

А. В. Поляков, Д. В. Гундеров, Г. И. Рааб, Е. П. Сошникова

## ЭВОЛЮЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ТИТАНА GRADE 4 С ИЗМЕНЕНИЕМ СТЕПЕНИ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ РКУП-CONFORM

В работе описываются результаты исследования изменения микроструктуры технически чистого титана Grade 4 с увеличением количества проходов РКУП-conform. Исследовано влияние непрерывного равноканального углового прессования по схеме «Conform» (РКУП-С) на структуру и свойства технически чистого титана Grade-4. Показано, что в результате первых двух циклов РКУП-С структура титана сильно фрагментируется, и формируются деформационные полосы. При дальнейшем увеличении числа циклов РКУП-С до 6 полосовая структура трансформируется в ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру с размером зерна около 250 нм. Прочность титана закономерно возрастает с увеличением числа циклов РКУП-С, тогда как пластичность, установившись после первого цикла на уровне 12%, с дальнейшим ростом степени деформации почти не меняется. В результате последующего волочения титана после РКУП-С его прочность дополнительно повышается до 1300 МПа, при сохранении пластичности около 11%. Высокая эффективность и производительность метода РКУП-С позволяют создать на его основе промышленную технологию получения высокопрочного наноструктурного титана – перспективного материала для медицинских имплантатов. *Интенсивная пластическая деформация; РКУП-Conform; наноструктурное состояние; титан*

В последние годы большое внимание вызывает развитие нового подхода к повышению свойств металлов и сплавов, основанного на их наноструктурировании путем интенсивной пластической деформации (ИПД) [1, 2]. В УГАТУ разработан технологический процесс, включающий равноканальное угловое прессование по схеме Conform (РКУП-С) (рис. 1) и последующее волочение, позволяющий получать прутки наноструктурного (НС) титана с высокими прочностными характеристиками. Отметим, что метод РКУП-С [3–8] имеет высокую производительность и большие перспективы промышленного применения [1, 9]. Данный метод лишен недостатков, присущих традиционному методу равноканального углового прессования (относительно малая производительность, возможность получения только относительно коротких цилиндрических образцов с отношением высоты к диаметру 6:1, малый коэффициент использования металла [1]). Благодаря высокой биосовместимости титан широко используется для изготовления медицинских имплантатов [10]. Использование наноструктурного титана с уникальными прочностными и усталостными свойствами дает возможность создавать медицинские имплантаты улучшенной конструкции – меньшего сечения и с увеличенной прочностью и надежностью. Опытные имплантаты, изготовленные из НС титана, уже успешно проходят клиническую апробацию в России

и за рубежом, в частности в компании Timplant (<http://www.timplant.cz>) [11]. Для развития метода необходимы исследования эволюции микроструктуры и свойств титана Grade 4 при воздействии РКУП-С с разным числом проходов, чему и посвящена данная работа.

### 1. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Принципиальная схема и общий вид созданной установки РКУП-Conform представлены на рис. 1.

Созданная установка позволяет обрабатывать длинномерные прутки различных металлов диаметром до 12 мм. Соответственно на выходе РКУП-С получается пруток квадратного сечения до 10,8×10,8 мм. Установка позволяет проводить прессование как при комнатной, так и при повышенной температуре. В данной работе использован вариант установки для прессования прутков исходным диаметром 10 мм. В результате первого цикла РКУП-С получается пруток квадратом 9×9 мм. Затем циклы деформации повторяются несколько раз. В результате методом РКУП-Conform были получены длинномерные прутки технически чистого титана Grade 4 с профилем 9×9 мм и длиной 2 м. Поверхность прутков ровная, гладкая, без видимых дефектов. После РКУП-Conform пруток подвергался волочению, необходимому для получения прутка круглого сечения.

В качестве исходного материала служил пруток CP Ti Grade 4 с химическим составом и свойствами, указанными в табл. 1 и 2. Пруток, без предварительной обработки, был подвергнут одному, двум и т. д. проходам РКУП-С.

Контактная информация: (347) 272-98-77

Работа выполнена при частичной поддержке ФЦП, Госконтракт №02.522.12.2007 и РФФИ 10-08-97012-р\_поволжье\_a.

