

## Влияние отжига при медленном охлаждении на структуру и механические свойства технического титана VT1-0

Н. В. Камышанченко, М. С. Кунгурцев, Д. П. Кузнецов,  
И. С. Никулин, О. А. Печерина, И. М. Неклюдов

Исследовано влияние отжига при медленном температурном охлаждении на структуру и механические свойства технического титана VT1-0. Показана зависимость между структурой и механическими свойствами субмикроструктур титана.

**Ключевые слова:** титан, микроструктура, отжиг.

This work shows the effect of annealing temperature by slow cooling to the structure and mechanical properties of technical titanium VT1-0. And relationships between structure and mechanical properties of titanium.

**Key words:** titanium, microstructure, annealing.

### Введение

Механические, физико-химические и технологические свойства технического титана в значительной степени зависят от чистоты исходного материала, технологии пластической деформации, термической обработки и других технологических факторов.

Степень пластической обработки, режим охлаждения после нее и последующий рекристаллизационный отжиг являются важнейшими факторами формирования структуры и свойств технического титана [1 – 4, 7].

Одним из способов улучшения некоторых механических свойств технического титана является отжиг, позволяющий создавать условия фазовых переходов, рекристаллизации, гомогенизации, устранения внутренних напряжений, наклепа, аннигиляции и перестройки дефектов [5 – 8]. Однако, наличие дефектов, оставшихся после отжига, обуславливает возникновение неоднородности упругих деформаций в объеме кристаллического строения и, следовательно, искажение кристаллической решетки.

Наиболее распространенный способ снятия остаточного напряжения — отжиг с медленным охлаждением [9, 10].

Цель данной работы — изучение влияния пластической деформации и температуры отжига на структуру и механические свойства технического титана марки VT1-0.

### Методика исследования

В качестве материала исследования был выбран технический титан марки VT1-0 в состоянии поставки, химический состав которого представлен в таблице.

Таблица

Химический состав титана марки VT1-0

Содержание, масс. %					
Ti	Al	V	Cr	Cu	Fe
99,750	0,0050	0,0305	0,0050	0,0100	0,0232
Mn	Mo	Nb	Sn	Si	Zr
0,0050	0,0100	0,0050	0,0168	0,0100	0,0135
Pb	Ru	O	N	H	
0,0287	0,0100	0,0600	0,01230	0,0050	

Титановые полосы при температуре 500°C подвергали прокатке на прокатном стане ВЭМ-3 СМ с остаточной деформацией 75%. Образцы вырезали на электроэрозионной установке “Sodick AQ 300 L”

вдоль прокатки из листовых заготовок в виде лопаток с шириной рабочей части 2 мм и длиной 12 мм для растяжения в испытательной машине "INSTRON 5882" со скоростью нагружения 1,5 мм/с при комнатной температуре. Для снятия дефектного слоя, возникшего в результате резки, полученные образцы механически шлифовали. Отжиг образцов проводили в вакуумной печи СНВЭ 131/14 с остаточным давлением не ниже  $10^{-5}$  Па при температурах 550, 700, 850, 900 и 1000°C в течение 60 мин с последующим медленным охлаждением с печью в течение 10 ч. Измерение микротвердости образцов выполняли на микротвердомере "DM-8B" с использованием пирамидки Виккерса с нагрузкой на индентор 100 г. Размеры зерна определяли с помощью микроскопа "OLYMPUS G71". Сигналы акустической эмиссии (АЭ) регистрировали с частотой дискретизации (частотой "взятия" отсчетов непрерывного во времени сигнала) 1 МГц. Электрический сигнал, полученный от преобразования механических процессов в образце пьезоэлектрическим датчиком, регистрировали компьютером с помощью АЦП L783.

