

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭВОЛЮЦИИ СТРУКТУРЫ ДВУХФАЗНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА В ПРОЦЕССЕ ТЕРМОДЕФОРМАЦИОННОЙ ОБРАБОТКИ

© 2018 г. А.Ю. Чурюмов, В.В. Спасенко, Д.М. Хажина, А.В. Михайловская,
А.Н. Солонин, А.С. Просвиряков

Национальный исследовательский технологический университет (НИТУ) «МИСиС», г. Москва

Статья поступила в редакцию 12.12.17 г., доработана 23.04.18 г., подписана в печать 27.04.18 г.

Исследовано поведение двухфазного титанового сплава Ti–3,5Fe–4Cu–0,2B в процессе термомеханической обработки на одноосное сжатие. Бор вводили для получения в литом состоянии мелкозернистой структуры. Образцы сплавов диаметром 6 мм получали путем сплавления чистых компонентов в вакуумной индукционной печи и последующей ускоренной кристаллизации в массивной медной изложнице. Испытания на одноосное сжатие с истинной деформацией 0,9 проводили на комплексе физического моделирования термомеханических процессов «Gleeble 3800» при температурах 750, 800 и 900 °С и скоростях деформации 0,1; 1 и 10 с⁻¹. Микроструктуру сплава в исходном и деформированном состояниях изучали с помощью сканирующей электронной микроскопии. В результате испытаний построена модель зависимости напряжения течения от температуры и скорости деформации. Показано, что в процессе обработки давлением происходит рекристаллизация исходной литой структуры, содержащей твердые растворы на основе α-Ti, β-Ti и колонии диборида титана. В процессе деформации с повышением температуры объемная доля зерен твердого раствора на основе α-титана уменьшается, а доля β-фазы, наоборот, возрастает. При этом средний размер зерен твердых растворов на основе α-Ti и β-Ti меняется незначительно после деформации почти по всем исследованным режимам. Показано, что предпочтительным режимом горячей обработки давлением для получения высокого комплекса механических свойств в изучаемом сплаве является диапазон температур 750–800 °С, так как размер зерен α-фазы увеличивается с 2,2 до 4,5 мкм при повышении температуры до 900 °С.

Ключевые слова: двухфазный титановый сплав, реологическая модель, микроструктура.

Чурюмов А.Ю. – канд. техн. наук, доцент кафедры металловедения цветных металлов (МЦМ) НИТУ «МИСиС» (119049, г. Москва, Ленинский пр-т, 4). E-mail: churyumov@misis.ru.

Спасенко В.В. – студент этой кафедры.

Хажина Д.М. – студентка этой кафедры.

Михайловская А.В. – канд. техн. наук, доцент кафедры МЦМ НИТУ «МИСиС». E-mail: mihaylovskaya@misis.ru.

Солонин А.Н. – канд. техн. наук, зав. кафедрой МЦМ НИТУ «МИСиС». E-mail: solonin@misis.ru.

Просвиряков А.С. – канд. техн. наук, ст. науч. сотр. кафедры МЦМ НИТУ «МИСиС». E-mail: pro.alex@mail.ru.

Для цитирования: Чурюмов А.Ю., Спасенко В.В., Хажина Д.М., Михайловская А.В., Солонин А.Н., Просвиряков А.С.

Исследование эволюции структуры двухфазного титанового сплава в процессе термомеханической обработки // Изв. вузов. Цвет. металлургия. 2018. No. 5. С. 66–71.

DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2018-5-66-71.

Churyumov A.Yu., Spasenko V.V., Haxhina D.M., Mikhaylovskaya A.V., Solonin A.N., Prosviryakov A.S.

