Влияние режимов импульсного тока на механическое поведение при растяжении ультрамелкозернистого титана

О. Е. Корольков, М. С. Пугачев, А. В. Поляков, В. В. Столяров

Показано влияние длительности импульса и плотности импульсного тока на деформационное поведение и механические свойства при растяжении ультрамелкозернистого технически чистого титана Grade 4. Изучены режимы импульсного тока, которые способствуют повышению пластичности при растяжении без изменения микроструктуры рассматриваемого материала. Показана минимальная длительность импульса, необходимая для проявления электропластического эффекта.

Ключевые слова:
электропластический эффект, технически чистый титан, пластичность, импульсный ток

УДК 620.1, 67017 | ВАК 2.6.17, 2.6.4
DOI: 10.22184/2499-9407.2024.36.3.40.46

Введение

Благодаря своим физико-механическим свойствам и биосовместимости, технически чистый титан широко применяется в аэрокосмической промышленности и медицине. Однако его невысокая прочность ограничивает широкое применение и вынуждает переходить к менее чистым сортам – например Grade 4, а также формировать в нем ультрамелкозернистую (УМЗ) структуру методами интенсивной пластической деформации):

- кручение под высоким давлением;
- всесторонняя изотермическая ковка;
- равноканальное угловое прессование;
- винтовая экструзия [1, 2].

Наиболее востребованной областью применения технически чистого титана является медицина, где титан используется для производства имплантатов и эндопротезов. Технологии изготовления имплантов основаны на применении методов обработки давлением, включающих прессование, прокатку, волочение и штамповку.

УМЗ Grade 4 характеризуются высокой прочностью и низкой деформационной способностью. Повышение деформируемости ограничено применением высоких температур, которые приводят к росту зерен. Решением данной проблемы может стать деформация с использованием электропластического эффекта при температуре, не превышающей температуру начала рекристаллизации. Нагрев титана выше температуры 350 °С способствует увеличению толщины оксидной пленки, что затрудняет чистовую обработку полуфабрикатов имплантатов. Поэтому оптимальным решением является разработка технологии,

которая позволила бы не превышать данный температурный порог.

Электропластический эффект (ЭПЭ) – явление, при котором наблюдается снижение сопротивления металла деформации, а также улучшение его пластичности под влиянием электрического тока высокой плотности [3]. ЭПЭ в зависимости от вида и режима тока может проявляться как в виде отдельных скачков напряжений вниз [4] в упругой и упругопластической области при импульсном характере тока и соответствующей критической плотности, так и в виде снижения напряжений течения (при постоянном или высокочастотном токе) [4]. Физический механизм явлений ЭПЭ в основном обсуждается в рамках теплового эффекта тока и электрон-дислокационного взаимодействия («электронный ветер») [3]. При этом рассматривается только изменение напряжений, а повышенная деформируемость не объясняется. Принимая во внимание, что для некоторых режимов тока и схем деформации тепловой эффект незначителен (менее 100 °С), механизмы ЭПЭ остаются дискуссионными, однако практическая реализация эффекта является целесообразной.

Для реализации ЭПЭ важно подобрать вид (постоянный, переменный, импульсный) и режимы (плотность, частота, длительность, скважность) тока. Например, в работе [5] авторы, при растяжении CP Ti Grade 2 с внешним охлаждением использовали постоянный ток, скважность которого, как известно, равна нулю. В результате был сделан вывод об отсутствии ЭПЭ. Напротив, в работе [6] при растяжении титанового сплава ТС11 использовался импульсный ток плотностью 5–15 А / мм^2, частотой 100 Гц, скважностью $Q = 5$, длительностью импульса 2 мс при различных скоростях деформации (10^{-3}–10^{-1} с$^{-1}$). Максимальная температура испытания составляла 300 °С. Было обнаружено, что предел текучести титанового сплава ТС11 снижается с увеличением плотности тока и уменьшением скорости деформации, что способствует улучшению формуемости титанового сплава ТС11.