Таблица 1  
Химический состав Ti Grade 4  
(по данным сертификата в ат. %)

Ti	N2	C	H2	Fe	O2	$\Sigma_{\text{прочих}}$
основа	0,008	0,01	0,002	0,24	0,35	0,106

Таблица 2  
Механические свойства Ti Grade 4  
(по данным сертификата)

	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_{\text{пр}}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %
Сертификат	589	724	27	46,7

Проводились аттестация и анализ микро-структуры методом оптической металлографии, растровой (РЭМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Получаемые прутки рассматривались в двух сечениях: поперечном в плоскости YZ и продольном в плоскости XZ, согласно рис. 1.

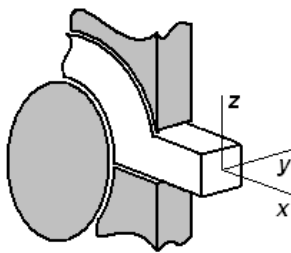


Рис. 1. Ориентация плоскостей XZ и YZ относительно образца

Для исследования микро-структуры получаемых прутков с помощью оптического и растрового электронного микроскопов рабочая поверхность вырезанных в необходимой плоскости образцов полировалась механическим путем и травилась раствором из 4% плавиковой кислоты, 20% хлорной кислоты и 76% дистиллированной воды. Для просвечивающего электронного микроскопа образцы утонялись и полировались двусторонней струйной полировкой раствором из 5% хлорной кислоты, 35% бутанола и 60% метанола. Съемка проводилась при ускоряющем напряжении в 100 кВ на микроскопе JEOL JEM 100b, картины микро-дифракции снимались с площади  $2 \mu\text{m}^2$ .

Механические испытания проводились на испытательной машине «Instron» при комнатной температуре со скоростью перемещения траверсы 1 мм/мин. Образцы для испытаний цилиндрической формы с длиной рабочей части 15 мм и диаметром 3 мм были изготовлены на токарном станке.

## 2. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

В исходном состоянии титан имеет зеренную структуру со средним размером зерна 10  $\mu\text{m}$  (рис. 2).

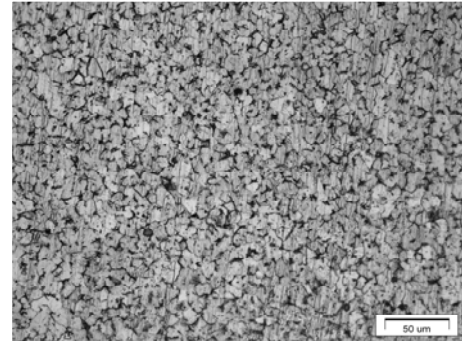


Рис. 2. Микро-структура исходного состояния в поперечном сечении

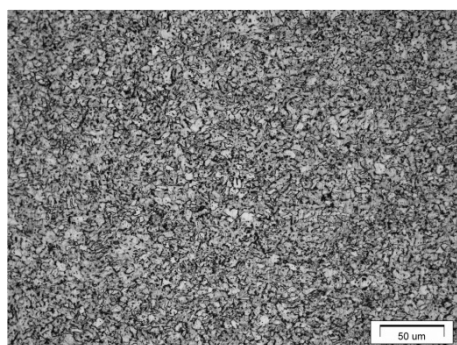
Уже после первого прохода РКУП-С структура титана сильно измельчается по сравнению с исходной и приобретает полосовой характер, особенно в продольном сечении заготовки (рис. 3). По данным ПЭМ, после первого прохода РКУП-С формируется фрагментированная структура с малоугловыми разориентировками. Большая часть границ волнистые и нечеткие (рис. 4, а). На ПЭМ снимках во многих областях структура имеет полосовой характер (рис. 4, б), в которой также встречаются полосы свободные от дислокаций. В продольном сечении доля удлиненных элементов больше, чем в поперечном. В обоих сечениях наблюдаются фрагменты, окруженные частично большеугловыми (б/у) и частично малоугловыми (м/у) границами, что характерно для материалов после первых проходов РКУП.

После второго прохода фрагменты становятся более мелкими (рис. 5, а), уменьшается доля элементов свободных от дислокаций (с монотонным контрастом).

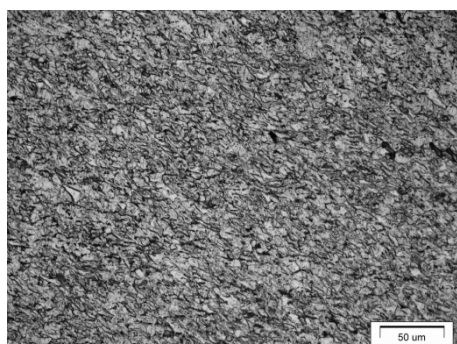
Также как и после первого прохода, наблюдается полосовая структура (рис. 5, б).

