

PACS: 68.55.jm

В.Д. Ситдииков, И.В. Александров, Р.К. Исламгалиев

## РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ СПЛАВА Ti GRADE 4, ПОДВЕРГНУТОГО РКУП-К

Уфимский государственный авиационный технический университет  
ул. К. Маркса, 12, г. Уфа, 450000, Россия

Статья поступила в редакцию 5 октября 2012 года

*В настоящей работе методом рентгеноструктурного анализа исследовано влияние температуры равноканально-углового прессования–«конформ» (РКУП-К) на микроструктуру и механизмы деформации объемных заготовок из Ti Grade 4. Заготовки подвергали РКУП-К с числом проходов от 1 до 8 по маршруту  $V_C$  при температурах 200 и 400 °С. Установлено, что эволюция микроструктуры и кристаллографической текстуры имеет особенности, зависящие от температуры РКУП-К. Кроме того, обнаружены закономерности формирования преимущественных ориентировок, а также оценена активность тех или иных систем скольжения и двойникового в титановых заготовках в зависимости от числа проходов и температуры РКУП-К.*

**Ключевые слова:** равноканально-угловое прессование–«конформ», Ti Grade 4, рентгеноструктурный анализ

### Введение

В настоящее время среди методов интенсивной пластической деформации (ИПД) основными методами являются РКУП и кручение под высоким давлением [1–3]. Данные методы позволяют получать объемные наноструктурные и ультрамелкозернистые (УМЗ) заготовки из различных металлов и сплавов, характеризующиеся повышенными механическими свойствами и высоким потенциалом промышленного использования. В частности, к настоящему времени показано, что материалы, подвергнутые ИПД, могут демонстрировать очень высокую прочность в сочетании с достаточной пластичностью, высокую усталостную прочность, низкотемпературную или высокоскоростную сверхпластичность [1]. При этом характерной особенностью объемных наноструктурных материалов, полученных методами ИПД, являются крайне малый размер зерен, наличие высокой плотности дефектов кристаллического строения в границах зерен и их сильнонеравновесное состояние [1–3].

С целью производства объемных наноструктурных заготовок для промышленного применения и повышения эффективности этих методов в Уфимском государственном авиационном техническом университете пред-

ложен ряд новых методов. Среди них: РКУП в параллельных каналах и РКУП-К [3]. Особенно интересным с практической точки зрения является РКУП-К, поскольку данный процесс позволяет получать длинномерные прутки с улучшенными прочностными свойствами [3]. Повышению прочности может способствовать понижение температуры деформации РКУП-К и выбор оптимального числа проходов.

Известно, что температура – один из важнейших параметров пластической деформации, в том числе при ИПД [1,2]. Понижение температуры может активизировать новые системы скольжения, системы двойникования, заблокировать механизмы переползания дислокаций. При низких температурах становятся невозможными процессы динамического возврата и рекристаллизации.

РКУП-К – достаточно новый процесс, и в связи с этим влияние температуры РКУП-К на характер измельчения структурных составляющих, действующих систем скольжения и систем двойникования все еще не исследовано. Традиционное РКУП Ti Grade 4 обычно проводят при достаточно высоких (400°C) температурах [1,2]. В связи с этим актуальным является исследование возможности понижения температуры РКУП, в том числе РКУП-К, что позволило бы повысить эффективность данного метода. В то же время следует помнить, что при слишком низких температурах появляются проблемы стойкости оснастки и вопросы, связанные с необходимостью прикладывать очень высокие усилия деформации.

Рентгеноструктурный анализ (РСА), дающий возможность оценить размер областей когерентного рассеяния (ОКР), упругие микроискажения кристаллической решетки, плотность дислокаций, активность действующих систем скольжения и двойникования и т.д., является важнейшим инструментом исследования объемных наноструктурных материалов. С помощью РСА можно успешно контролировать изменения микроструктуры и устанавливать механизмы, приводящие к таким изменениям [4].

Цель данной работы – РСА влияния температуры и числа проходов РКУП-К на характер эволюции микроструктуры и механизмы, обеспечивающие течение материала в ходе РКУП-К, а также выявление структурных параметров, ответственных за формирование высокопрочного состояния.

## 2. Материал и методика рентгеноструктурного анализа

В качестве исходного материала был выбран Ti марки Grade 4 (Ti – 99.45 wt%, C – 0.04, Fe – 0.14, N<sub>2</sub> – 0.006, H<sub>2</sub> – 0.0015, O<sub>2</sub> – 0.36 wt%) со средним размером зерен 10 μm. Исходные заготовки отожженного Ti имели форму прямоугольного параллелепипеда с длиной 250 mm и квадратным основанием 11 × 11 mm. Заготовки были подвергнуты РКУП-К при температурах 200 и 400°C. Различный уровень степени накопленной деформации достигали за счет неоднократного продавливания образца через два канала, пересекающихся под углом  $\Phi = 120^\circ$  (рис. 1).