Study into structural evolution of two-phase titanium alloy during thermal deformation processing

This paper studies Ti–3,5Fe–4Cu–0,2B two-phase titanium alloy behavior during its thermal deformation processing under uniaxial compression. Boron was added to obtain a fine-grained structure in the cast state. Samples of alloys 6 mm in diameter were obtained by melting pure components in a vacuum induction furnace with their subsequent crystallization into a solid copper mold. Uniaxial compression tests with a true strain of 0,9 were performed using the Gleeble 3800 thermal-mechanical physical simulation system at 750, 800 and 900 °C and strain rates of 0,1; 1 and 10 s⁻¹. Scanning electron microscopy was used to study the microstructure of the alloy in its initial and deformed states. A model of flow stress dependence on temperature and strain rate was built as a result of the tests. It is shown that pressure treatment involves recrystallization of the initial cast structure containing solid solutions based on α-Ti, β-Ti and titanium diboride aggregates. During the deformation process, the volume fraction of α-titanium solid solution grains decreases with rising temperature, and the fraction of the β phase, on the contrary, increases. In this case, the average grain size of solid solutions based on α-Ti and β-Ti varies insignificantly after deformation in almost all of the studied modes. It is shown that the preferred mode

of hot pressure treatment for obtaining a high complex of mechanical properties in the investigated alloy is a temperature range of 750–800 °C, since α -phase grain sizes increase from 2,2 to 4,5 μm with an increase in temperature to 900 °C.

Keywords: two-phase titanium alloy, rheological model, microstructure.

Churyumov A.Yu. – Cand. Sci. (Tech.), associate prof. of the Department of physical metallurgy of non-ferrous metals (PMNFM), National University of Science and Technology (NUST) «MISIS» (119049, Russia, Moscow, Leninkii pr., 4).
E-mail: churyumov@isis.ru.

Spasenko V.V. – student, Department of PMNFM, NUST «MISIS».

Hazhina D.M. – student, Department of PMNFM, NUST «MISIS».

Mikhaylovskaya A.V. – Cand. Sci. (Tech.), associate prof. of the Department of PMNFM, NUST «MISIS».
E-mail: mihaylovskaya@isis.ru.

Solonin A.N. – Cand. Sci. (Tech.), head of the Department of the PMNFM, NUST «MISIS». E-mail: solonin@isis.ru.

Prosviryakov A.S. – Cand. Sci. (Tech.), senior researcher of the Department of PMNFM, NUST «MISIS».
E-mail: pro.alex@mail.ru.

Citation: Churyumov A.Yu., Spasenko V.V., Hazhina D.M., Mikhaylovskaya A.V., Solonin A.N., Prosviryakov A.S. Issledovanie evolyutsii struktury dvukhfaznogo titanovogo splava v protsesse termodeformatsionnoi obrabotki. *Izv. vuzov. Tsvet. metallurgiya*. 2018. No. 5. P. 66–71. DOI: dx.doi.org/10.17073/0021-3438-2018-5-66-71.

Введение

Современная промышленность предъявляет все более строгие требования к структуре и механическим свойствам конструкционных и функциональных материалов. Титановые сплавы обладают уникальным сочетанием коррозионной стойкости и прочности при комнатной и повышенной температурах при достаточно низкой плотности [1–12]. Благодаря своим свойствам титановые сплавы нашли широкое применение в аэрокосмической, транспортной, химической промышленности и биомедицине. Двухфазные титановые сплавы мартенситного класса широко используются, и из них получают все виды полуфабрикатов. Однако существенный недостаток этих сплавов — значительное количество легирующих элементов, входящих в состав, в том числе дорогостоящих: до 6,9 Al, 4,5 V и 5,0 Mo. Ранее авторами [13–17] было показано, что совместное легирование железом и медью положительно влияет на структуру кованных титановых сплавов. Однако в связи с недостаточной технологичностью таких сплавов для ускорения разработки промышленных методов обработки давлением требуется изучение деформационного поведения и эволюции микроструктуры в широком диапазоне скоростей и температур деформации, а также построение реологической модели связи напряжения течения с параметрами пластической деформации. Цель настоящей работы — определение сопротивления деформации при сжатии и изучение влияния режимов термометаллургической обработки на структуру титанового сплава Ti–3,8Fe–4,4Cu–0,2B.