## Результаты эксперимента

### *Макроструктурные исследования*

Эволюцию внутренней структуры в процессе термического отжига изучали на примере образцов титана ВТ1-0, имеющих субмикроструктурную структуру во всем объеме кристалла после горячей прокатки при 500°C с остаточной деформацией 75%. Поверхность образца, прошедшего горячую пластическую деформацию прокаткой, имеет явно выраженную мозаичность, представляющую собой совокупность небольших монокристаллов, разориентированных один относительно другого в несколько минут (рис. 1а). Такая структура образуется при интенсивной пластической деформации и состоит из хаотически расположенных дислокаций разных семейств с преобладанием одного знака дислокаций, которые обеспечивают результирующую разориентировку субзерен [11].

При температуре отжига 550°C наблюдается утолщение блоков и образование новых малоугловых границ (рис. 1б). Механизм этого процесса принято называть диффузионным переползанием краевых дислокаций, которое связано со скольжением. Образованные при этом малоугловые и термически малоподвижные дислокационные границы разбивают кристалл на слегка разориентированные блоки, границы которых ориентированы перпендикулярно плоскостям, в которых прошла деформация.

Полигонизация, совершенная при нагреве около 550°C после предварительной пластической деформации легким скольжением, соответствует стабилизирующей полигонизации [7, 12].

С повышением температуры отжига до 700°C происходят существенные структурные изменения — образуется неоднородная структура с размерами зерна от 12 до 50 мкм (рис. 1в; рис. 2а). Поскольку при большой пластической деформации фрагментация главным образом происходит за счет двойникования и в то же время зависит от ориентации отдельных кристаллов, то недостаточная однородность структуры говорит о неблагоприятной ориентировке отдельных зерен, образованных в процессе отжига.

Под влиянием упругих напряжений, которые при нагреве превышают предел текучести, и диффузионных процессов происходит образование субзерен с плоскими малоугловыми субграницами. При этом часть дислокаций из объема субзерна вовлекается в образующиеся субграницы. Субзерна различаются по размерам, кривизне границ и углам субграниц.

При отжиге деформированного титана при 700°C в вакууме происходит образование частиц второй фазы (по всей вероятности, карбидов). Частицы в зернах в основном распределены неравномерно (отмечены стрелками на рис. 1в).

С повышением температуры отжига до 850°C наблюдается полное разрушение структуры, полученной в результате горячей прокатки. В образцах формируются зерна в основном 20 – 35 мкм и незначительное количество до 50 мкм.

Отжиг при температурах близких к температуре  $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения (850 – 900°C) и медленном остывании с печью приводит лишь к незначительному росту зерен (рис. 1г, д; рис. 2б, в).

Наблюдаемые особенности формирования структуры при полиморфном превращении можно объяснить высоким значением теплоты  $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения (850 кал/(г·атом)) и поэтому энергетически начало  $\alpha \rightarrow \beta$ -перехода у титана затруднено. Однако после начала реакции скорость протекания полиморфного перехода существенно увеличивается [13].

С повышением температуры отжига до 1000°C и медленном охлаждении с печью происходит рост  $\alpha$ -кристаллов искаженной матрицы, вследствие чего формируется мелкопластинчатая микроструктура "корзинчатого" типа.

В процессе полиморфного превращения при таких температурах механический наклеп полностью снимается, фазовый наклеп у технического титана весьма мал, поэтому такой отжиг не приводит к рекристаллизации.