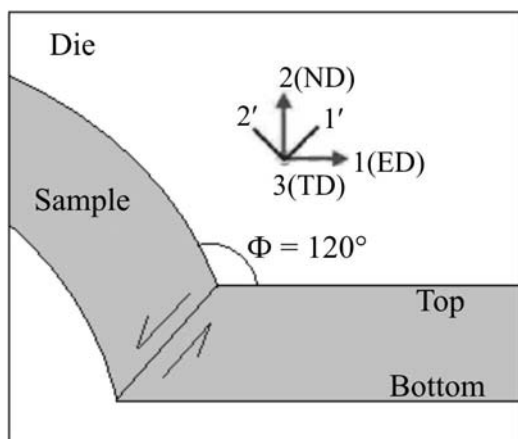


Рис. 1. Схема, иллюстрирующая РКУП-К, и использованная система координат

жонном пучке. Для расчетов использовали длины волн  $\lambda_{K_{\alpha 1}} = 1.54060 \text{ \AA}$  и  $\lambda_{K_{\alpha 2}} = 1.54439 \text{ \AA}$ . Общий вид рентгенограмм снимали с шагом сканирования  $0.05^\circ$  и временем экспозиции в каждой точке, равным 5 с. Прецизионные съемки для выделенных рентгеновских пиков осуществляли с шагом  $0.02^\circ$  и временем счета, равным 10 с. Количественную оценку размеров ОКР, среднеквадратичных микроискажений проводили с использованием программного пакета PDXL ([www.rigaku.com](http://www.rigaku.com)). Плотность дислокаций рассчитывали согласно методике, разработанной в работе [5].

Анализ процессов текстуробразования был выполнен с использованием дифрактометра ДРОН-3м, оснащенного автоматической текстурной приставкой. При съемке полюсных фигур (ПФ) использовали фильтрованное рентгеновское излучение  $\text{Cu } K_{\alpha 1}$ . Съемку на отражение проводили в пределах изменения радиального угла  $\gamma$  от 0 до  $75^\circ$  и азимутального угла  $\delta$  от 0 до  $360^\circ$ .

Диаметр облучаемой области соответствовал 0.6 mm. Исследование осуществляли в геометрическом центре поперечного сечения заготовки (плоскость 2–1) (рис. 1). В результате получали набор интенсивностей отраженных рентгеновских лучей. Функции распределения ориентировок (ФРО) и полные ПФ строили, основываясь на результатах съемки неполных ПФ для плоскостей  $(10\bar{1}0)$ ,  $(0002)$  и  $(10\bar{1}1)$ . Результаты экспериментальных исследований представляли в виде полных ПФ и ФРО, рассчитанных с использованием пакета программ LaboTEX [6].

### 3. Методика моделирования кристаллографических текстур

Моделирование процессов текстуробразования проводили в рамках вязкопластической самосогласованной (ВПСС) модели [7]. В качестве исходной текстуры использовали экспериментальную текстуру образца Ti, представленную в виде 1000 отдельных ориентировок. Учет влияния двойникования на кристаллографическую текстуру осуществляли по схеме преобла-

РКУП-К проводили по маршруту  $B_C$ , при котором между последовательными проходами образец поворачивали на угол  $90^\circ$  относительно продольной оси заготовки (ось 1).

Экспериментальные данные были получены с использованием рентгеновского дифрактометра Rigaku Ultima IV с фокусировкой гониометра по методу Брэгга–Брентано. Съемку образцов проводили с использованием  $\text{Cu } K_{\alpha}$ -излучения (40 kW, 30 mA) и плоского графитового монохроматора  $(0002)$  на отра-

дающей переориентации двойникованием, предложенной Tomé [8]. Деформационное упрочнение процессов текстурообразования рассчитывали согласно модели Voce [9].

Для выявления активных систем скольжения, которые ответственны за появление тех или иных максимумов на ПФ, на основе литературного анализа были выбраны наиболее типичные для Ti с ГПУ-решеткой семь систем скольжения и двойникования. К этим системам относятся: базисные  $\{0001\} \langle \bar{1}\bar{1}20 \rangle$ , призматические  $\{10\bar{1}0\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$ , пирамидальные 1-го рода  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$  и  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$ , пирамидальные 2-го рода  $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$  системы скольжения, а также системы двойникования растяжением  $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$  и сжатия  $\{2\bar{1}\bar{1}2\} \langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle$ .

Каждому семейству плоскостей скольжения и двойникования задавали значение относительного критического скалывающего напряжения сдвига  $\tau_0$ . Для различных систем скольжения и двойникования значения  $\tau_0$  были взяты для различных температур из [10].

#### 4. Результаты и их обсуждение

**Рентгеноструктурные исследования.** Сравнительный анализ характеристик микроструктуры, установленных методом РСА при температурах 200 и 400°C, показывает, что в наноструктурном состоянии, полученном в результате РКУП-К, размеры ОКР, уровень упругих микроискажений кристаллической решетки, а также плотность дислокаций существенно отличаются от таковых в крупнокристаллическом состоянии (табл. 1).

Таблица 1

Параметры структуры образцов титана, полученных методом РКУП-К

Состояние	ОКР, nm		Микроискажения $\langle \varepsilon^2 \rangle$ , $10^{-4}$		Плотность дислокаций $\rho$ , $10^{15} \text{ m}^{-2}$	
	200°C	400°C	200°C	400°C	200°C	400°C
Исходное	69.5 ± 11		7.81 ± 1.02		~ 0.13	
1 проход	31 ± 3	38 ± 4	15.13 ± 1.84	15.32 ± 1.93	~ 0.58	~ 0.46
2 прохода	28 ± 3	34 ± 3	18.76 ± 2.17	16.61 ± 2.23	~ 0.79	~ 0.57
4 прохода	26 ± 3	32 ± 3	20.03 ± 2.24	13.09 ± 1.71	~ 0.90	~ 0.48
8 проходов	25 ± 2	–	24.90 ± 2.30	–	~ 1.17	–
6 проходов	–	33 ± 2	–	9.19 ± 1.06	–	~ 0.32

Размер ОКР в результате шести проходов РКУП-К ( $T = 400^\circ\text{C}$ ) уменьшается примерно в два раза (по сравнению с таковым в крупнокристаллическом состоянии) и составляет  $33 \pm 2 \text{ nm}$ , что не противоречит результатам, полученным в работе [11] для технически чистого Ti (grade 2). При 400°C измельчение ОКР меньше, чем при 200°C, и зависимость его от числа проходов немонотонная (табл. 1). Величина среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки после большого числа проходов начинает па-

дать так же, как и плотность дислокаций. Это указывает на протекание при 400°C процессов динамического возврата и, возможно, динамической рекристаллизации.