Авторы работы [7] при растяжении сплава Ti-6Al-4V использовали импульсный ток среднеквадратичной плотностью (4–12 А / мм^2), частотой 120 Гц, скважностью 139, длительностью импульса 60 мкс и максимальной температурой 600 °С и также продемонстрировали ЭПЭ в виде снижения напряжений течения. При этом отмечается, что влияние тока на механические характеристики в значительной степени зависит от абсолютной величины плотности тока. При минимальной плотности тока существенно снижаются напряжения течения без изменения относительного удлинения при комнатной температуре. При максимальной плотности тока температура образца повышалась до 600 °С, что вызвало десятикратное снижение напряжений течения и четырехкратное повышение относительного удлинения. Как видно, поиск режимов импульсного тока, позволивших бы увеличить деформацию до разрушения титана без повышения температуры, является актуальной задачей.

Таблица 1. Химический состав Grade 4, вес. %

Материал	N	C	H	Fe	O	Ti
Grade 4	0,01	0,04	0,012	0,42	0,36	Остальное

Целью работы является определение режимов импульсного тока, которые повышают пластичность при растяжении без изменения микроструктуры и способствуют снижению напряжений течения УМЗ титана Grade 4.

Материалы и методы исследований

Материалом исследования был выбран технически чистый титан Grade 4 в виде прутка сечением 10 × 10 мм^2 после интенсивной пластической деформации методом РКУП-КОНФОРМ [8] и последующего отжига при 350 °С в течение часа. Пруток был получен и поставлен Институтом физики перспективных материалов при Уфимском государственном авиационном техническом университете. Химический состав материала представлен в табл. 1.

На рис. 1 показана микроструктура Grade 4 в состоянии поставки. Зерна средним размером 300 нм имеют слегка вытянутую форму и прямолинейные границы, свидетельствующие о предварительной интенсивной пластической деформации материала (рис. 1а). Двойные рефлексы на снимке микродефракции могут свидетельствовать о наличии двойников деформации (рис. 1б).

Плоские образцы для растяжения были вырезаны в продольном направлении прутка электроэрозионным методом,

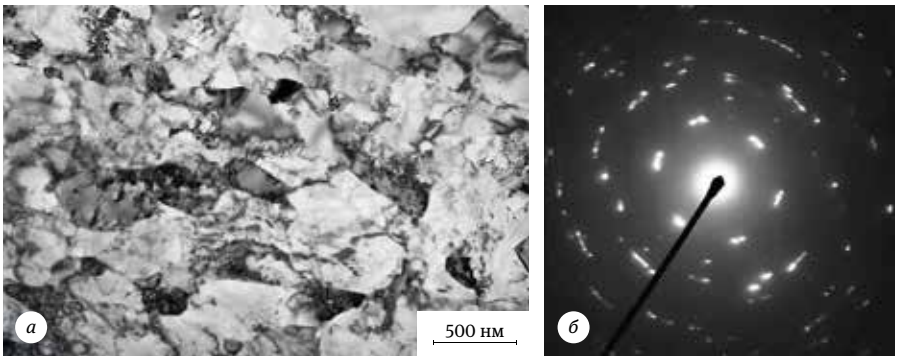

Рис. 1. Тонкая микроструктура (*а*) и картина микродефракции (*б*) УМЗ Grade 4

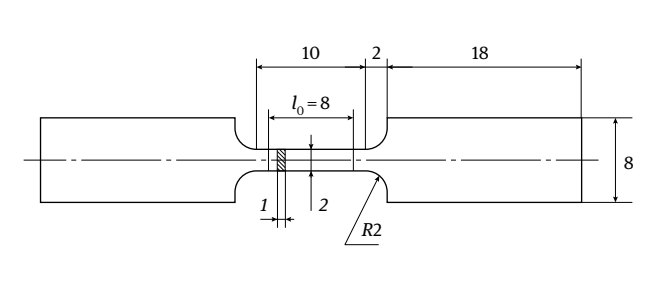

Рис. 2. Форма и размеры образцов для растяжения

форма и размеры образцов для растяжения показаны на рис. 2.

Растяжение выполняли на вертикальной разрывной машине Instron 1115. Скорость испытания составляла 1 мм/мин. К зажимам разрывной машины от генератора подводился импульсный ток амплитудной плотностью $j = 200$; 400 А/мм^2 и длительностью импульса $\tau = 100$, 500, 1000 мкс. Скважность составляла $q = T/\tau = 1/\nu\tau$ 10 000, 2000, 1000; где ν, T, τ – частота, период и длительность импульса, соответственно (см. вставка рис. 3). Импульсы подавались с частотой 1 Гц в ручном режиме.