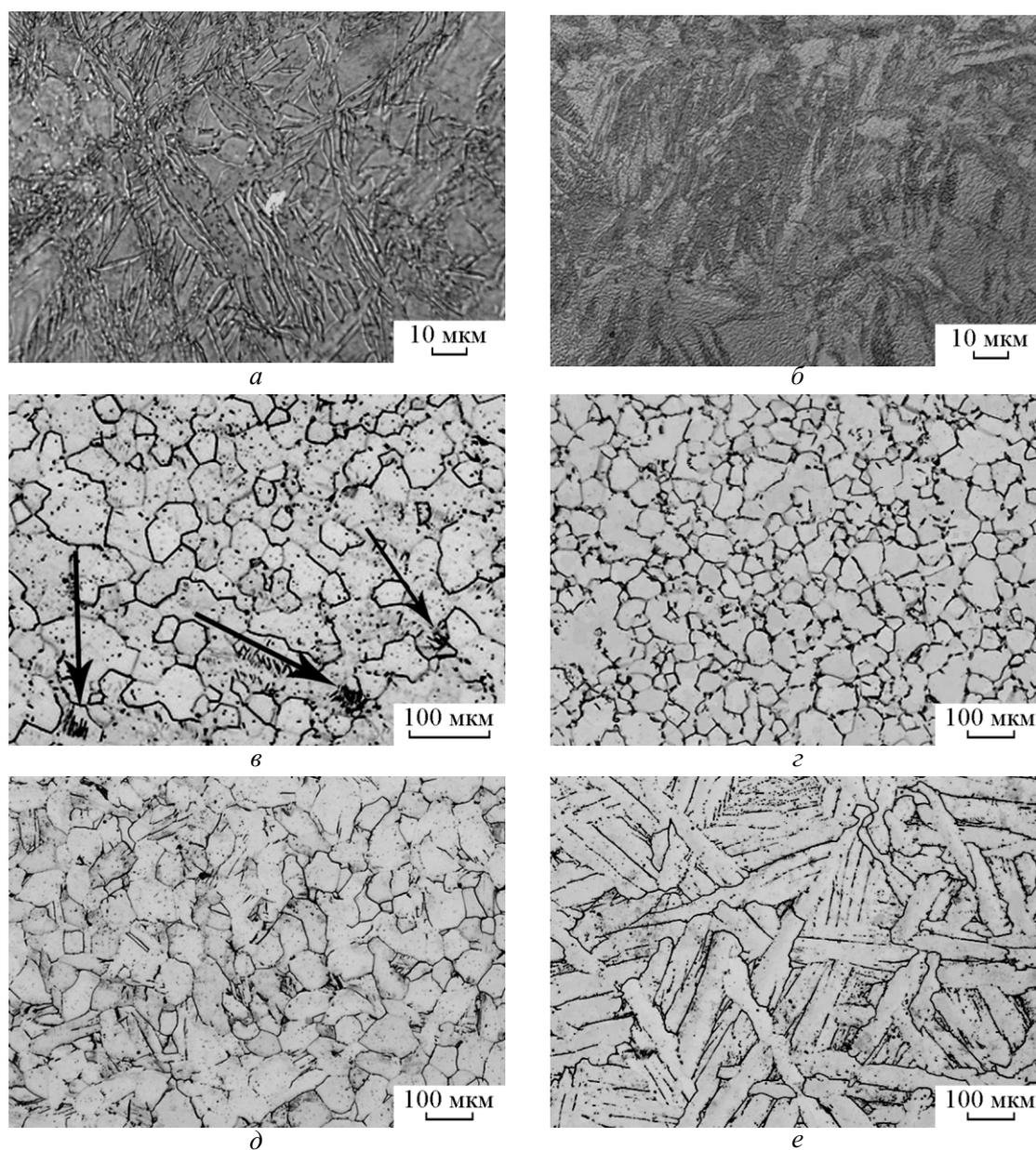


Рис. 1. Микроструктура титана после интенсивной горячей прокатки с остаточной деформацией 75% (а), прошедшего отжиг при: б – 550°С, в – 700°С, г – 850°С, д – 900°С, е – 1000°С.