При понижении температуры РКУП-К до 200°C происходит закономерное уменьшение размеров ОКР с увеличением числа проходов. При этом уровни среднеквадратичных микроискажений и плотность дислокаций монотонно растут. Уровень среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки после 1-го прохода РКУП-К примерно в два раза, а после 8 проходов – примерно в четыре раза превышает аналогичную величину, соответствующую крупнокристаллическому состоянию. В то же время плотность дислокаций в результате 8 проходов РКУП-К возрастает более чем в девять раз ( $\rho \sim 1.17 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , табл. 1), что свидетельствует о высокой плотности внесенных дефектов. Однако данное значение плотности дислокаций несколько ниже по сравнению с таковым для чистого Ti после 8 проходов РКУП с последующей холодной прокаткой ( $\rho \sim 3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ ) [11]. Данное различие, по-видимому, связано с чистотой сопоставляемых материалов, степенью и температурой деформации.

Таким образом, РСА показывает, что действительно понижение температуры проведения РКУП-К способствует дополнительному измельчению микроструктуры и затрудняет протекание процессов динамического возврата.

С другой стороны, значительное измельчение зеренной структуры может быть также достигнуто с помощью других методов ИПД. В частности, представляет интерес сравнение результатов, полученных на образцах, подвергнутых РКУП-К, с результатами РСА-исследований образцов титана (табл. 2), измельченных методами криогенного размола [12], интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК) [1], всестороннейковки [13].

Таблица 2

**Параметры структуры порошковых образцов титана, полученных различными методами ИПД**

Состояние	ОКР, nm	Микроискажения $\langle \epsilon^2 \rangle, 10^{-4}$	Плотность дислокаций $\rho, 10^{15} \text{ m}^{-2}$
Порошок, подвергнутый криогенному размолу	61.8	6.01	0.11
Криогенный размол + ИПДК (10 оборотов)	21.9	24.4	1.31
Криогенный размол + всесторонняя ковка	17.5	9.8	0.66
Криогенный размол + всесторонняя ковка + ИПДК (5 оборотов, 300°C)	20.6	30.7	1.75

Из табл. 2 следует, что применение ИПДК приводит к дополнительному измельчению зеренной структуры в порошках, предварительно подвергну-

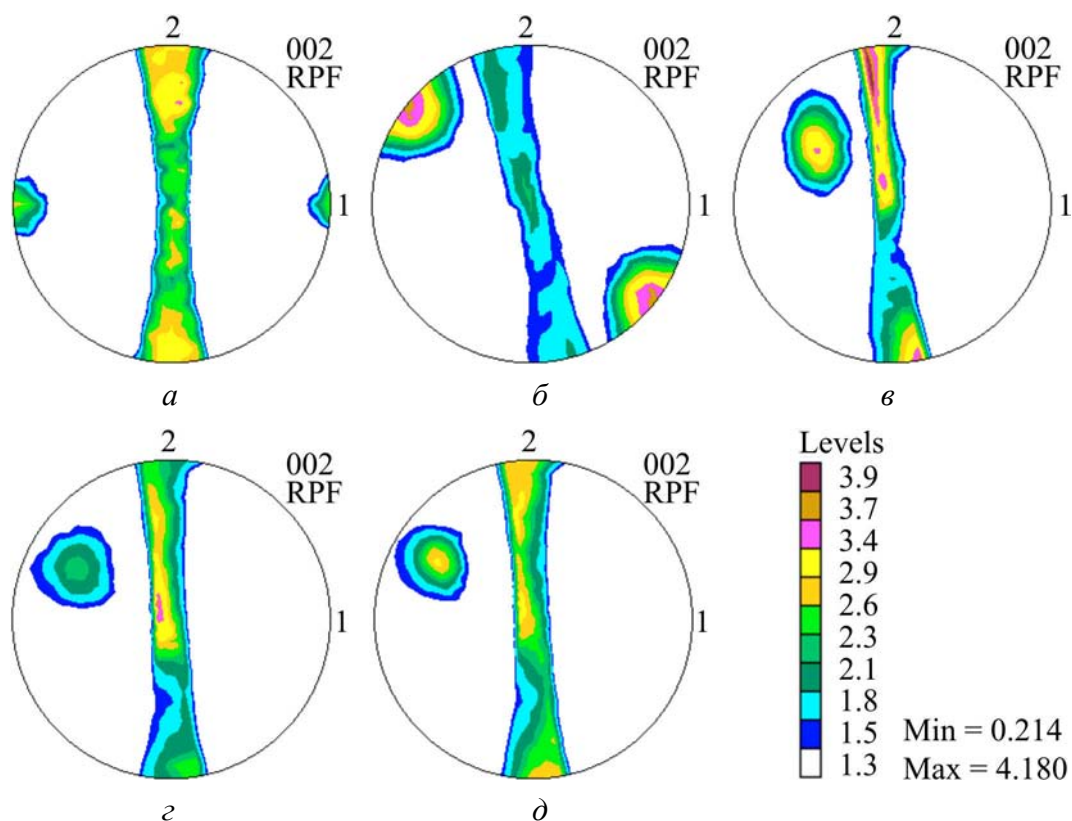
тых криогенному размолу. В частности, размер ОКР снижается с 61 до 22 nm, при этом среднеквадратичные микроискажения и плотность дислокаций достигают значений  $24.4 \cdot 10^{-4}$  и  $1.31 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$  соответственно. В результате всестороннейковки размер ОКР уменьшается существенно, однако микроискажения и плотность дислокаций относительно невысоки (табл. 2). Комбинация всестороннейковки с ИПДК при 300°C приводит к тому, что размер ОКР в порошке титана уменьшается примерно в 3 раза и составляет около 20 nm, при этом плотность дислокаций достигает величины  $1.75 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ , что свидетельствует о высокопрочном состоянии.