Наблюдаются как мелкие, так и крупные элементы структуры. При этом одни из них содержат дефекты, такие как дислокационные ячейки, зоны переплетения дислокаций и т. п., а другие относительно свободны от них.

В продольном сечении менее выражена удлиненность структуры (уменьшился коэффициент вытянутости) и образовались равноосные элементы относительно малых размеров (около 100 нм), скорее всего с м/у границами (рис. 5, в).

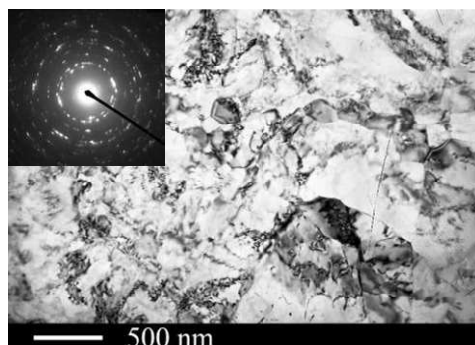


*a*

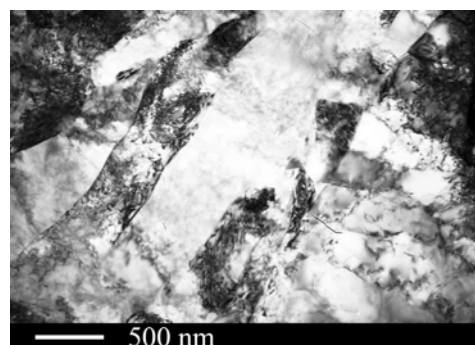


*б*

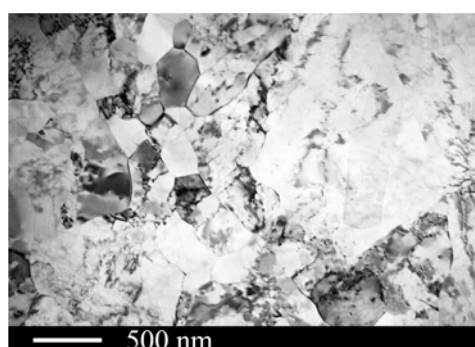
**Рис. 3.** Микроструктура после первого прохода: *a* – поперечное сечение, *б* – продольное



*a*

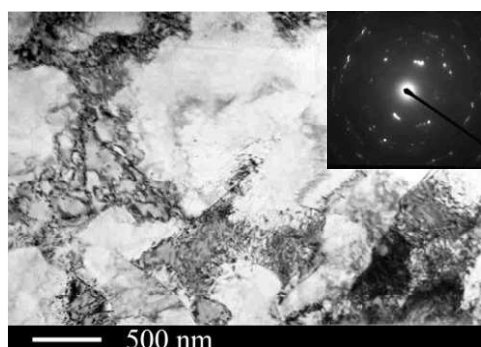


*б*

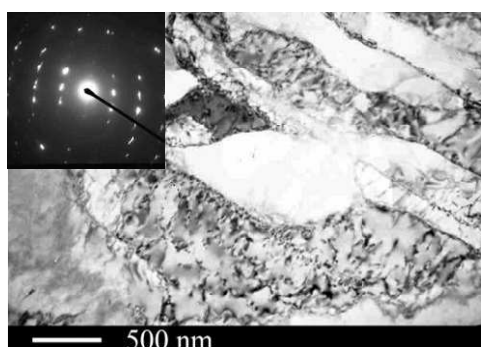


*в*

**Рис. 5.** ПЭМ-снимки микроструктуры Ti после двух проходов РКУП-С: *a, б* – поперечное сечение; *в* – продольное сечение



