

NANOCRYSTALLINE HYDRIDES FORMATION, THEIR STABILITY AND INFLUENCE ON PROPERTIES OF TITANIUM

Murzinova M.A.*, Salishchev G.A., Afonichev D.D.

Institute for Metals Superplasticity Problems, Russian Academy of Sciences
39 Khalturin str., Ufa 450001, Russia

Introduction

The Effect of hydrogen on mechanical properties of titanium and its alloys is ambivalent. Hydrogen addition leads to their embrittlement at room temperature and improves workability at high temperatures [2]. That is why hydrogen alloying can be used successfully for hot deformation, but then hydrogen should be removed from a finished product. The deleterious effect of hydrogen is caused by its interaction with lattice defects and hydride's precipitation. It is known that grain refinement and precipitation of spherical hydrides instead of plate reduce the danger of fracture failure in hydrogenated materials [1]. In recent years methods of severe plastic deformation are used to form submicrocrystalline (SMC) and even nanocrystalline (NC) structures in a number of different materials including titanium alloys [3,4]. High deformation induced defect's density and microstresses can significantly change kinetics of phase transformation and morphology of particle precipitations and therefore mechanical properties of multiphase SMC and NC alloys [1,3].

The present paper describes the results of investigations relating to the influence of initial structure on hydrides morphology and mechanical properties of commercial pure titanium in SMC and MC conditions with hydrogen content up to 25 at.%.

Results and Discussion

Commercial pure titanium with hydrogen content $C_H=0.1$ (initial state), 0.4, 5.2, 16 and 25 at.% was studied. SMC and microcrystalline (MC) structures were formed in the compositions identified formed using multiple step forging (MSF) [4] at temperatures (T_d) 650 and 380°C. The hydride phase precipitates during cooling from deformation temperature from supersaturated α -solid solution or according to eutectoid reaction depending on hydrogen concentration [1]. Размер зерен d в МК состояниях уменьшается с увеличением C_H от 7 до 2.5 мкм. In MC conditions the grain size (d) decreases from 7 to

2.5 μm with increasing C_H . Grain boundaries are of a linear shape and have banded contrast. There are dislocations and subboundaries inside of grains. The hydrides of a plate shape located within the grain easily cross the subboundaries. In SMC condition (d from 0.4 to 0.1 μm) grain boundaries being of a twisting shape have a non-distinct contrast, diffraction contrast inside of grains is not uniform and moire patterns are observed in some grains. All these testify high internal stresses and elastic strains in crystal lattice. No hydride plates were revealed in the SMC alloys. However, the X-ray analysis technique revealed the presence of TiH_2 -phase. TEM study showed that these hydrides have a globular shape and their size is about 50nm (fig.1).

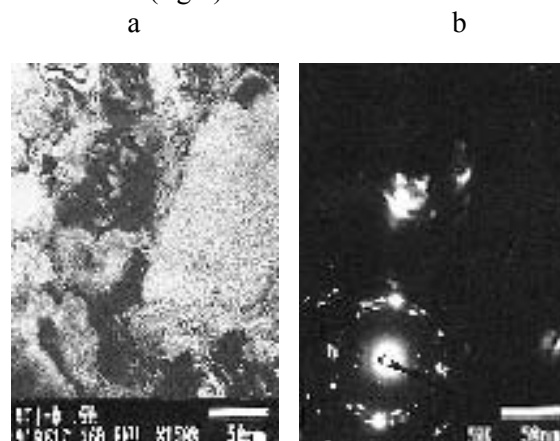


Fig.1. a) bright-field image, b) dark-field image of hydride (with reflex [110]).

The air annealing at 380°C during 5 hours results in partial relaxation of internal stress and doesn't lead to a noticeable grain growth. After such treatment plate hydrides are observed which size is less than in MC condition.