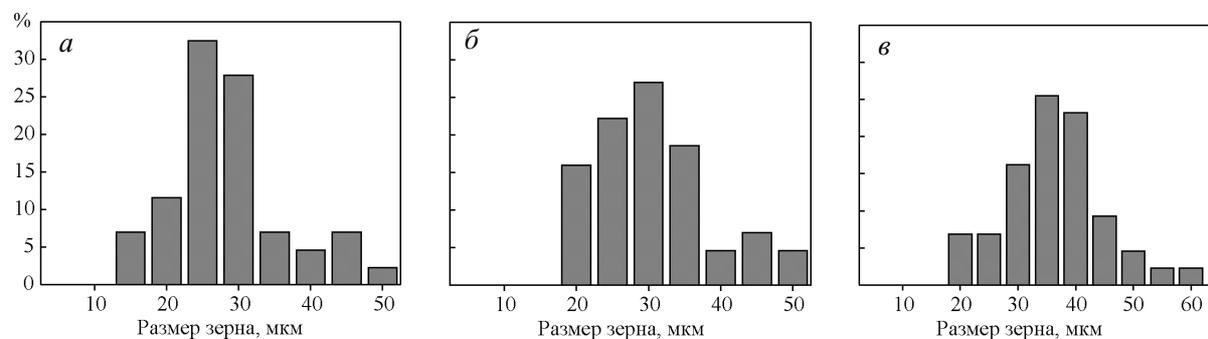


Рис. 2. Гистограммы распределения зерен по размерам в титане, подвергнутого горячей пластической деформации с остаточной величиной 75% и отожженному при: а – 700°С, б – 850°С, в – 900°С.

Наличие специфических особенностей полиморфного превращения технического титана при нагреве выше температуры  $\alpha \rightarrow \beta$ -перехода и последующего медленного охлаждения предопределяет высокую скорость роста зародышей  $\beta$ -фазы. Кроме того, несмотря на наличие нескольких ориентаций из  $\alpha \rightarrow \beta$  и из  $\beta \rightarrow \alpha$ -перехода в действительности при  $\beta \rightarrow \alpha$ -превращении реализуется лишь одна ориентация  $\alpha$ -фазы. Поэтому размельчение структуры титана за счет фазовой перекристаллизации при нагреве практически невозможно.

Размельчение зерна у титана при  $\alpha \rightleftharpoons \beta$ -превращении возможно в том случае, если металл перед нагревом подвергал пластической деформации. Наличие искаженной кристаллической структуры возникает при пластической обработке и ограничивает рост  $\beta$ -кристаллов. Нагрев в  $\beta$ -области мелкозернистого титана, полученного в процессе деформации и рекристаллизационного отжига в  $\alpha$ -области, сопровождается ростом зерна. При перестройке вы-

сокотемпературной модификации в низкотемпературную в процессе охлаждения возможно размельчение структуры полиморфного титана за счет того, что в пределах крупных зерен возникает большое число зародышей новой (низкотемпературной) фазы. В титане в силу имеющихся особенностей полиморфного превращения рост зародышей  $\alpha$ -фазы происходит с большей скоростью. При этом из-за достаточно строгого соблюдения кристаллометрического состояния решетки  $\alpha$ - и  $\beta$ -зерна могут иметь близкую или одинаковую кристаллографическую ориентацию.

### Исследование механических характеристик

Измерение микротвердости HV на боковой грани образца свидетельствует о понижении HV с 235 для прокатанных образцов до 170 для отожженных при 900°C (рис. 3).

Как следует из полученных результатов (рис. 4), в области 700°C происходит смена механизмов струк-

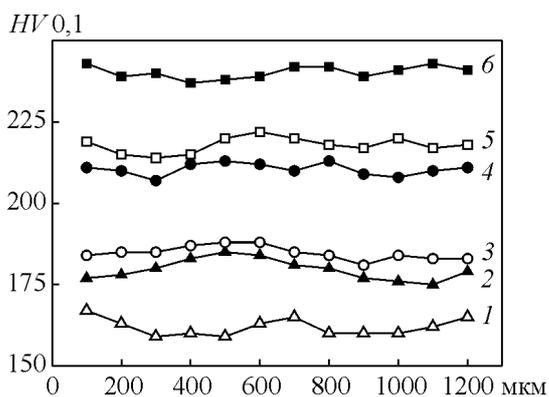


Рис. 3. Распределение микротвердости на боковой грани образцов VT1-0 после отжига при: 1 – 900°C, 2 – 850°C, 3 – 700°C, 4 – 1000°C, 5 – 550°C; 6 – после горячей (500°C) прокатки с остаточной деформацией 75%.