Захваты образцов изолировались от машины проставками из стеклотекстолита. Температуру образца в процессе растяжения контролировали прибором Digital Thermometers UT320 Series и хромель-алюмелевой термопарой в центре образца с точностью ±2 °С. Амплитудную плотность тока контролировали с помощью осциллографа UNI-T UTD2025CL. Схема испытательного стенда установки показана на рис. 3.

Испытания на растяжение проводились согласно блок-схеме, показанной на рис. 4 в следующей последовательности: без тока (образец № 1), при плотности $j = 200$ А/мм^2 (образец № 2) и $j = 400$ А/мм^2 (образец № 3). Отдельные импульсы длительностью 100, 500, 1000 мкс при одинаковой частоте 1 Гц последовательно вводились в процессе растяжения каждого образца.

Микротвердость измерялась на микротвердомере ПМТ-3 при нагрузке 100 г, длительности выдержки 15 с, не менее десяти измерений на точку, точность измерения ±5% в зонах, показанных на рис. 5. Плотность тока в рабочих зонах *1*, *2* возрастала пропорционально уменьшению площади поперечного сечения и максимально оценивается как 690 А/мм^2. За счет склонности титана к шейкообразованию, в зоне *1* данный процесс шел особенно интенсивно. На головках образца (зона *3*) плотность тока составляла 50 и 100 А/мм^2.

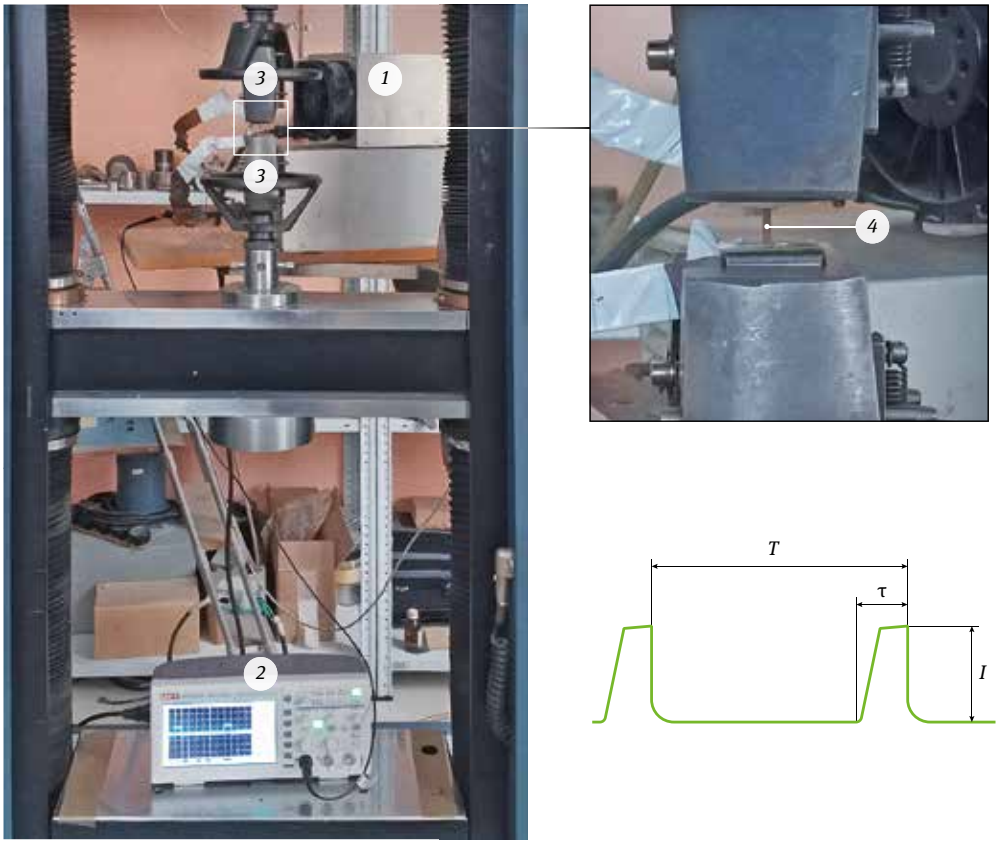

Рис. 3. Испытательная установка:
1 – генератор импульсного тока;
2 – осциллограф;
3 – захваты;
4 – образец.
На вставке схема осциллограммы импульсного тока