*a*

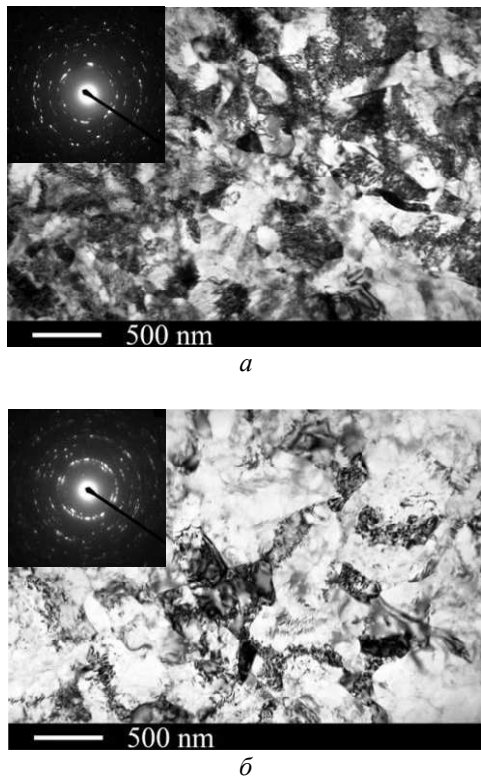


*б*

**Рис. 4.** ПЭМ-снимки микроструктуры Ti после одного прохода РКУП-С в поперечном сечении

С увеличением числа проходов при РКУП-С до 4 по выбранным режимам большая часть границ фрагментов/зерен остались нечеткие и извилистые. Вид микроструктуры (рис. 6) в продольном и поперечном сечениях заметно не различается. В обоих сечениях (плоскостях) структурные элементы более приближены к равноосной форме, отсутствуют области с явной полосовой структурой. Вид электронограмм с большим числом расположенных по кольцам рефлексов свидетельствует о формировании УМЗ структуры с большеугловыми границами зерен. Размер зерен/фрагментов составляет около 300 нм, однако из-за неоднородности структуры, высокой дефектности границ зерен, высокой плотности дислокаций точно определить

размер затруднительно. При увеличении числа проходов при РКУП-С9 до 6 вид полученной микроструктуры (рис. 7) в целом близок к УМЗ микроструктуре после 4 циклов.



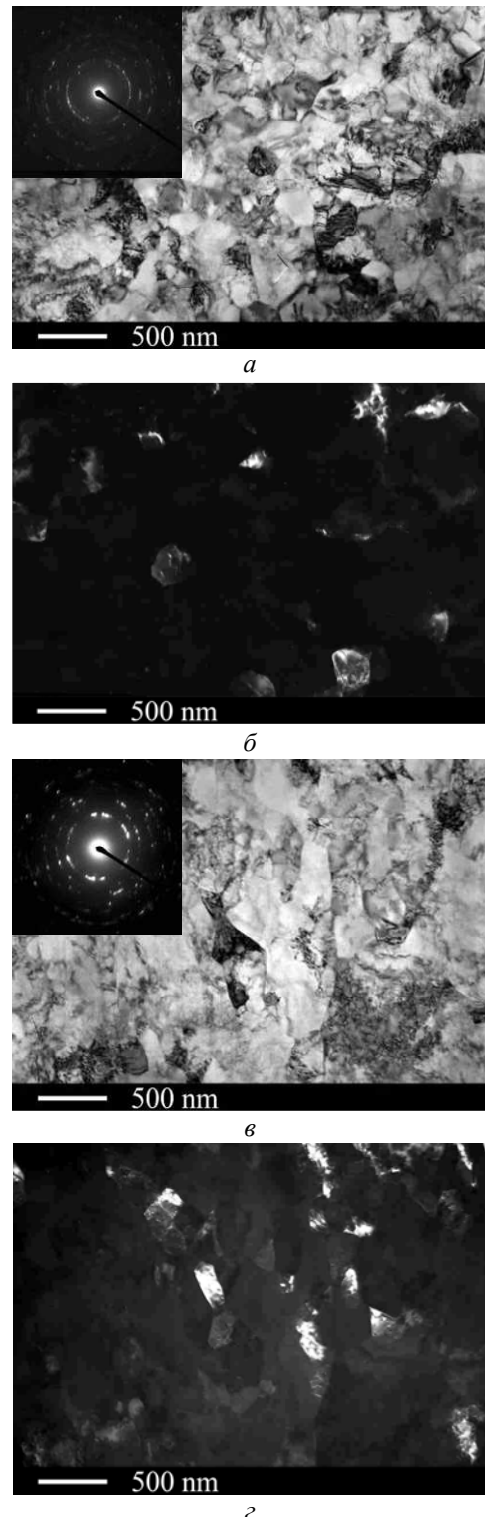
**Рис. 6.** ПЭМ-снимки микроструктуры Ti после четырех проходов РКУП-С: *а* – поперечное сечение; *б* – продольное сечение

Вид электронограмм и темнопольного изображения также свидетельствует о большеугловых разориентировках зерен. В темном поле и в поперечном и в продольном сечении высвечиваются большей частью равноосные зерна размером около 250 нм, т. е. структура, по видимому, несколько измельчилась по сравнению со структурой после 4 проходов.