Методика исследований

В качестве объекта исследования был выбран сплав Ti–3,8Fe–4,4Cu–0,2B¹. Бор вводили для получения в литом состоянии мелкозернистой структуры. Слитки сплавов диаметром 6 мм получали путем сплавления чистых компонентов в вакуумной индукционной печи и последующей ускоренной кристаллизации в массивную медную изложницу под давлением аргона в 0,3 МПа. Было отлито 3 слитка одного состава размером 6×50 мм, из которых были нарезаны образцы высотой 10 мм.

Испытания на одноосное сжатие с истинной деформацией $\epsilon = 0,9$ проводили на комплексе физического моделирования термомеханических процессов «Gleeble 3800» (DSI, США) при температурах 750, 800 и 900 °C и скоростях деформации 0,1; 1 и 10 с⁻¹. Цилиндрический образец, вырезанный из слитка, диаметром 6 мм и высотой 10 мм зажимали в бойки из карбида вольфрама, нагревали до температуры испытания со скоростью 5 К/с путем прямого пропускания тока и выдерживали в течение 10 с. Температуру образца контролировали хромель-алюмелевой термопарой, приваренной к центральной части образца. Между бойками и гранями образца прокладывали графитовую фольгу и смазку на основе никеля для уменьшения трения в процессе испытания. Нагрев и деформацию проводили в условиях высокого вакуума (остаточное давление — менее 10⁻³ Па). После испытания об-

¹ Здесь и далее — мас. %.

разец принудительно охлаждали струей сжатого воздуха для дальнейшего микроструктурного анализа. Измеренная скорость охлаждения в интервале температур 900—500 °С составляла более 50 °С/с, что выше критической скорости для большинства титановых сплавов.

С целью определения истинного напряжения выполняли корректировку первичных данных по методике [18]. Корректировка необходима из-за изменения температуры в процессе деформации (что особенно важно для испытаний с повышенными скоростями), а также из-за наличия трения между бойками и образцом.

Микроструктуру сплава в исходном и деформированном состояниях изучали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе «Tescan Vega 3 LMN» с энергодисперсионным детектором «X-Max 80» (Tescan, Чехия). Химический состав сплава определяли методом микрорентгеноспектрального анализа 5 участков микроструктуры размером 100×100 мкм. Шлифы для микроструктурных исследований приготавливали с использованием шлифовально-полировального станка «Struers LaboPol-5» (Struers, Нидерланды).

Результаты и их обсуждение

Структура сплава Ti—3,8Fe—4,4Cu—0,2В в литом состоянии (рис. 1) состоит из α-фазы (темные участки), β-фазы (светлые участки) и боридов титана TiB₂ (темные частицы). Результаты анализа химического состава и объемной доли фаз представлены в таблице. Видно, что большая часть железа и меди растворилась в ОЦК-решетке β-Ti, тогда как в α-Ti с ГП-решеткой растворяется только небольшое количество меди.

Кривые сжатия образцов представлены на рис. 2. Видно, что с повышением скорости и сни-

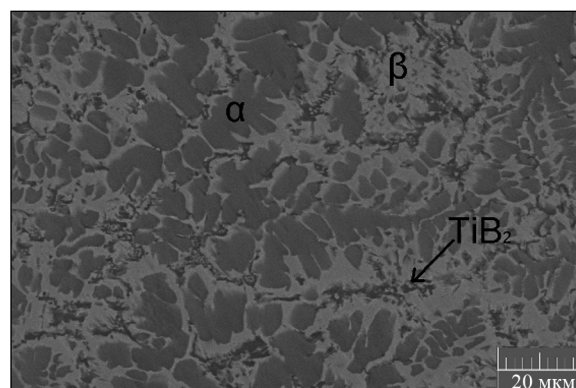


Рис. 1. Микроструктура сплава Ti—3,8Fe—4,4Cu—0,2В в литом состоянии (СЭМ)

жением температуры деформации напряжение течения закономерно увеличивается. При всех температурах и скоростях деформации на начальном этапе сжатия наблюдается максимум, после которого напряжение течения уменьшается, что обусловлено активным развитием динамической рекристаллизации.