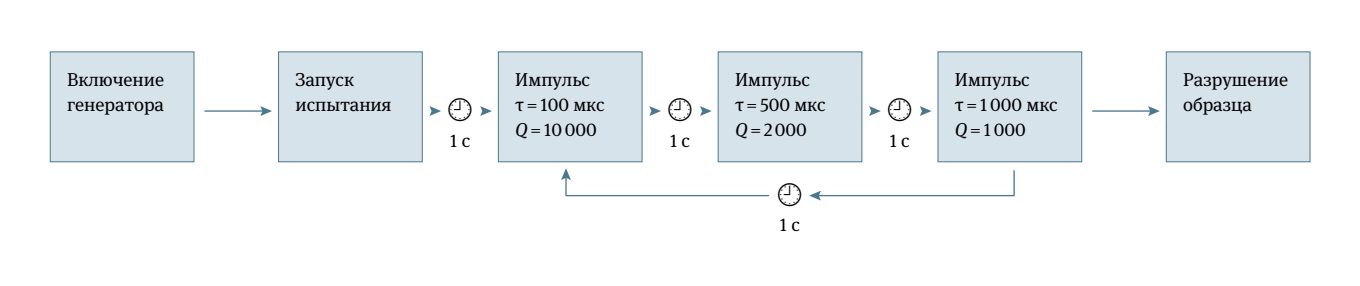

Рис. 4. Блок-схема последовательности изменения режима тока при растяжении с постоянной плотностью тока

Фрактографические изображения получены при помощи растрового сканирующего электронного микроскопа Tescan Mira 3 LMU.

Микроструктура тонких слоев образцов анализировалась с помощью просвечивающего электронного микроскопа JEM 2100. Заготовки для фольг были вырезаны электроэрозионным способом и с помощью абразивной бумаги механически утонены до толщины 100 мкм. Затем двусторонней струйной электролитической полировкой на TenuPol-5 (Struers LLC, USA) в растворе 5% хлорной кислоты, 35% бутанола и 60% метанола при температуре –30 °С были подготовлены фольги.

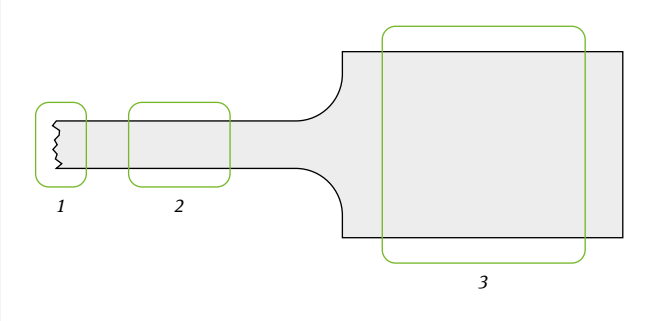

Рис. 5. Зоны исследования микротвердости: *1* – шейка; *2* – рабочая зона; *3* – головка

Результаты испытаний

На рис. 6 показаны кривые напряжение-деформация, полученные при растяжении без тока (кривая *1*), с током плотностью $j = 200$ А / мм^2 (кривая *2*) и $j = 400$ А / мм^2 (кривая *3*). Температура образцов в процессе растяжения была равна 25, 35 и 80 °С для испытания без тока и с током плотностью $j = 200$ и 400 А / мм^2 соответственно. Кривая *1* (без тока) характеризуется слабым деформационным упрочнением. Сосредоточенная в шейке деформация больше равномерной деформации. Введение импульсного тока