Последующее волочение позволило получить прутки круглого сечения, наиболее востребованного промышленностью, и дополнительно измельчить структуру и повысить прочность. На рис. 8 представлены ПЭМ-изображения микроструктуры прутка Grade 4 в поперечном и продольном сечениях после РКУП-С и дополнительного волочения с квадрата 9 до Ø5 мм ( $\epsilon$  при волочении = 1,9). Как видно по рис. 8, деформация волочением приводит к дополнительному измельчению зерна до примерно 200 нм.

Границы зерен становятся более четко выраженными, что, возможно, свидетельствует об

активизации процессов динамической рекристаллизации при данной деформации.

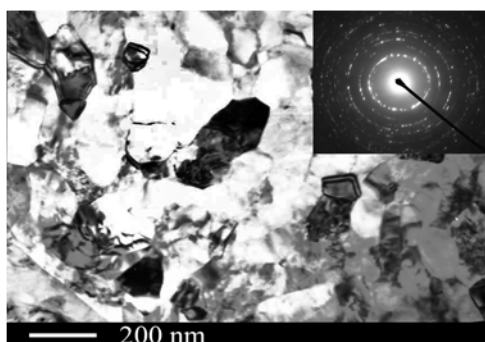


**Рис. 7.** ПЭМ-снимки микроструктуры Ti после шести проходов РКУП-С: *а, б* – поперечное сечение; *в, г* – продольное сечение

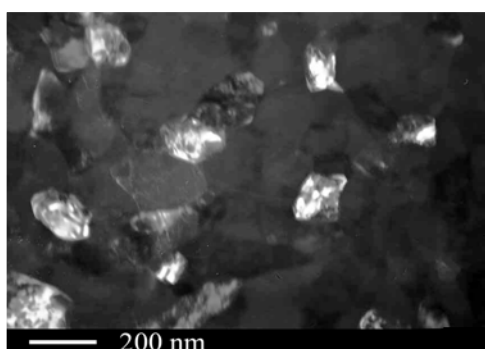
Приведенные дифракционные картины с многочисленными рефлексами по окружности, свидетельствуют о наличии большеугловых ра-

зориентировок границ зерен. В продольном сечении зерна вытянуты по направлению волочения (рис. 8). Похожая структура наблюдалась ранее в исследованиях титана, подвергнутого РКУП с прокаткой [4, 12, 13].

На рис. 9 представлена зависимость предела прочности ( $\sigma_b$ ) и удлинения до разрушения ( $\delta$ ) титана Grade-4 от величины накопленной деформации (числа циклов) при РКУП-Conform по результатам испытаний на растяжение. В результате первых двух циклов РКУП-С и измельчения структуры прочность быстро увеличивается с 700 до почти 950 МПа.



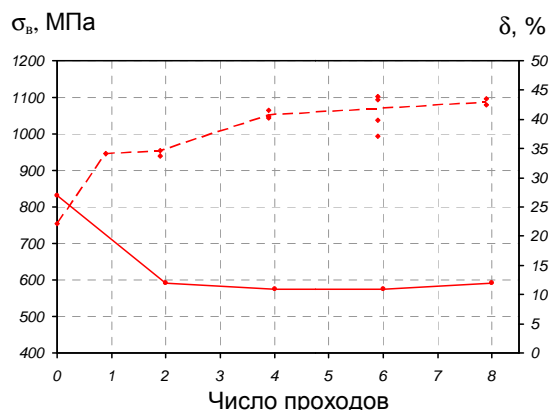
*a*



*b*

**Рис. 8.** ПЭМ-фотографии Ti Grade 4 после РКУП-С и дополнительного волочения на  $e = 1,9$  в поперечном сечении: *a* – светлое поле; *b* – темное поле

При дальнейшем увеличении числа циклов РКУП-С прочность также увеличивается, но уже с меньшей интенсивностью, достигая после восьми проходов почти 1100 МПа (при формировании УМЗ микроструктуры с размером зерна около 200 нм). В тоже время пластичность, установившись после первого цикла на уровне 12%, с дальнейшим ростом деформации почти не меняется.



**Рис. 9.** Зависимость предела прочности ( $\sigma_b$ ) и удлинения до разрушения ( $\delta$ ) титана Grade-4 от величины накопленной деформации (числа циклов) при РКУП-Conform при растяжении

В результате последующего волочения титана после РКУП-С с  $e = 1,9$  прочность дополнительно повышается, достигая 1300 МПа, при сохранении пластичности около 11%. Высокая эффективность и производительность метода РКУП-С позволяют создать на его основе промышленную технологию получения высокопрочного наноструктурного титана – перспективного материала для медицинских имплантатов. Достигнутые, после РКУП-Conform с волочением, механические свойства НС Grade-4 аналогичны и даже несколько выше свойств НС Grade-4, полученного РКУП с дополнительной термомеханической обработкой в работах [11, 12, 13].