Связь между напряжением течения на установившейся стадии, скоростью и температурой деформации хорошо описывается уравнением Аррениуса [19]:

$$\dot{\epsilon} = A\sigma^n e^{-Q/(RT)}, \quad (1)$$

где $\dot{\epsilon}$ — скорость деформации, с⁻¹; T — температура, К; Q — эффективная энергия активации деформации, Дж/моль; A , n — постоянные.

Неизвестные параметры A , n и Q находили путем минимизации ошибки между расчетными и экспериментальными значениями напряжения течения при степени деформации 0,5, соответствующей установившейся стадии деформации. В результате $A = 7,4$; $n = 4,1$; $Q = 220$ кДж/моль. Средняя ошибка расчета по построенной модели составила 6 %. Значение эффективной энергии активации

Объемная доля, средний химический состав и средний размер фаз в литом состоянии

Фаза	Доля, об. %	Средний размер зерен, мкм	Содержание, мас. %			
			Fe	Cu	B	Ti
Средний состав*	—	—	3,8±0,3	4,4±0,2	—	Ост.
α-фаза	59±1	2,5±0,2	—	0,7±0,3	—	Ост.
β-фаза	38±1	1,7±0,2	7,1±0,2	7,7±0,4	—	Ост.
Бориды TiB ₂	3,0±0,5	1,1±0,2	—	—	12,7±0,7	Ост.

* Приведен средний химический состав по результатам 15 измерений.

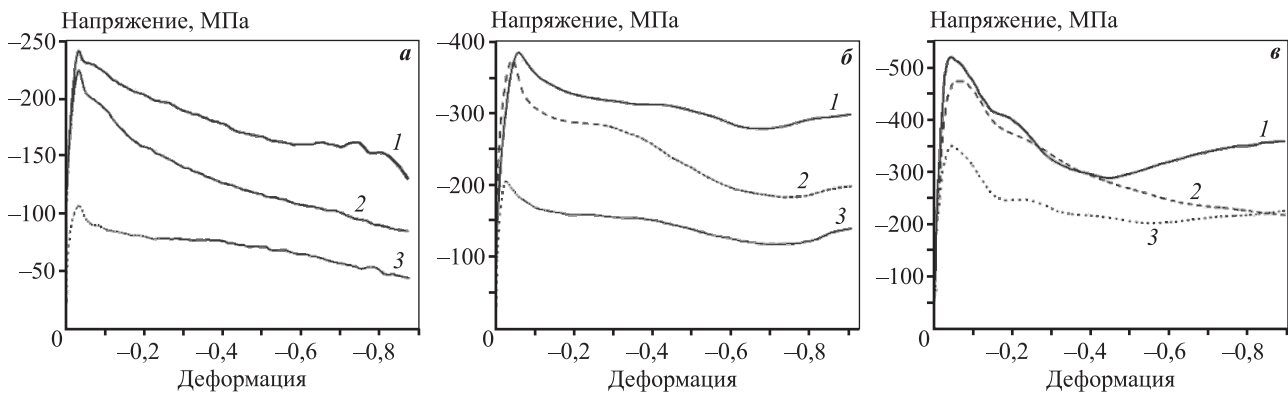


Рис. 2. Кривые деформации при скорости $0,1 \text{ с}^{-1}$ (а), 1 с^{-1} (б) и 10 с^{-1} (в)
 $t, \text{ }^\circ\text{C}$: 1 – 750, 2 – 800, 3 – 900