So, the essential induced internal microstresses exert a significant influence on the shape of hydride particles precipitating in titanium. Tensile tests have shown (fig.2) that grain size refinement up to SMC condition leads to a significant increase in strength and the increase in strength is more prominent in hydrogenated

* Fax: +7-(3472) 25-37-59

E-mail: mma@imsp.da.ru

alloys. This fact is well explained in terms of grain boundaries and precipitation strengthening. However, preservation of high ductility in SMC alloys with hydrogen content exceeding the acceptable level by 100 times seems rather unexpected. Values of δ retain about 20% that is slightly less than in hydrogen-free SMC alloy.

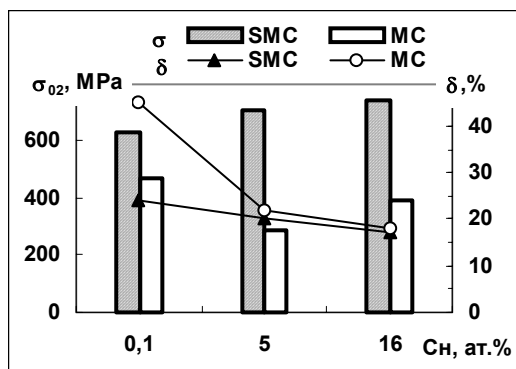


Fig.2. The influence of hydrogen on yield stress and elongation of commercial pure titanium in MC and SMC conditions.

Impact elasticity testing has shown (fig.3) that susceptibility to hydrides induced brittleness of titanium in SMC condition is essentially less than in MC condition.

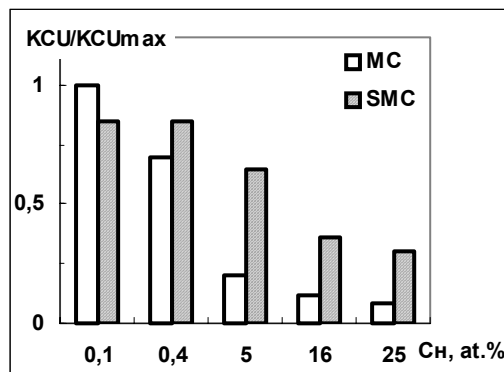


Fig.3. Hydrogen influence on relative change of Impact elasticity in commercial pure titanium in MC and SMC condition.

The precipitation of nanocrystalline equiaxed hydride particles decreases the danger of fracture failure in SMC titanium. This occurs due to (1) the random orientation of hydrogen particles, (2) the absence of sharp stress concentrators and (3) raising, the probability of formation more ductile nonstoichiometric hydrides [5].

So, lattice defects induced during SMC structure formation of by MPF create condition for precipitation of nanocrystalline equiaxed hydride particles. This leads not only to the significantly enhance in strength of the alloy but also to decrease in danger of hydrides induced fracture.

References

1. Kolachev B.A. Hydrogen embrittlement of metals. Moscow. Metallurgia, 1985. p.217.
2. Nosov V., Kolachev B. Hydrogen-Induced Plasticization of Titanium Alloys at Hot Deformation. Moscow. Metallurgia, 1986. p.120.
3. Valiev R.Z., Aleksandrov I.V. Nanostructure materials formed by severe plastic deformation. - Moscow. Logos, 2000.-p.272
4. G.A. Salishchev, M.A. Murzinova, S.V. Zhrebtsov, D.D.Afonichev, S.P.Malysheva Influence of Reversible Hydrogen Alloying on Formation of SMC Structure and Superplasticity of Titanium Alloys.//ICSAM 2000, Orlando, Florida, USA August 1-4, 2000, 315-320.
5. Birnbaum H.K. – J. Less-Common Metals, 1984, v.104, No.1, p.31.

