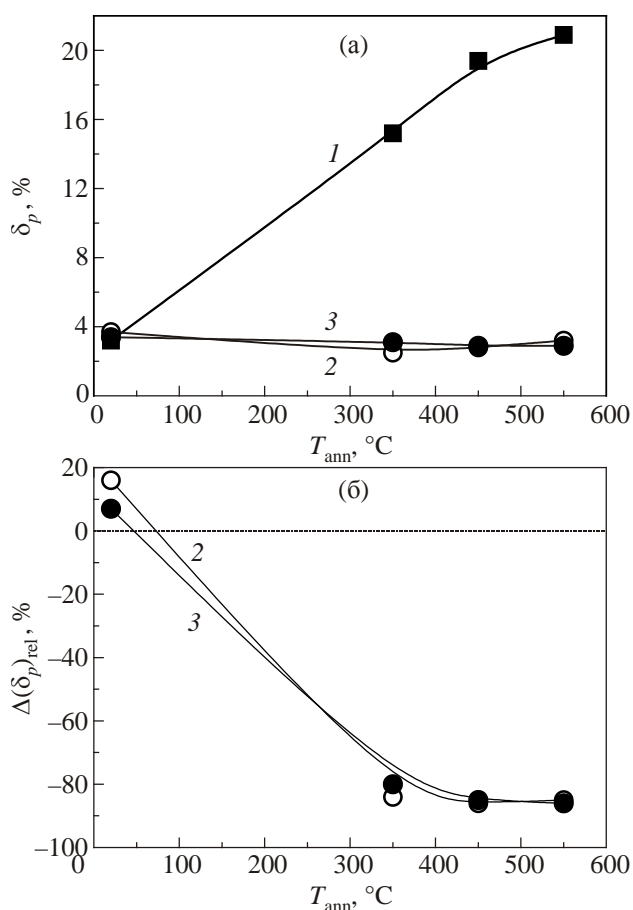


Рис. 5. Равномерная деформация ИПД титана после отжига при различных температурах (кривая 1) и последующей квазигидроэкструзии при температурах 300 К (кривые 2) и 77 К (кривые 3): абсолютные значения  $\delta_p$  (а); относительные изменения  $\delta_p$  в результате КГЭ (б).

ция до разрушения квазигидроэкструдированных образцов, как и величина  $\delta_p$ , оказалась практически одинаковой для всех исходных структурных состояний (рис. 6).

#### Обсуждение

Отметим, прежде всего, что измельчающий эффект низкотемпературной КГЭ для исследуемого титана повышенной чистоты оказался сходным с наблюдавшимся ранее на титане технической чистоты Grade 2 [13]. В обоих случаях КГЭ77 при степени деформации около 50% дает примерно двукратное уменьшение размера зерна для субмикроскопического и двадцатикратное для крупнозернистого состояний. Это может свидетельствовать о том, что механизмы фрагментации при деформации в указанных условиях не зависят существенно от таких факторов, как взаимодействие дислокаций с примесями внедрения, энергия дефектов упаковки и др. Различие в «темпах» измельчения образцов с субмикронными и микронными размерами зерен обусловлено в первую очередь различием механизмов фрагментации в этих материалах. Известно [16,20,21], что на начальных стадиях деформации ( $e \leq 0,9$ ) титана,