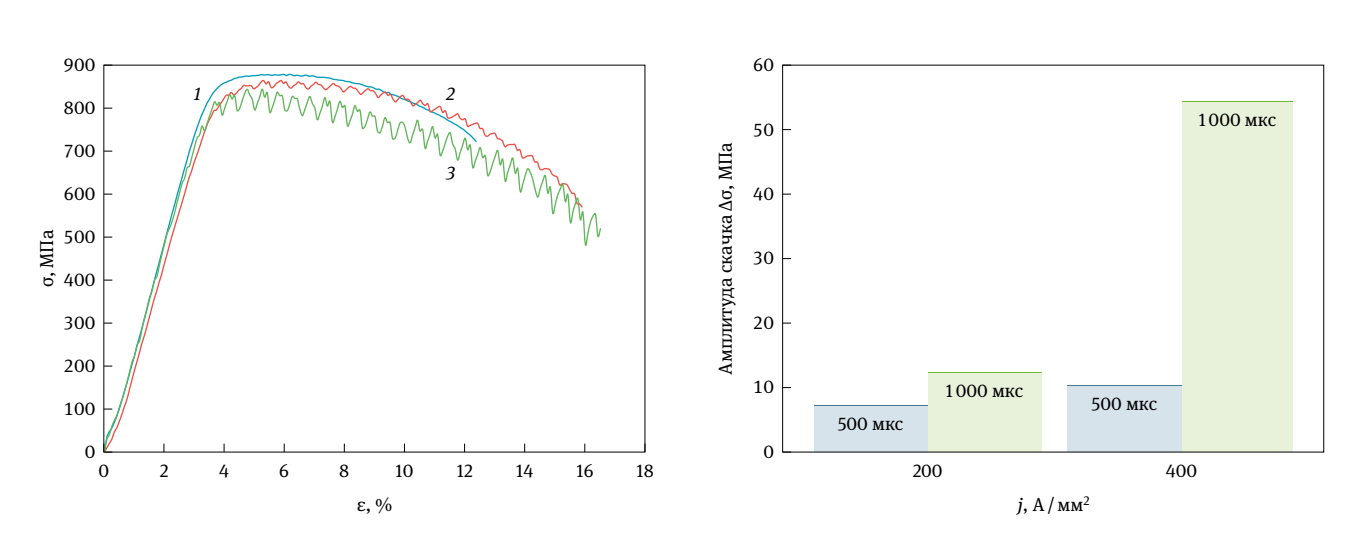

Рис. 6. Кривые напряжение-деформация: *1* – без тока; *2* – $j = 200$ А / мм^2; *3* – $j = 400$ А / мм^2

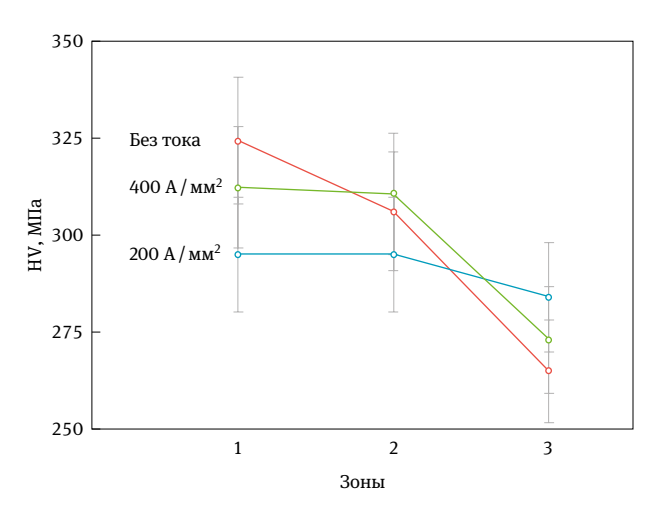

Рис. 7. Влияние плотности импульсного тока на микротвердость

плотностью 200 А / мм² (кривая *2*) сопровождается появлением скачков напряжения вниз амплитудой 7 и 10 МПа, для длительности импульса 500 и 1000 мкс соответственно. При плотности тока 400 А / мм² (кривая *3*) амплитуда скачков напряжения повысилась и составила 12 и 54 МПа для длительностей импульса 500 и 1000 мкс соответственно. Во всех случаях большая амплитуда скачка соответствовала меньшей скважности.

Повышение плотности тока повышает сосредоточенную деформацию в шейке, снижает предел прочности на 70 МПа и повышает относительное удлинение на 5% относительно растяжения без тока (кривые *1*, *3*). Импульсы тока длительностью 100 мкс при исследуемых плотностях тока не сопровождались скачками напряжения.