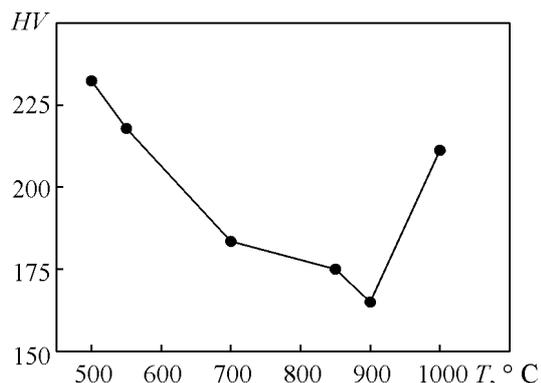


Рис. 4. Зависимость микротвердости субмикроструктурного титана, полученного предварительной пластической деформацией прокаткой, от температуры отжига.

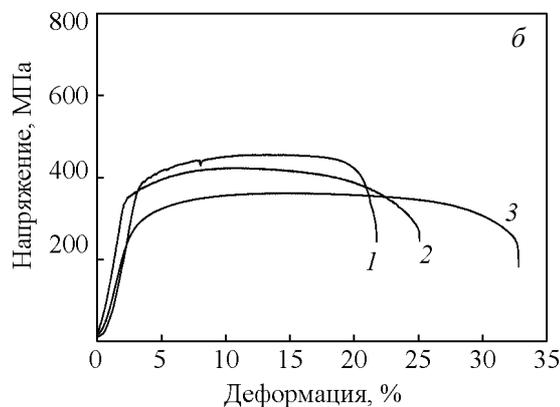
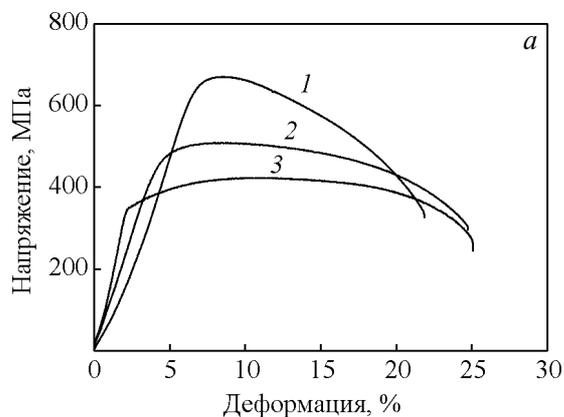


Рис. 5. Кривые “напряжение – относительная деформация” титана VT1-0, подвергавшегося пластической деформации и последующему отжигу: а) после прокатки (1); отжиг при: 2 – 550°C; 3 – 700°C; б) отжиг при: 1 – 1000°C; 2 – 850°C, 3 – 900°C.

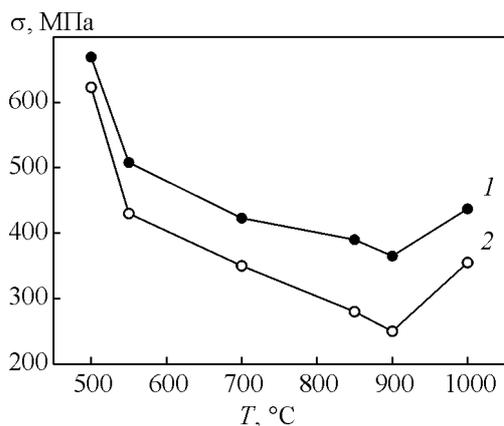


Рис. 6. Зависимость прочностных характеристик титана VT1-0, после пластической деформации прокаткой и последующего температурного отжига: 1 – предел прочности, 2 – предел текучести.

турообразования, что соответствует образованию неоднородной структуры (рис. 1в) из-за неблагоприятной ориентировки отдельных зерен, образованных в процессе отжига при 550°C.

Несмотря на уменьшение микротвердости отжиг при 700°C титановых образцов, имеющих субмикроструктурную структуру в объеме материала, не приводит к резкому падению их прочностных характеристик (рис. 5, 6).

Смена механизмов структурообразования наблюдается в области полиморфного превращения 850 – 900°C. При достижении 850°C происходит полное разрушение структуры, образованной в процессе горячей прокатки. Отжиг при температурах, близких к температуре  $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения, приводит лишь к незначительному росту зерен (рис. 1з, д).