ФОРМИРОВАНИЕ, СТАБИЛЬНОСТЬ И ВЛИЯНИЕ НА СВОЙСТВА ТИТАНА НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ГИДРИДОВ

Мурзинова М.А.*, Салищев Г.А., Афоничев Д.Д.
Институт проблем сверхпластичности металлов РАН
Халтурина, 39, г. Уфа, 450001, Россия

Введение

Водород оказывает двойственное влияние на механические свойства титана и его сплавов. При комнатной температуре он ведет к их охрупчиванию [1], а при высоких температурах – пластифицирует [2]. Поэтому водородное легирование с успехом может применяться для проведения горячей деформационной обработки, но затем водород должен быть непременно удален из готового изделия. Вредное влияние водорода связано, прежде всего, с его взаимодействием с дефектами кристаллического строения и образованием гидридов. Известно, что уменьшение размера зерен и выделение сферических гидридов вместо пластинчатых снижает опасность хрупкого разрушения наводороженных материалов [1]. В последнее время методами интенсивной пластической деформации (ИПД) во многих материалах, в том числе и в титановых сплавах, получают субмикроструктурную (СМК) и даже нанокристаллическую (НК) структуру [3,4]. Высокая плотностью дефектов деформационного происхождения и значительные микронапряжения, могут существенно изменить кинетику фазовых превращений, дисперсность и морфологию выделяющихся частиц [3], и, следовательно, механические свойства многофазных СМК и НК сплавов.

В данной работе представлены результаты исследований влияния исходной структуры на морфологию выделений гидридов и механические свойства сплава ВТ1-0 в СМК и МК состояниях с содержанием водорода до 25 ат.%

Результаты и обсуждение

Исследовали сплав ВТ1-0 с содержанием водорода $C_H=0.1$ – базовый сплав, 0.4, 5.2, 16 и 25 ат.%. В указанных композициях методом всестороннейковки [4] при температурах (Тд) 650 и 380°C получили мелкокристаллическое (МК) и СМК состояния, соответственно.

Гидридная фаза выделяется при охлаждении с температуры деформации из пересыщенного α -твердого раствора или по эвтектоидной реакции в зависимости, от концентрации водорода [1]. Размер зерен (d) в МК состояниях уменьшается с увеличением C_H от 7 до 2.5 мкм. Границы зерен слабо изогнуты и имеют полосчатый контраст. В зернах наблюдаются дислокации и субграницы. Гидриды пластинчатой формы располагаются в теле зерен и беспрепятственно пересекают малоугловые границы. В СМК состоянии (d от 0.4 до 0.1 мкм) контуры границ зерен размыты и искривлены, а дифракционный контраст в зернах неоднороден, в отдельных участках наблюдаются картины муара. Все это свидетельствует о высоких плотности дефектов и упругих искажениях кристаллической решетки. Пластинчатых выделений гидридов в деформированных СМК сплавах не обнаружено. Тем не менее, на рентгенограммах присутствуют пики, соответствующие фазе TiH_2 . Анализ темнопольных изображений гидридов в рефлексе [110], позволил установить, что они имеют глобулярную форму и размеры менее 50 нм (рис.1).

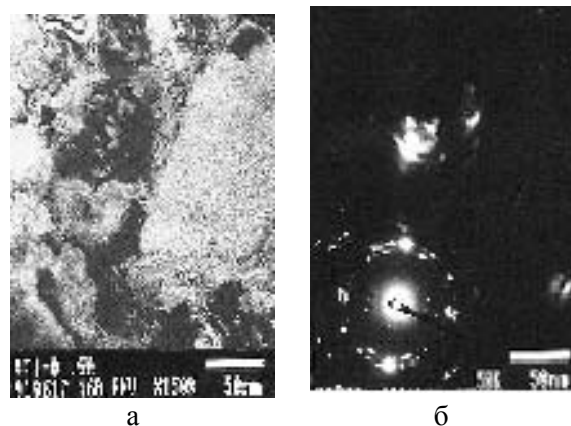


Рис.2. а) светлопольное, б) темнопольное изображения гидрида в рефлексе [110] и электронограмма с участка 0,5 мкм².