Таким образом, результаты исследований методом РСА показывают, что в монолитных образцах титана, полученных консолидацией порошков различными методами ИПД, можно также сформировать нанокристаллическую структуру, характеризующуюся малым размером ОКР и чрезвычайно высокой плотностью дислокаций. Вместе с тем наблюдающиеся в них значения ОКР существенно ниже, а величины среднеквадратичных микроискажений кристаллической решетки и плотности дислокаций существенно выше по сравнению с таковыми для образцов, подвергнутых РКУП-К при температуре 200°C.

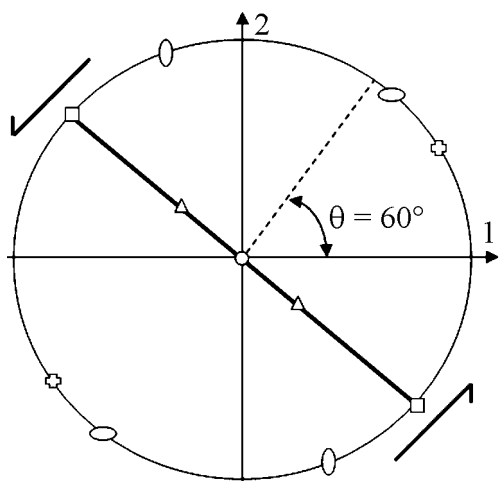
**Текстурные исследования.** Экспериментальные полные ПФ (0002) в различных исследованных состояниях при температуре 400°C представлены на рис. 2. На периферии ПФ исходного состояния наблюдаются два текстурных максимума, относящихся к ориентировке типа  $\{0001\} \langle \bar{1} \bar{1} 20 \rangle$  (рис. 2,а). В центре ПФ располагается фибра  $\{01 \bar{1} 0\} \langle uv\bar{t}w \rangle$ , ориентированная вдоль вертикальной оси ПФ. Расположение текстурных максимумов на ПФ (0001) в исходном состоянии подобно тому, что наблюдается при прокатке [9], и обусловлено термомеханическим процессом получения исходного прутка.

Экспериментальная ПФ (0002) после первого прохода РКУП-К при  $T = 400^\circ\text{C}$  (рис. 2,б) характеризуется двумя главными максимумами, расположенными на периферии ПФ под углами  $\sim 60^\circ$  по отношению к оси 1, соответствующей ориентации продольной оси заготовки. Расположение текстурных максимумов подобно тому, что наблюдается при обычном РКУП с углами пересечения каналов  $120^\circ$ . При этом такую текстуру можно охарактеризовать с помощью идеальных ориентировок  $H1_\theta$ ,  $H2_\theta$ ,  $H3_\theta$ ,  $H4_\theta$ ,  $H5_\theta$  и  $H6_\theta$ , соответствующих текстуре простого сдвига (рис. 3) [14]. Максимумы свидетельствуют об активности базисных систем скольжения в плоскости сдвига (ориентировка  $H1_\theta$ ) и систем двойникования (ориентировка  $H6_\theta$ ).

Кроме того, в центре ПФ виден еще один максимум, соответствующий ориентировке  $H2_\theta$  (0001)  $\langle \bar{1} 0 10 \rangle$  (рис. 2,б и 3). Характер расположения всех текстурных максимумов на ПФ (0002) указывает на то, что базисные плоскости установлены преимущественно параллельно плоскости сдвига (плоскость пересечения каналов). При этом они благоприятно ориентированы для скольжения  $\langle a \rangle$  дислокаций по данной плоскости, а также по пирамидальным плоскостям первого и второго порядков.



**Рис. 2.** Экспериментальные ПФ (0002) для Ti Grade 4 в различных состояниях: *a* – исходное, *б* – 1 проход РКУП-К, *в* – 2, *г* – 4, *д* – 8 проходов. Продольное сечение,  $T = 400^\circ\text{C}$



**Рис. 3.** Положения идеальных ориентировок простого сдвига при РКУП-К на ПФ (0001) для металлов с ГПУ-решеткой ( $c/a = 1.633$ ) [12]:  $\square$  –  $H1_\theta$ ,  $\circ$  –  $H2_\theta$ ,  $\triangle$  –  $H3_\theta$ ,  $\oplus$  –  $H4_\theta$ ,  $\diamond$  –  $H5_\theta$ ,  $\circ$  –  $H6_\theta$ . Угол пересечения каналов  $120^\circ$

После 2 проходов кристаллографические ориентировки зерен отличаются от таковых, характерных для состояния после 1-го прохода. Об этом свидетельствует изменение расположения текстурных максимумов (рис. 2, *в*). Базисная плоскость, которая была параллельна плоскости сдвига (перпендикулярна плоскости 1–2) после 1-го прохода, поворачивается на угол  $\sim 30^\circ$  относительно оси 2. Это приводит к появлению новой ориентировки  $(01\bar{1}\bar{1}) \langle \bar{2}111 \rangle$ , смещенной к центру ПФ. Кроме того, полюсная плотность ориентировки  $H2_\theta$  (0001)  $\langle \bar{1}010 \rangle$  усиливается, а «двойниковая» ориентировка  $H6_\theta$  ( $12\bar{3}0$ )  $\langle 0001 \rangle$  исчезает (рис. 2, *в*).