На рис. 7 показаны результаты измерения микротвердости в зависимости от плотности тока в разных зонах образца. Отмечается слабый, но превышающий погрешность измерения, рост средних значений микротвердости в деформационных зонах *1* и *2* для всех значений плотности тока. При этом максимальные значения микротвердости соответствуют зоне *1*. Что касается влияния плотности тока, то видно, что вариация микротвердости для каждой зоны не превышает погрешности измерения.

На рис. 8 показаны фрактографические изображения зоны разрушения образцов в центральной части поверхности изломов. Растяжение при отсутствии тока (рис. 8а) характеризуется чашечно-ямочным изломом и наличием единичных микропор размером не более 5 мкм. Размер чашек не более 15 мкм, ямок не более 5 мкм. Ток плотностью 200 А / мм² (рис. 8б) привел к отсутствию чашек при сохранении микропор. Увеличение плотности тока до 400 А / мм² привело к отсутствию чашек и увеличению размера и количества микропор (рис. 8в). Таким образом, введение тока увеличивает пористость и приводит к исчезновению чашек.

Обсуждение результатов

Обнаруженное в настоящей работе снижение напряжений течения при растяжении в сопровождении импульсного тока само по себе не является новым явлением, так как ранее было продемонстрировано для крупнокристаллического титана [9]. Однако титан, исследованный в настоящей работе, характеризуется УМЗ структурой, размер зерен в которой на два порядка меньше, чем в указанной работе. Это означает, что структурное измельчение качественно не повлияло на механизм проявления ЭПЭ. Однако количественные оценки ЭПЭ в УМЗ титане снижаются, как это показано в [4]. Нами ранее было

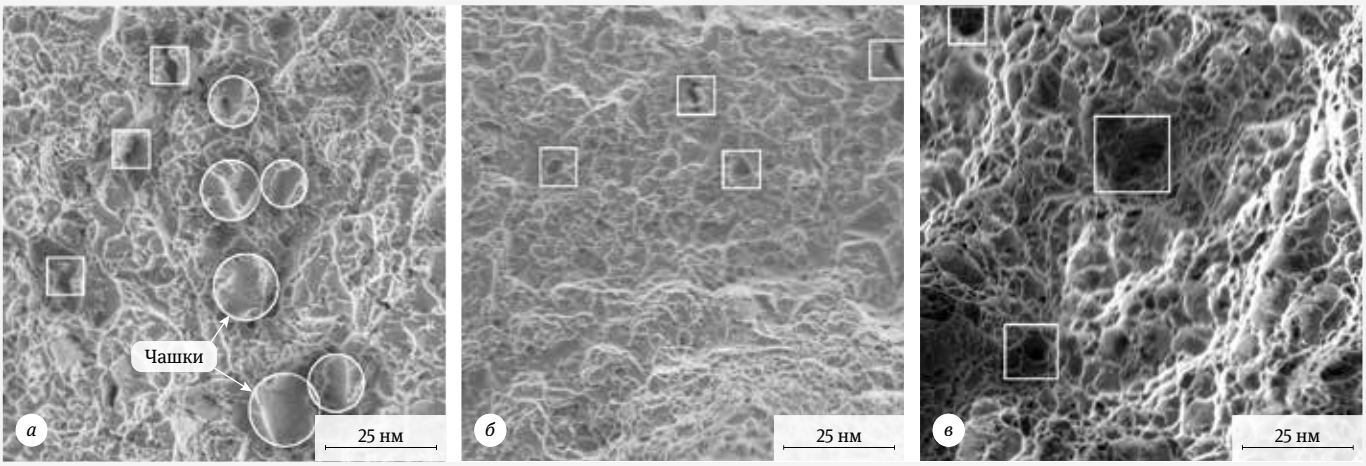

Рис. 8. Фрактографические изображения поверхности разрушения при растяжении: а – без тока, б – $j = 200$ А / мм², в – $j = 400$ А / мм². Квадратной рамкой отмечены поры, круглой – чашки

продемонстрировано снижение напряжений течения и для УМЗ-материала [4], однако увеличения пластичности не наблюдалось. Повышение относительного удлинения прямо связано с особенностями использованного режима тока, в котором происходило периодическое повышение длительности импульса от 10 до 1000 мкс и, по-видимому, релаксационное воздействие на структуру. Похожие результаты были получены в работе [10], где авторы при растяжении титановых сплавов применяли релаксацию напряжений, но без введения тока. Интересно, что повышение плотности тока от 200 до 400 А / мм^2 не привело к увеличению относительного удлинения. Известно, что основной вклад в общую деформацию в ГПУ титане вносит локализация деформации в шейке. Увеличение плотности тока в шейке привело к повышению температуры и значительному ухудшению механических характеристик титана, что нивелировало возможное действие ЭПЭ.