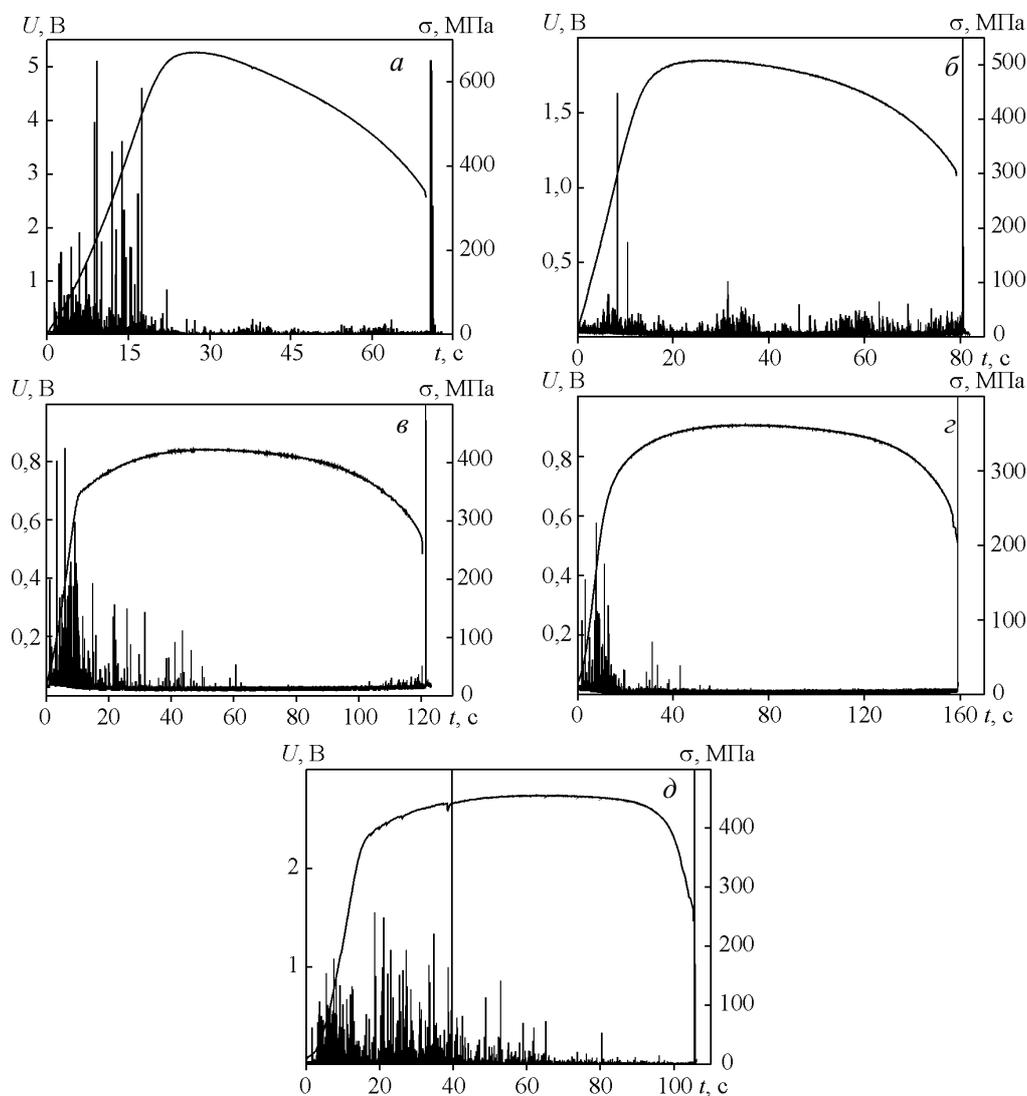


Рис. 7. Развитие АЭ в процессе деформации растяжением титановых образцов: а – после прокатки; после отжига при: б – 550°C, в – 700°C, з – 950°C, д – 1000°C.