После 4 и 8 проходов вид ПФ практически не изменяется и она похожа на ПФ после 2 проходов (рис. 2,в). В то же время после 4 проходов усиливается ориентировка  $H_{2\theta}$  (0001)  $\langle \bar{1}010 \rangle$  в центре ПФ (рис. 2,з). Кроме того, полюсная плотность ориентировки  $(\bar{1}2\bar{1}1) \langle 31\bar{4}1 \rangle$ , близкой к центру ПФ и относящейся к пирамидальному типу, имеет тенденцию к незначительному росту с увеличением числа проходов РКУП-К.

Экспериментальные полные ПФ (0002) Ti Grade 4 после 1, 2, 4 и 6 проходов РКУП-К при температуре 200°C представлены на рис. 4. В целом ПФ в различных структурных состояниях при температуре 200°C похожи на таковые, полученные для образцов, подвергнутых РКУП-К при температуре 400°C. Однако ориентировки  $H_{2\theta}$  (0001)  $\langle \bar{1}010 \rangle$  и  $H_{6\theta}$   $(12\bar{3}0) \langle 0001 \rangle$ , сформированные в результате 1-го прохода РКУП-К при температуре 200°C, остаются стабильными вплоть до больших степеней деформации. Кроме того, полюсная плотность ориентировки  $(01\bar{1}\bar{1}) \langle \bar{2}111 \rangle$ , относящейся к пирамидальному типу, усиливается при увеличении числа проходов РКУП-К.

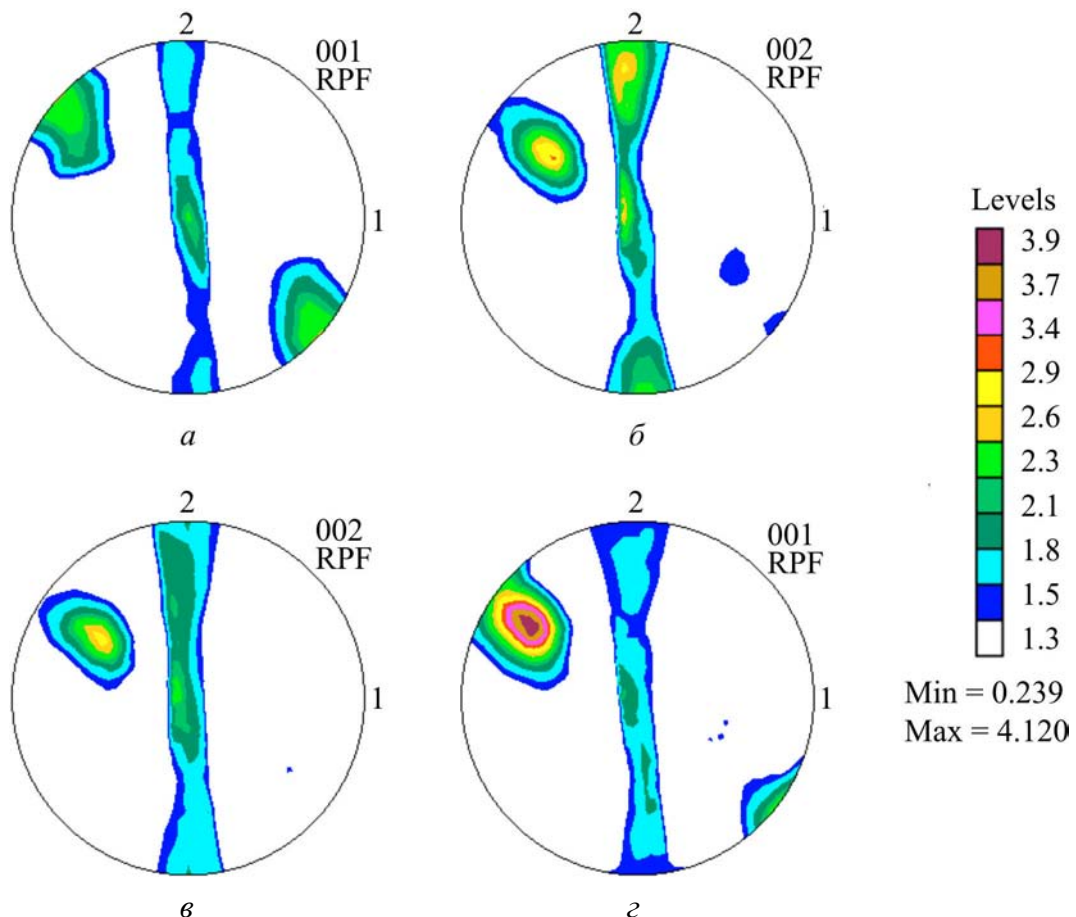


Рис. 4. Экспериментальные ПФ (0002) для Ti Grade 4 в различных состояниях: *a* – 1 проход РКУП-К, *б* – 2, *в* – 4, *з* – 6 проходов. Продольное сечение,  $T = 200^\circ\text{C}$



В целом интерпретация полученных экспериментальных кристаллографических текстур представляет собой значительные сложности, поскольку не позволяет устанавливать действующие системы скольжения или двойниковогоания. В связи с этим был проведен анализ процессов текстурообразования при ИПД методом компьютерного моделирования в рамках ВПСС-модели.

На рис. 5 представлены результаты моделирования процессов текстурообразования при температуре 400°C с учетом выбранных на основе литературных данных системы скольжения и системы двойниковогоания и соответствующих данной температуре критических скалывающих напряжений сдвига. Полученные в результате моделирования прямые ПФ (0001) воспроизводят основные максимумы  $H_{1\theta}$ ,  $H_{2\theta}$ ,  $H_{3\theta}$ ,  $H_{4\theta}$ ,  $H_{5\theta}$  и  $H_{6\theta}$  текстуры сдвига (см. рис. 4). Сопоставление результатов эксперимента (см. рис. 2) и моделирования (рис. 5) в соответствующих состояниях указывает на их подобие.