Другим важным параметром, зависимым от длительности импульса, является скважность. В работе [4] нами было показано влияние скважности, а также наличие критической плотности тока, при которой начинают проявляться скачки напряжения и влияние режимов тока на механическое поведение УМЗ Grade 4, однако увеличение пластичности тогда было меньшим, чем в настоящем исследовании. Это может быть связано с разной жесткостью применяемых в исследованиях горизонтальной и вертикальной машин [9, 11]. Еще одной причиной может быть меньшая плотность тока, чем в исследовании [4], в связи с чем увеличение плотности тока в шейке происходило медленнее, что позволило избежать преждевременного разрушение в следствии повышения температуры.

Вариация значений микротвердости при воздействии разной плотности тока в конкретной деформационной зоне не превышает погрешности измерений, что указывает на возможное отсутствие значительных структурных изменений. Однако слабое, но постоянное повышение микротвердости в деформируемых зонах *1*, *2* по отношению к недеформируемой зоне *3* является типичным следствием деформации при растяжении.

При растяжении, сопровождающемся воздействием тока, на поверхности разрушения наблюдается преимущественно вязкий ямочный излом [12]. Отсутствие корреляции между размером ямок и размером зерен указывает на механизм разрушения, возможно связанный с наследственным влиянием «старых» большеугловых границ, имевшихся в исходном рекристаллизованном

титане до РКУП. Повышение количества микропор при введении тока, скорее всего, связано с его локальным тепловым действием на границах и дефектах зерен [13], которые являются концентраторами напряжений [12]. Очевидно, что образование микропор ограничивает дальнейшее увеличение пластичности при повышении плотности тока до 400 А / мм^2.

Выводы

Показано, что электропластический эффект в УМЗ титане начинает проявляться в виде скачков напряжения вниз, когда пороговые (минимальные) значения плотности тока и длительности импульса достигают, соответственно, $j = 200$ А / мм^2 и $\tau = 500$ мкс.

Отсутствие значительных изменений микротвердости УМЗ титана в разных частях растягиваемого образца свидетельствует о стабильности структуры при изменении режимов импульсного тока.

Импульсный ток высокой скважности не влияет на вязкий характер разрушения УМЗ титана, но способствует увеличению микропористости и замене чашечно-ямочного излома на ямочный в зоне разрушения.