Причину такого поведения прочностных характеристик необходимо искать в наличии специфических особенностей полиморфного превращения технического титана. Ввиду высокого значения теплоты образования  $\beta$ -фазы при  $\alpha \rightarrow \beta$ -превращении, в начальный период происходит медленное превращение структуры  $\alpha$ - в  $\beta$ -структуру, что и влияет на поведение прочностных характеристик в указанной температурной области.

Наконец с повышением температуры отжига до 1000°C наблюдается повышение предела прочности, текучести и микротвердости, что объясняется образованием структуры "корзинчатого" типа.

Сигналы АЭ позволяют сделать анализ внутреннего состояния дефектной структуры титана, прошедшего описанные стадии отжига (рис. 7) [14].

Если активность и амплитуда электрического сигнала АЭ после горячей пластической деформации прокаткой существенно отличается величиной и плотностью сигналов, то уже после отжига 550°C активность АЭ резко падает, но еще проявляется на всех участках кривой деформации (рис. 7а, б). С увеличением температуры 700–900°C отжига активность АЭ падает, что говорит о снижении внутренних напряжений и, соответственно, означает как уменьшение количества дефектов, так и упорядоченное их распределение в объеме кристаллического строения (рис. 7в, г). Этому способствует крупнозернистое структурное состояние отожженного при 850–900°C титана. Однако с повышением температуры отжига от 900°C до 1000°C создается новая зеренная структура с вновь образованными дефектами, о чем наглядно показывает развитие АЭ в процессе деформации растяжением (рис. 7д).

### **Обсуждение результатов**

После отжига в течение 1 часа в вакууме не ниже  $10^{-5}$  Па и медленном остывании с печью в течение 10 ч в исследуемых образцах технического титана происходят структурные изменения, обусловленные процессами возврата. Природа возврата связана, прежде всего, с перераспределением и аннигиляцией дислокаций на границе и внутри зерна, что проявляется в существенном уменьшении микротвердости образцов титана, имеющего субмикрокристаллическую структуру во всем объеме материала.

С повышением температуры от 550°C до 700°C происходит образование неоднородной зеренной структуры. Причина начала роста зерен связана с перераспределением и активной аннигиляцией дислокаций разноименных знаков. Этот процесс отличается повышенной подвижностью границ зерен,

обусловлен низкой энергией активации зернограничной диффузии.

Предел текучести оказывается очень чувствительным к изменению размера зерна: после отжига титана в температурном интервале 550 – 900°C происходит плавное увеличение размеров зерен, что приводит к такому же плавному уменьшению прочностных параметров (рис. 2, 6б). Релаксация упругих напряжений в зерне и приграничных областях приводит к снижению как микротвердости, так и сопротивления деформации при растяжении. При дислокационном возврате имеющиеся в титане примеси внедрения будут осаждаться на границе зерен, закрепляя их. Этот процесс характерен для интервала температур 500–550°C. Выделение второй фазы в зернах субмикрокристаллического титана (по всей вероятности, карбида и нитриды титана) при температуре отжига в интервале 550 – 700°C не оказывает заметного влияния на механические характеристики. Увеличение температуры отжига титановых образцов от 900°C до 1000°C приводит к существенному изменению и полному разрушению субмикрокристаллической структуры и к увеличению прочностных свойств.

### **Выводы**

Путем последовательных отжигов субмикрокристаллического титана выявлена корреляция между структурой и механическими свойствами титана. Пределы прочности и текучести сильно чувствительны к изменению структурного состояния титана в температурных интервалах 500 – 550°C и 900 – 1000°C. Выделение второй фазы в зернах субмикрокристаллического титана при температуре отжига в интервале температур 550 – 850°C не оказывает существенного влияния на механические характеристики.

Разрушение субмикрокристаллической структуры во всем объеме технического титана ВТ1-0 приводит к образованию сложной дефектной структуры "корзинчатого" типа, и происходит увеличение его прочностных параметров.

Нагрев титановых образцов выше температуры полиморфного превращения независимо от условий нагрева, но при медленном охлаждении приводит к укрупнению структуры.