* Факс: +7-(3472) 25-37-59

E-mail: mma@imsp.da.ru

Дополнительный отжиг СМК сплавов в течение 5 часов при 370°C приводит к снижению уровня упругих напряжений и не сопровождается заметным ростом зерен. После охлаждения с температуры отжига в сплавах наблюдаются гидриды пластинчатой формы, но более мелкие по сравнению с МК состоянием. Таким образом, значительные внутренние микронапряжения, внесенные в процессе формирования СМК структуры, оказывают решающее влияние на форму гидридных частиц, выделяющихся в титане.

Испытания на растяжение показали (рис.2),

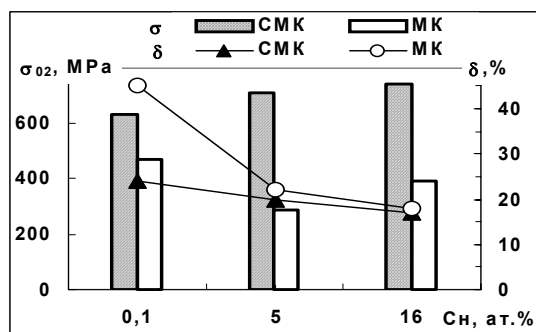


Рис.2. Влияние водорода на условный предел текучести и относительное удлинение сплава ВТ1-0 в МК и СМК состоянии.

что измельчение зерен до субмикронных размеров приводит к существенному росту прочности, причем, выигрыш в прочностных характеристиках заметно больше в наводороженных сплавах. Это вполне объяснимо с позиций зернограничного и дисперсионного упрочнения. Более неожиданно сохранение высоких пластических характеристик в СМК сплавах, когда содержание водорода на два порядка превышает допустимое. Значения δ остаются на уровне 20%, что незначительно меньше, чем в базовом сплаве. Результаты сравнительной оценки ударной вязкости (рис.3) показали, что склонность титана к гидридной хрупкости в СМК состоянии значительно ниже чем в МК.

В случае выделения равноосных нанокристаллических гидридов в СМК титане опасность хрупкого разрушения снижается, поскольку:

- 1) частицы произвольно ориентированы относительно матрицы;
- 2) не создают острых концентраторов напряжений;

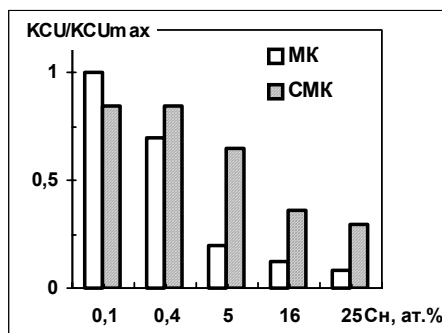


Рис.3. Влияние водорода на изменение ударной вязкости сплава ВТ1-0 в МК и СМК состоянии.

- 3) увеличение протяженности границ зерен и плотности дефектов деформационного происхождения может привести к уменьшению локальной концентрации водорода, что повышает вероятность выделения гидридов нестехиометрического состава, более пластичных, чем TiH_2 [5].

Таким образом, дефекты кристаллического строения, внесенные при формировании СМК структуры титана в ходе ИПД, создают условия для выделения нанокристаллических равноосных гидридов. При этом не только существенно повышается прочность сплава, но и резко снижается опасность развития гидридной хрупкости.

Литература

6. Колачев Б.А. Водородная хрупкость металлов. Москва, «Металлургия», 1985.- 217 с.
7. Носов В.К., Колачев Б.А. Водородное пластифицирование при горячей деформации титановых сплавов. Москва, «Металлургия», 1986.-120 с.
8. Валиев Р.З., Александров И.В. Наноструктурные материалы, полученные интенсивной пластической деформацией. - М.: Логос, 2000.-272 с.:ил.
9. G.A. Salishchev, M.A. Murzinova, S.V. Zherebtsov, D.D.Afonichev, S.P.Malysheva Influence of Reversible Hydrogen Alloying on Formation of SMC Structure and Superplasticity of Titanium Alloys.//ICSAM 2000, Orlando, Florida, USA August 1-4, 2000, 315-320.
10. Birnbaum H.K. – J. Less-Common Metals, 1984, v.104, No.1, p.31.