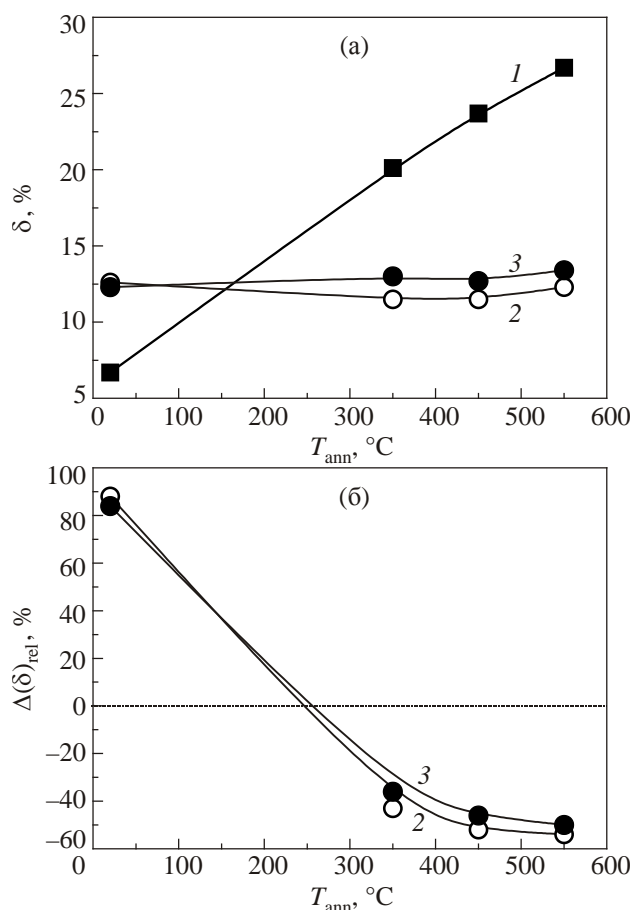


Рис. 6. Деформация до разрушения ИПД титана после отжига при различных температурах (кривая 1) и последующей квазигидроэкструзии при температурах 300 К (кривые 2) и 77 К (кривые 3): абсолютные значения  $\delta$  (а); относительные изменения  $\delta$  в результате КГЭ (б).

у которого размер зерен составляет микроны или десятки микрон, основным механизмом фрагментации является зарождение и распространение двойников. Этот механизм очень эффективен, в особенности при деформации в области криогенных температур, где двойникование является преимущественным видом деформации. Однако в субмикрокристаллическом титане, т.е. в титане с размером зерна ниже 0,6–0,9 мкм, напряжение двойникования оказывается значительно выше напряжения скольжения дислокаций [20,21]. Это подтверждается отсутствием двойников в наших квазигидроэкструдированных ИПД образцах. Измельчение микроструктуры в этом случае может происходить за счет накопления дефектов и формирования новых субгранц, в том числе в результате реализации ротационных мод деформации. В этом случае эффект от понижения температуры КГЭ в область азотных температур связан с подавлением процессов возврата и динамической рекристаллизации, что приводит в конечном итоге к измельчению зерна.

Существенное измельчение зерен в результате КГЭ77 приводит, вполне естественно, к заметному росту мик-

ротвердости, пределов текучести и прочности в образцах с различной исходной микроструктурой. Отметим, что размер зерна и прочность нанокристаллического титана, полученного нами квазигидроэкструзией при 77 К, хорошо согласуются с данными по титану VT1-0, подвергнутому криогенной прокатке [21]. Так, в криопрокатанном титане VT1-0 ( $e = 2,6$ ) при размере зерна 80 нм величина  $\sigma_b$  составляет 900 МПа [21], а в нашем титане при размере зерна 75 нм  $\sigma_b = 930$  МПа. В работе [22], согласно результатам измерения микротвердости, авторами был сделан вывод о нечувствительности механических характеристик нанокристаллического титана к содержанию примесей внедрения. Кроме того, в недавней работе [23] авторы пришли к выводу, что в наноструктурном титане концентрация примесей внедрения не влияет определяющим образом на напряжение течения. Иными словами, такие характеристики, как условный предел текучести, микротвердость, предел прочности, определяются в основном размером зерен (субзерен). Проведенное выше сопоставление характеристик титана повышенной чистоты и титана VT1-0 согласуется с этим выводом. При этом остается неясным, почему КГЭ при комнатной температуре, приводя к небольшому измельчению зерен субмикроструктурного ИПД титана, вызывает уменьшение его микротвердости и предела текучести. Возможными причинами могут быть изменение разориентации между зернами, плотности дислокаций и их типа, текстуры образцов, релаксация внутренних напряжений и др. Для выяснения этого «парадокса» необходимы дальнейшие исследования.

Сопоставление значений пределов текучести и прочности с величиной микротвердости (рис. 2–4) показывает, что известное эмпирическое правило [24,25]  $\sigma_{0,2}/H_\mu \approx 0,33$  не выполняется для квазигидроэкструдированных образцов. Реальные значения этого отношения находятся в интервале 0,27–0,29 при среднем значении  $\sigma_{0,2}/H_\mu \approx 0,28$ . При этом для образцов, квазигидроэкструдированных при 77 К, наблюдается постоянство отношения предела прочности к микротвердости:  $\sigma_b/H_\mu \approx 0,35$ . В то же время у образцов, обработанных при комнатной температуре, такое постоянство отсутствует: величина  $\sigma_b/H_\mu$  уменьшается от 0,41 для субмикроструктурного ИПД титана до 0,31 для титана, отожженного при 550°C. Ранее в работе [26] при рассмотрении свойств наноструктурного титана уже отмечалось, что необходимо осторожно подходить к использованию соотношения  $H_V \approx 3\sigma_{0,2}$  при оценке свойств материалов с различной микроструктурой. Там же обсуждаются возможные причины невыполнения этого эмпирического правила.