*Исследования выполнены с использованием оборудования Центра коллективного пользования БелГУ и при финансовой поддержке Министерства образования и науки РФ в рамках Государственного задания на выполнение НИР подведомственным вузам в 2012 году. Проект № 2.2786.2011.*

## **Литература**

1. Еременко В.Н. Титан и его сплавы. К.: Изд-во АН УССР, 1955, 232 с.
2. Эвархард Д.Л. Титан и его сплавы. М.: Металлургия, 1956, 280 с.
3. Миронов С.Ю., Салищев Г.А. Влияние размера зерна и однородности микроструктуры на равномерность деформации технически чистого титана. ФММ, 2001, т. 92, вып. 5, с. 81 – 88.
4. Панин А.В., Панин В.Е., Почивалов Ю.И., Клименов В.А., Чернов И.П., Валиев Р.З., Казаченок М.С., Сон А.А. Особенности локализации деформации и механического поведения титана ВТ1-0 в различных структурных состояниях. Физическая мезомеханика, 2002, т. 5, вып. 4, с. 73 – 84.
5. Попов А.А., Пышминцев И.Ю., Демаков С.Л. и др. Формирование структуры и свойств технически чистого титана с нанокристаллической структурой после деформации и последующего нагрева. ФММ, 1997, т. 83, вып. 5, с. 127 – 133.
6. Трефилов В.И., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. К.: Наукова думка, 1985, 212 с.
7. Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М. Рекристаллизация металлов и сплавов. М.: МИСИС, 2005, 432 с.
8. Малышева С.П., Салищев Г.А., Миронов С.Ю., Бецофен С.Я. Рост зерен и эволюция текстуры при отжиге субмикроструктурного титана, полученного методом интенсивной пластической деформации. ФММ, 2005, т. 99, вып. 1, с. 73 – 79.
9. Вишняков Я.Д. Современные методы исследования структуры деформированных кристаллов. М.: Металлургия, 1975, 480 с.
10. Подзей А. В. Технологические остаточные напряжения. М.: Машиностроение, 1973, 305 с.
11. Лодиз Р., Паркер Р. Рост монокристаллов. М.: Мир, 1974, 53 с.
12. Хесснер Ф. Рекристаллизация металлических материалов. М.: Металлургия, 1982, 352 с.
13. Капырин Г.И. Титановые сплавы в машиностроении. Л.: Машиностроение, 1977, 248 с.
14. Камышанченко Н.В., Никулин И.С., Кунгурцев М.С., Неклюдов И.М., Волчок О.И. Исследование динамики двойникования в титане ВТ1-0 методом акустической эмиссии. Перспективные материалы, 2010, № 5, с. 93 – 98.

*Статья поступила в редакцию 14.02.2011 г.*

**Камышанченко Николай Васильевич** — Белгородский государственный университет (г. Белгород), доктор физико-математических наук, профессор. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: [kamysh@bsu.edu.ru](mailto:kamysh@bsu.edu.ru).

**Никулин Иван Сергеевич** — Белгородский государственный университет (г. Белгород), аспирант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: [nikulini@bsu.edu.ru](mailto:nikulini@bsu.edu.ru).

**Кунгурцев Максим Сергеевич** — Белгородский государственный университет (г. Белгород), аспирант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: [argus1985@rambler.ru](mailto:argus1985@rambler.ru).

**Кузнецов Дмитрий Павлович** — Белгородский государственный университет (г. Белгород), магистрант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: [funkofun@gmail.com](mailto:funkofun@gmail.com).

**Печерина Олеся Александровна** — Белгородский государственный университет (г. Белгород), аспирант. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: [lesya\\_777ok@mail.ru](mailto:lesya_777ok@mail.ru).

**Неклюдов Иван Матвеевич** — ННЦ “Харьковский физико-технический институт” НАНУ (Украина), доктор физико-математических наук, профессор. Специалист в области материаловедения, металлофизики, упрочнения металлов. E-mail: [neklyudov@kipt.kharkov.ua](mailto:neklyudov@kipt.kharkov.ua).