При 1-м проходе РКУП-К, реализованном при  $T = 400^\circ\text{C}$ , наиболее активными (по отношению к другим системам скольжения и двойниковогоания) являются базисные {0001} системы скольжения (рис. 6,а). Активность дислокационного скольжения по базисным системам имеет тенденцию к росту по

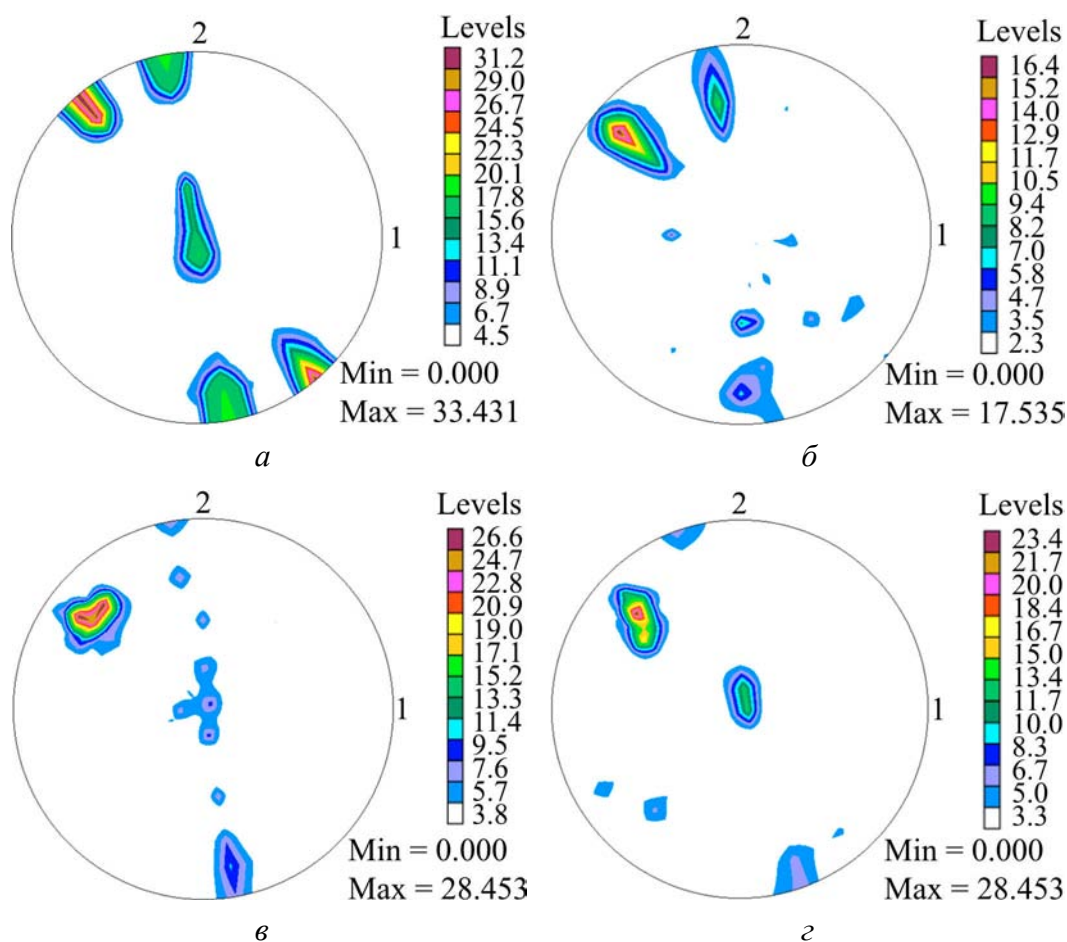
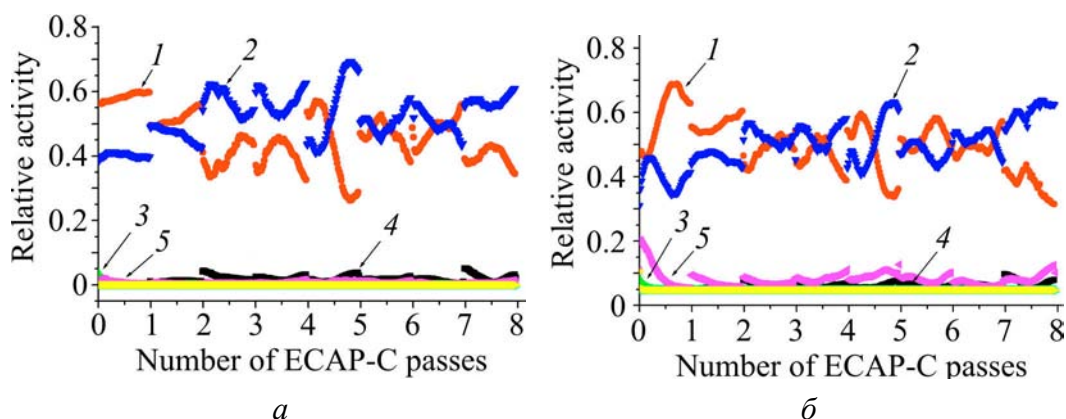


Рис. 5. Модельные ПФ (0001) в плоскости 1–2 после различного числа проходов РКУП-К: а – 1, б – 2, в – 4, з – 8. Продольное сечение,  $T = 400^\circ\text{C}$



**Рис. 6.** Относительная активность систем скольжения (1 – базисные, 2 – пирамидальные  $\langle a + c \rangle$ , 3 – пирамидальные  $\langle a \rangle$ , 4 – призматические) и систем двойникового растяжением (5) в зависимости от числа проходов РКУП-К Ti Grade 4 и температуры  $T$ , °C: *a* – 400, *б* – 200

мере увеличения степени накопленной деформации в ходе 1-го прохода РКУП-К. Кроме того, в ходе 1-го прохода также активны пирамидальные  $\langle c + a \rangle$   $\{10\bar{1}1\}$   $\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$  (1-го рода) системы скольжения, действие которых носит немонотонных характер.