Как с научной, так и с практической стороны большой интерес представляет обнаруженное в работе повышение пластичности ИПД образцов после КГЭ. Известно, что довольно низкие значения пластичности

субмикроструктурных и наноструктурных материалов с макроскопической точки зрения обусловлены их низким коэффициентом упрочнения  $d\sigma/de$ . Согласно критерию Консидера, образование шейки, приводящей к разрушению образца, происходит, когда деформирующее напряжение  $\sigma$  сравнивается с коэффициентом упрочнения, т.е. при выполнении соотношения  $\sigma \leq d\sigma/de$ . Мы не исследовали специально коэффициент упрочнения в наших образцах, но, судя по отношению  $\sigma_b/\sigma_{0,2}$ , КГЭ приводит к его повышению, что вызывает сдвиг в сторону больших деформаций момента образования шейки и замедление ее развития. Так, если в исходных ИПД образцах значение  $\sigma_b/\sigma_{0,2}$  составляло около 1,16, то после КГЭ77 оно увеличилось до 1,25, а КГЭ300 повысила его до 1,37. Отметим, что в наноструктурном титане, полученном методом низкотемпературной прокатки, это соотношение составляло приблизительно 1,1 [16]. При этом более низким оказалось и удлинение до разрушения (около 5% против 12% в нашем случае).

Повышение пластичности может быть обусловлено залечиванием микротрещин, микро- и нанопор при квазигидроэкструзии ИПД титана, а также активацией в нем дополнительных плоскостей скольжения дислокаций. Остается, однако, неясным, почему пластичность квазигидроэкструдированного титана практически не зависит от его исходного структурного состояния.

#### 4. Выводы

1. Интенсивной пластической деформацией методом осадки–выдавливания и дальнейшего волочения получен титан повышенной чистоты с размером зерна около 150 нм. В результате последующего отжига при температурах 350–550°C в титане создана микроструктура с размером зерна от нескольких сотен нанометров до 9 мкм.

2. Изучено влияние квазигидроэкструзии, проведенной при 77 и 300 К, на микроструктуру и механические свойства образцов титана с различной исходной структурой. Показано, что КГЭ приводит к эффективному измельчению зерна, в особенности при проведении ее в области низких (77 К) температур. Так, в титане с исходным размером зерна 9 мкм КГЭ со степенью деформации 45% приводит к измельчению зерна примерно в четыре раза в случае деформации при комнатной температуре и в 20 раз при азотной температуре. Столь сильное измельчение зерна при низкотемпературной КГЭ может быть обусловлено интенсивным двойникованием крупнозернистого титана. Для субмикроструктурного титана размер зерна уменьшился в 1,15 и в 2 раза в случае квазигидроэкструзии при комнатной и криогенной температурах соответственно.

3. В образцах субмикроструктурного титана после КГЭ при комнатной температуре наблюдалось

снижение предела текучести и микротвердости при заметном увеличении предела прочности. Для образцов, квазигидроэкструдированных при 77 К, все указанные параметры возрастали.

4. Квазигидроэкструзия субмикроструктурного титана способствует существенному увеличению пластичности материала, в частности удлинение до разрушения выросло с 6,7 до 12,3%. Таким образом, сочетание обычных методов интенсивной пластической деформации с низкотемпературной квазигидроэкструзией позволило создать нанокристаллический титан повышенной чистоты с размером зерна 75 нм, высокими значениями прочности ( $\sigma_b = 930$  МПа) и пластичности ( $\delta \approx 12\%$ ). Такой материал может представлять интерес для различных применений, в частности для изготовления медицинских имплантатов.

Работа выполнена при совместной поддержке НАН Украины и Российского фонда фундаментальных исследований, проект №10-08-12(У).