## ВЫВОДЫ

1. При одном и двух проходах РКУП-С по выбранным режимам формируется неоднородная полосовая структура.
2. С увеличением числа проходов до 4 структура трансформируется в УМЗ и образуются большеугольные границы зерен. С дальнейшим увеличением количества проходов до 6 структура не изменяется, но размер зерна уменьшается до 250 нм.
3. В результате последующего волочения структура дополнительно измельчается до размера зерна 200 нм, границы становятся более четкими, что свидетельствует о процессах динамической рекристаллизации.
4. Предел прочности после 8 проходов РКУП-С возрастает до 1100 МПа и после волочения до 1300 МПа.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Валиев Р. З., Александров И. В.** Объемные наноструктурные металлические материалы. М.: Академкнига, 2007. 397 с.
2. Zhu Producing Bulk ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic deformation / R. Z. Valiev [et al] // JOM. 2006. Vol. 58, № 4. P. 33–39.
3. **Green D.** Continuous extrusion-forming of wire sections // J. Inst. Metals. 1972. 100. P. 295–300.
4. **Etherington C.** CONFORM – A new concept for continuous extrusion forming of metals. // ASME, Journal of Engineering for Industry, 1974, 96: pp. 893–900
5. Continuous Processing of Ultrafine Grained Al by ECAP-Conform Mater / G. I. Raab [et al] // Sci. Eng. A 382 (2004). P. 30–34.
6. Long-length Ultrafine-grained Titanium Rods produced by ECAP-Conform / G. I. Raab [et al] // Materials Science Forum. Vols. 584–586 (2008). P. 80–8.
7. **Рааб Г. И., Сафин Ф. Ф., Валиев Р. З.** Моделирование процесса равно-канального углового прессования по схеме «Конформ» титановой длинномерной заготовки // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2006. № 6. С. 41–44.
8. US Patent No. 7,152,448, USC 72/262 / Y. T. Zhu [et al]. Continuous Equal-Channel Angular Pressing, Los Alamos National Security, LLC (Los Alamos, NM), filed December 16 2004, issued December 26 2006
9. US Patent No. 6,399,215, USC 428/544 / Y. T. Zhu [et al]. Ultrafine-grained titanium for medical implants The Regents of the University of California (Los Alamos, NM), filed March 28 2000, issued June 4 2002
10. **Иголкин А. И.** Титан в медицине // Титан. 1993. № 1. С. 86.
11. Наноструктурный титан для биомедицинских применений: новые разработки и перспективы коммерциализации / Р.З. Валиев [и др.] // Российские нанотехнологии. 2008. Т. 3, № 9–10. С. 106–115.
12. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti / V. V. Stolyarov [et al] // Mater. Sci. Eng. A 299, 2001. P. 59–67.
13. **Raab G. I., Soshnikova E. P., Valiev R. Z.** Influence of temperature and hydrostatic pressure during equal channel angular on the microstructures of commercial-purity Ti // Mater. Sci. Eng. A 387-389, 2004, P. 674–677.

## ОБ АВТОРАХ

**Поляков Александр Вадимович**, аспирант. Дипл. инж. по физике металлов (УГАТУ, 2008). Иссл. в обл. объемных наноструктурных металлов.

**Гундеров Дмитрий Валерьевич**, зам. дир. Ин-та физики перспективн. материалов НИЧ. Канд. физ.-мат. наук по физике конденсированного состояния (Ин-т физики молекул и кристаллов УНЦ РАН, 2000). Иссл. в обл. объемных наноструктурных металлов.

**Рааб Георгий Иосифович**, вед. науч. сотр. Ин-та физики перспективн. материалов НИЧ. Д-р техн. наук по машинам и технологии обработки металлов давлением (Магнитогорск. гос. техн. ун-т, 2009). Иссл. в обл. технологии получения объемных наноструктурных металлов.

**Сошникова Евгения Петровна**, вед. инженер Ин-та физики перспективн. материалов НИЧ. Дипл. инж. по технологии сварочн. производства (УАИ, 1979). Иссл. в обл. объемных наноструктурных металлов.