Процессы двойникового растяжением и сжатием также реализуются в ходе 1-го прохода РКУП-К при  $T = 400^\circ\text{C}$ , однако их активность достаточно низка (рис. 6,*a*). При этом активные в начале 1-го прохода процессы двойникового по системам  $\{10\bar{1}2\}$   $\langle\bar{1}011\rangle$  в конце этого прохода затрудняются вовсе. В результате увеличения числа проходов РКУП-К активность тех или иных систем скольжения и двойникового изменяется закономерно (рис. 6,*a*). На начальных этапах прессования наиболее активными являются базисные и пирамидальные  $\langle a + c \rangle$ -системы скольжения 1-го порядка. Доля базисных систем скольжения постепенно падает к концу соответствующего прохода, а пирамидальных – наоборот, возрастает. Кроме того, начиная со 2-го прохода, незначительно активизируются призматические  $\{10\bar{1}0\}$   $\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$  системы скольжения (рис. 6,*a*). Подобная тенденция наблюдалась также в работах авторов [15,16], в которых показано, что наиболее активными системами являются базисные, призматические и пирамидальные системы скольжения.

Результаты оценки активности тех или иных систем скольжения и двойникового при  $T = 200^\circ\text{C}$  представлены на рис. 6,*б*. Понижение температуры прессования вызывает усиление процессов двойникового (рис. 6,*б*). Видно, что в начале 1-го прохода РКУП-К при  $T = 200^\circ\text{C}$  активизируются системы двойникового, что приводит к измельчению микроструктуры. Процессы деформации двойниковым являются активными также при больших степенях ИПД (рис. 6,*б*). Вместе с тем доля активности дислокаций по базисным и пирамидальным  $\langle a + c \rangle$ -системам скольжения 1-го порядка становится ниже таковой, реализованной при  $T = 400^\circ\text{C}$ . Также стоит отметить не-

значительное уменьшение доли призматических систем с понижением температуры реализации РКУП-К при больших степенях деформации.

Ранее было показано, что активность базисных, пирамидальных и призматических систем скольжения является определяющей в формировании кристаллографической текстуры в Ti Grade 2 в процессе традиционного РКУП [17]. В то же время было установлено, что роль двойникования заметна лишь в начале 1-го прохода РКУП при рассмотренных условиях ( $T = 450^\circ\text{C}$ , скорость прессования 6 mm/s). Сравнительный анализ показал, что как при традиционном РКУП, так и при РКУП-К активизируются одни и те же системы скольжения и двойникования.

### Заключение

В результате экспериментов, проведенных методом РСА, и компьютерного моделирования исследованы влияние температуры РКУП-К на характер эволюции микроструктуры и действующие механизмы деформации в Ti Grade 4. Установлено, что при температуре  $200^\circ\text{C}$  происходит закономерное уменьшение размера ОКР, при этом наблюдается монотонный рост среднеквадратичных микроискажений и плотности дислокаций с увеличением числа проходов. При 1-м проходе РКУП-К при этой температуре наблюдается активизация процессов двойникования, способствующих измельчению микроструктуры. При большем числе проходов двойникование практически не наблюдается.

При  $400^\circ\text{C}$  после 4 проходов РКУП-К размер ОКР стабилизируется и даже немного растет, двойникование отсутствует, а величина среднеквадратичных микроискажений и плотность дислокаций в кристаллической решетке начинают падать, что указывает на протекание процессов динамического возврата и, возможно, динамической рекристаллизации.

В результате компьютерного моделирования эволюции кристаллографической текстуры показано, что в ходе РКУП-К при обеих рассмотренных температурах наиболее активными системами по отношению к другим системам скольжения и двойникования являются базисные  $\{0001\}$  и пирамидальные  $\langle a + c \rangle$ -системы скольжения 1-го порядка. При этом сформированную кристаллографическую текстуру можно охарактеризовать с помощью идеальных ориентировок  $H1_\theta$ ,  $H2_\theta$ ,  $H3_\theta$ ,  $H4_\theta$ ,  $H5_\theta$  и  $H6_\theta$ , соответствующих текстуре простого сдвига. Увеличение числа проходов РКУП-К приводит к ограничению процессов двойникования, а также усилению призматических систем скольжения.

Результаты данной работы были получены в рамках выполнения госконтракта № 11.519.11.3009.

1. R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, I.V. Alexandrov, Prog. Mater. Sci. **45**, 103 (2000).
2. R.Z. Valiev, T.G. Langdon, Prog. Mater. Sci. **51**, 881 (2006).