Литература

1. **Коршунов А. И.** Физико-механические свойства материалов после равноканального углового прессования. Особенности проявления: монография. Саров: ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ», 2013. 257 с.
2. **Semenova I., Polyakova V., Dyakonov G., Polyakov A.** Ultrafine-grained titanium-based alloys: structure and service properties for engineering applications, Advanced Engineering Materials, 2022, vol. 22, issue 1. 1900651, 13 p. https://doi.org/10.1002/adem.201900651.
3. **Баранов Ю. В., Троицкий О. А., Авраамов Ю. С., Шляпин А. Д.** Физические основы электроимпульсной и электропластической обработок и новые материалы. М.: МГИУ, 2001. 844 с.
4. **Корольков О. Е., Пахомов М. А., Поляков А. В., Валиев Р. З., Столяров В. В.** Влияние размера зерна и скважности на механическое поведение титана при растяжении с импульсным током // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов. 2022. № 14. С. 639–651. https://doi.org/10.26456/pcascnn/2022.14.639
5. **Magargee J., Morestin F., & Cao J.** Characterization of Flow Stress for Commercially Pure Titanium Subjected to Electrically Assisted Deformation. Journal of Engineering Materials and Technology, 2013. 135 (4). 041003. https://doi.org/10.1115/1.4024394
6. **Fei Yin, Shengtu Ma, Shan Hu, Yanxiong Liu, Lin Hua, Gary J. Cheng.** Understanding the microstructure evolution and mechanical behavior of titanium alloy during electrically assisted plastic deformation process. Materials Science and Engineering: A. 2023. vol. 869. 144815, ISSN 0921-5093, https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.144815
7. **Li X., Zhou Q., Zhao S., Chen J.** Effect of Pulse Current on Bending Behavior of Ti6Al4V Alloy. Procedia Engineering. 2014. 81. PP. 1799–1804. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.10.235
8. **Поляков А.В., Гундеров Д.В., Рааб Г.И., Сошникова Е. П.** Эволюция микроструктуры титана Grade 4 с изменением степени деформации при РКУП-CONFORM // Вестник Уфимского государственного авиационного технического университета. 2011. 15 (1 (41)). С. 95–100.
9. **Okazaki K., Kagawa M., Conrad H.** A study of the electroplastic effect in metals, Scripta Metallurgica, 1978, vol. 12, issue 11, pp. 1063–1068, ISSN 0036-9748, https://doi.org/10.1016/0036-9748(78)90026-1
10. **Eipert I., Sivaswamy G., Bhattacharya R., Amir M., Blackwell P.** Improvement in Ductility in Commercially Pure Titanium Alloys by Stress Relaxation at Room Temperature. Key Engineering Materials. 2014. Vol. 611–612, pp. 92–98. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/kem.611-612.92
11. **Subrahmanyam Adabala, Shivaprasad Cherukupally, Suman Guha, Raju D.V, Rahul K. Verma, Venkata Reddy N.** Importance of machine compliance to quantify electro-plastic effect in electric pulse aided testing: An experimental and numerical study, Journal of Manufacturing Processes. 2022. vol. 75. pp. 268–279, ISSN 1526-6125, https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2021.12.027
12. **Smirnov I. V.** Strength Characteristics and Fracture of Ultrafine-Grained Titanium Grade 4 Processed by Equal Channel Angular Pressing-Conform. Tech. 2019. Phys. 64. PP. 497–505. https://doi.org/10.1134/S1063784219040212
13. **Moon-Jo Kim, Sangmoon Yoon, Siwook Park, Hye-Jin Jeong, Ju-Won Park, Kuntae Kim, Janghyun Jo, Taehoon Heo, Sung-Tae Hong, Seung Hyun Cho, Young-Kyun Kwon, In-Suk Choi, Miyoung Kim, Heung Nam Han.** Elucidating the origin of electroplasticity in metallic materials Applied Materials Today. 2020. 21. 100874 https://doi.org/10.1016/j.apmt.2020.100874

Авторы

Корольков Олег Евгеньевич – научный сотрудник ИМАШ РАН

Пугачев Максим Сергеевич – научный сотрудник ИМАШ РАН

Поляков Александр Вадимович – кандидат технических наук, старший научный сотрудник Уфимского университета науки и технологий

Столяров Владимир Владимирович – доктор технических наук, главный научный сотрудник ИМАШ РАН

ТЕРМООБРАБОТКА

Семнадцатая международная специализированная выставка

Единственная в России выставка термического оборудования и технологий

17 - 19 сентября 2024

Россия, Москва, ЦВК “Экспоцентр”, павильон 7, зал 1

Основные разделы:

- Оборудование для термической и химико-термической обработки
- Промышленные печи и сушильные шкафы
- Жаропрочная оснастка
- Индукционное оборудование
- Огнеупорные и теплоизоляционные материалы
- Изделия из графита, углеродного волокна и углерод-углеродных композитов
- Лабораторное и контрольно-измерительное оборудование
- Вакуумная техника
- Автоматизация производства

Организатор:

Мир-Экспо

ufi Approved Event

В рамках выставки "Термообработка - 2024" 18 сентября пройдёт

Семнадцатая международная научно-практическая конференция "Инновационные технологии термообработки»

Место проведения: Москва, ЦВК "Экспоцентр", павильон 7, зал 1, конференц-зал

Информационная поддержка:

Официальный сайт выставки:
www.htexporus.ru

Телеграм-канал «Термообработка» @termoobrabotka

YouTube termoobrabotka

@htexpo_ru