1. А.А. Ильин, Б.А. Колачев, И.С. Польшин, *Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. Справочник*, ВИЛС-МАТИ, Москва (2009).
2. А.В. Тарасов, *Металлургия титана*, ИКЦ «Академкнига», Москва (2003).
3. H.J. Rack and J.I. Qazi, *Mater. Sci. Engineering C* **26**, 1269 (2006).
4. *Биосовместимость*, Под ред. В.И. Севастьянова, ИЦ ВНИИГеосистем, Москва (1999).
5. А.М. Глезер, *УФН* **182**, 559 (2012).
6. Р.З. Валиев, И.А. Александров, *Объемные наноструктурные материалы: получение, структура и свойства*, ИКЦ «Академкнига», Москва (2007).
7. А.А. Попов, Р.З. Валиев, И.Ю. Пышминцев, С.Л. Демаков, А.Г. Илларионов, *ФММ* **83**, 127 (1997).
8. R.Z. Valiev, A.V. Sergueeva, and A.K. Mukherjee, *Scripta Mater.* **49**, 669 (2003).
9. С.П. Малышева, Г.А. Салищев, Р.М. Галеев, В.Н. Даниленко, М.М. Мышляев, А.А. Попов, *ФММ* **95**, 98 (2003).
10. Y. Beygelzimer, V. Varyukhin, D. Orlov, B. Efros, V. Stolyarov, and N. Salimgareyev, *TMS Annual Meeting, Ultrafine Grained Materials II*, Washington (2002), p. 43.
11. А.Ю. Ерошенко, Ю.П. Шаркеев, А.И. Толмачев, Г.П. Коробицын, В.И. Данилов, *Перспективные материалы* **7**, 107 (2009).
12. И.М. Неклюдов, В.И. Соколенко, Л.А. Чиркина, Г.П. Ковтун, И.Ф. Борисова, В.В. Калиновский, Д.Г. Малыхин, Э.Н. Метоледи, В.С. Оковит, *Металлофиз. и новейшие технологии* **29**, 359 (2007).
13. Е. Табачникова, А. Подольский, С. Смирнов, М. Бидыло, В. Бенгус, В. Нацк, М. Тихоновский, П. Хаймович, И. Борисова, Н. Даниленко, С. Фирстов, И. Александров, В. Латыш, *Материалы 8-й междунар. конф. «Физические явления в твердых телах»*, Харьков (2009), с. 88.
14. М.А. Тихоновский, И.Ф. Кисляк, О.И. Волчок, Т.Ю. Рудычева, В.Г. Яровой, А.В. Кузьмин, Н.В. Камышанченко, И.С. Никулин, *ФТВД* **18**, 96 (2008).
15. K.V. Kutniy, O.I. Volchok, I.F. Kislyak, M.A. Tikhonovsky, and G.E. Storozhilov, *Mater. Sci. Engineering Technology (Mat.-wiss.u.Werkstofftech.)* **42**, 114 (2011).
16. В.А. Москаленко, А.П. Смирнов, А.В. Moskalenko, *ФНТ* **35**, 1160 (2009) [*Low Temp. Phys.* **35**, 905 (2009)].
17. А.М. Глезер, *Изв. РАН. Сер. физическая* **71**, 1767 (2007).
18. P.A. Khaimovich, *Russ. Phys. J.* **50**, 1079 (2007).
19. П.А. Хаймович, *Перспективные материалы* **3**, 363 (2009).
20. M.A. Meyers, O. Vöhringer, and V.A. Lubarda, *Acta Mater.* **49**, 4025 (2001).
21. S.V. Zherebtsov, G.S. Dyakonov, A.A. Salem, V.I. Sokolenko, G.A. Salishchev, and S.L. Semiatin, *Acta Mater.* **61**, 1167 (2013).
22. А.В. Русакова, С.В. Лубенец, Л.С. Фоменко, В.А. Москаленко, *ФНТ* **38**, 1240 (2012) [*Low Temp. Phys.* **38**, 980 (2012)].
23. A.V. Podolskiy, C. Mangler, E. Schafner, E.D. Tabachnikova, and M.J. Zehetbauer, *J. Mater. Sci.* **48**, 4689 (2013).
24. T.D. Tabor, *Rev. Phys. Technol.* **1**, 145 (1970).
25. V.Yu. Milman, *Acta Mater.* **42**, 1349 (1994).
26. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, and I.V. Alexandrov, *Progr. Mater. Sci.* **45**, 103 (2000).

#### The effect of low-temperature (77 K) quasi-hydrostatic extrusion on the properties of high-purity titanium: the role of initial structural state

M.A. Tikhonovsky, P.A. Khaimovich, K.V. Kutniy, I.F. Kislyak, V.S. Okovit, and T.Yu. Rudycheva

The effect of quasi-hydrostatic extrusion at liquid nitrogen and room temperatures on the evolution of the structure and mechanical properties of high-purity titanium obtained by severe plastic deformation under the scheme of upsetting-extrusion-drawing and then annealed at temperatures of 350–550 °C has been examined. It is shown that the combination of severe plastic deformation and cryogenic quasi-hydrostatic extrusion allows the high-purity nanocrystalline titanium of high strength and plasticity to be obtained.

PACS: 81.40.Ef Cold working, strain hardening, annealing, post-strain annealing; recovery hardening and crystallization;  
**62.25.+g** Mechanical properties of nano-systems;  
**62.20.F–** Deformation and plasticity.

Keywords: high-purity titanium, quasi-hydrostatic extrusion, severe plastic deformation, annealing, structure, mechanical properties.