3. R.Z. Valiev, I.V. Alexandrov, Bulk Nanostructured Metallic Materials: Production, Structure and Properties, Akademkniga, Moscow (2007).
4. С.С. Горелик, Л.Н. Расторгуев, Ю.А. Скаков, Рентгенографический и электронно-оптический анализ, Металлургия, Москва (1970).
5. E. Schafner, M. Zehetbauer, T. Ungar, Mater. Sci. Eng. **A319–321**, 220 (2001).
6. Інформація на сайті <http://www.labosoft.com.pl>.
7. R.A. Lebensohn and C.N. Tome, Acta Mater. **41**, 26 (1993).
8. C.N. Tomé, R.A. Lebensohn, U.F. Kocks, Acta Metall. Mater. **39**, 2667 (1991).
9. U.F. Kocks, C.N. Tome, H.R. Wenk, Texture and anisotropy, Cambridge University Press, Cambridge (1998).
10. H. Conrad, Prog. Mater. Sci. **26**, 123 (1981).
11. J. Gubicza, I.C. Dragomir, G. Ribárik, S.C. Baik, Y.T. Zhu, R.Z. Valiev, and T. Ungár, Z. Metallkunde **94**, 1185 (2003).
12. D. Witkin, E. Lavernia, Progr. Mater. Sci. **51**, 1 (2006).
13. S.Yu. Mironov, G.A. Salishchev, M.M. Myshlyaev, R. Pippan, Mater. Sci. Eng. **A418**, 257 (2006).
14. Li Saiyi, Acta Mater. **56**, 1031 (2008).
15. I.J. Beyerlein, L.S. Tóth, Prog. Mater. Sci. **54**, 427 (2009).
16. D.H. Shin, I. Kim, J. Kim, Y.S. Kim, S.L. Semiatin, Acta Mater. **51**, 983 (2003).
17. И.В. Александров, В.Д. Ситдииков, Я.Т. Бонарски, Вестник УГАТУ **12**, 76 (2009).

*В.Д. Ситдииков, И.В. Александров, Р.К. Исламгаліев*

#### РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ СПЛАВУ Ti GRADE 4, ПІДДАНОГО РККП-К

У даній роботі методом рентгеноструктурного аналізу досліджено вплив температури рівноканально-кутового пресування—«конформ» (РККП-К) на мікроструктуру й механізми деформації об'ємних заготовок з Ti Grade 4. Заготовки піддавали РККП-К з числом проходів від 1 до 8 за маршрутом  $B_C$  при температурах 200 і 400°C. Встановлено, що еволюція мікроструктури і кристалографічної текстури має особливості, які залежать від температури РККП-К. Крім того, виявлено закономірності формування переважних орієнтувань, а також оцінено активність тих чи інших систем ковзання й двійникування у титанових заготовках в залежності від числа проходів і температури РККП-К.

**Ключові слова:** рівноканально-кутове пресування—«конформ», Ti Grade 4, рентгеноструктурний аналіз

*V.D. Sitdikov, I.V. Alexandrov, R.K. Islamgaliev*

#### X-RAY STRUCTURE ANALYSIS OF THE TI GRADE 4 ALLOY SUBJECTED TO ECAP-C

In the present paper, the effect of the temperature of equal channel angular pressing «Conform» (ECAP-Conform) on the microstructure and the deformation mechanisms of

bulk Ti Grade 4 billets was investigated by X-ray analysis. The billets were subjected to ECAP-Conform with the number of passes from 1 to 8 via the  $B_C$  route at 200 and 400°C. It was established that the evolution of microstructure and crystallographic texture had characteristic features dependent on the ECAP-Conform temperature. In addition, the mechanisms of preferred orientation formation were established. The activity of various slip systems and twinning in titanium billets was estimated depending on the number of passes and the ECAP-Conform temperature. In particular, at a temperature of 200°C, the size of coherent scattering domains decreases, besides, monotonous growth of mean-square microdistortions and dislocation density is observed with the increasing number of passes. At the same temperature, during the first pass of ECAP-Conform, activation of twinning processes that facilitate microstructure refinement occurs. At 400°C the value of mean-square microdistortions as well as the dislocation density in the crystalline lattice after 4 passes start decreasing, which indicates to the processes of dynamic recovery and, feasibly, dynamic recrystallization.

**Keywords:** equal channel angular pressing—«conform», Ti Grade 4, X-ray structure analysis

**Fig. 1.** Scheme of ECAP-C and coordinate system used

**Fig. 2.** Experimental PF (0002) for Ti Grade 4 in different states:  $a$  – the initial state,  $\bar{b}$  – 1 pass of ECAP-C,  $\bar{c}$  – 2,  $\bar{z}$  – 4,  $\bar{\delta}$  – 8 passes. Longitudinal section,  $T = 400^\circ\text{C}$

**Fig. 3.** Positioning of ideal orientations of simple shear during ECAP-C on PF (0001) for metals with HCP lattice ( $c/a = 1.633$ ) [12]:  $\square$  –  $H1_\theta$ ,  $\circ$  –  $H2_\theta$ ,  $\Delta$  –  $H3_\theta$ ,  $\boxplus$  –  $H4_\theta$ ,  $\ominus$  –  $H5_\theta$ ,  $\bigcirc$  –  $H6_\theta$ . The angle of channel intersection is  $120^\circ$

**Fig. 4.** Experimental PF (0002) for Ti Grade 4 in different states:  $a$  – 1 pass of ECAP-C,  $\bar{b}$  – 2,  $\bar{c}$  – 4,  $\bar{z}$  – 6 passes. Longitudinal section,  $T = 200^\circ\text{C}$

**Fig. 5.** Model PF (0001) in plane 1–2 after different number of ECAP-C passes:  $a$  – 1,  $\bar{b}$  – 2,  $\bar{c}$  – 4,  $\bar{z}$  – 8. Longitudinal section,  $T = 400^\circ\text{C}$

**Fig. 6.** Relative activity of slip systems (1 – basic, 2 – pyramidal  $\langle a + c \rangle$ , 3 – pyramidal  $\langle a \rangle$ , 4 – prismatic) and twinning by tension (5) depending on the number of ECAP-C Ti Grade 4 passes and temperature  $T$ , °C:  $a$  – 400,  $\bar{b}$  – 200