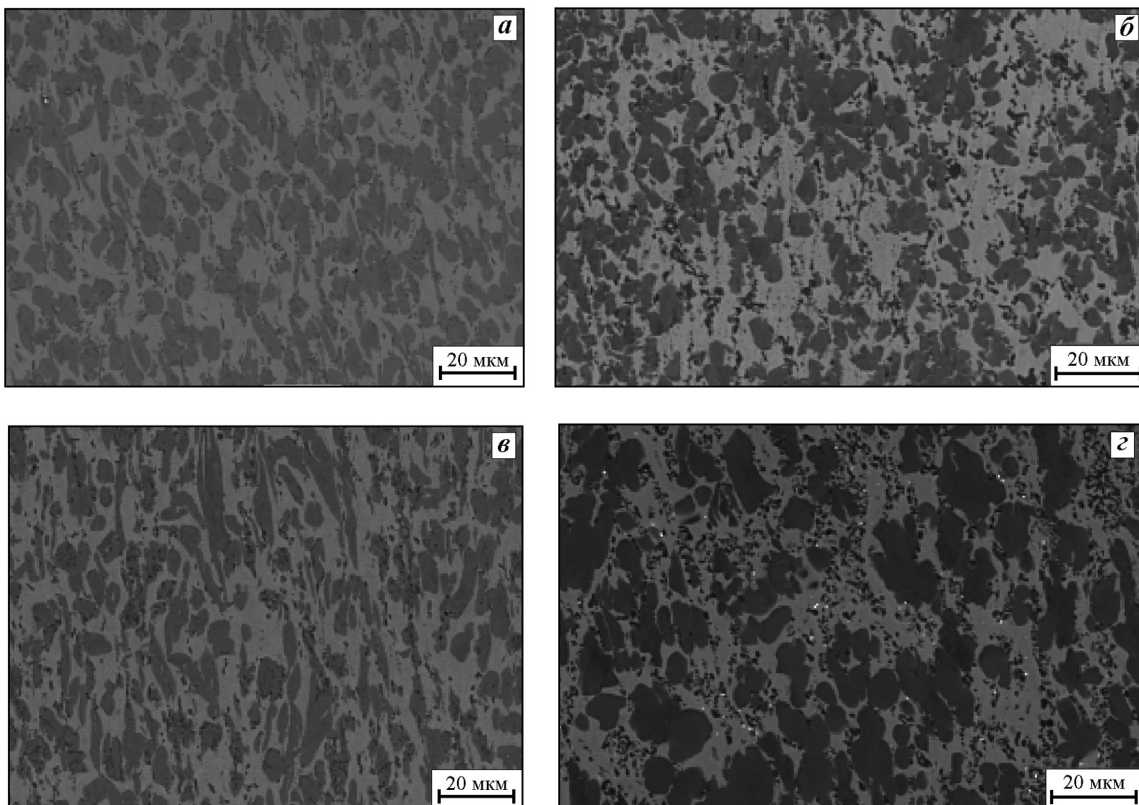


Рис. 3. Микроструктура образцов в деформированном состоянии
 а – $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$, $t = 750 \text{ }^\circ\text{C}$; б – $\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$, $t = 900 \text{ }^\circ\text{C}$; в – $\dot{\epsilon} = 10 \text{ с}^{-1}$, $t = 750 \text{ }^\circ\text{C}$; г – $\dot{\epsilon} = 10 \text{ с}^{-1}$, $t = 900 \text{ }^\circ\text{C}$

деформации находится между значениями энергии активации самодиффузии в α -титане (по разным данным она составляет от 169,1 кДж/моль [20] до 193 кДж/моль [21]) и β -титане (251,2 кДж/моль [20] и 282,9 кДж/моль [22]), что говорит о том, что в процессе деформации активно участвуют обе фазы. Полученные значения параметров модели могут быть использованы при построении конечно-элементных моделей и оптимизации

технологии реальных процессов обработки давлением.

Как следует из рис. 3, структура закаленных с температуры деформации образцов представлена α -, β -фазами и включениями боридов. Видно, что в процессе деформации включения боридов титана дробятся на отдельные частицы размером 0,5–1,5 мкм, распределенные с большей равномерностью, чем в литом состоянии. При этом средний

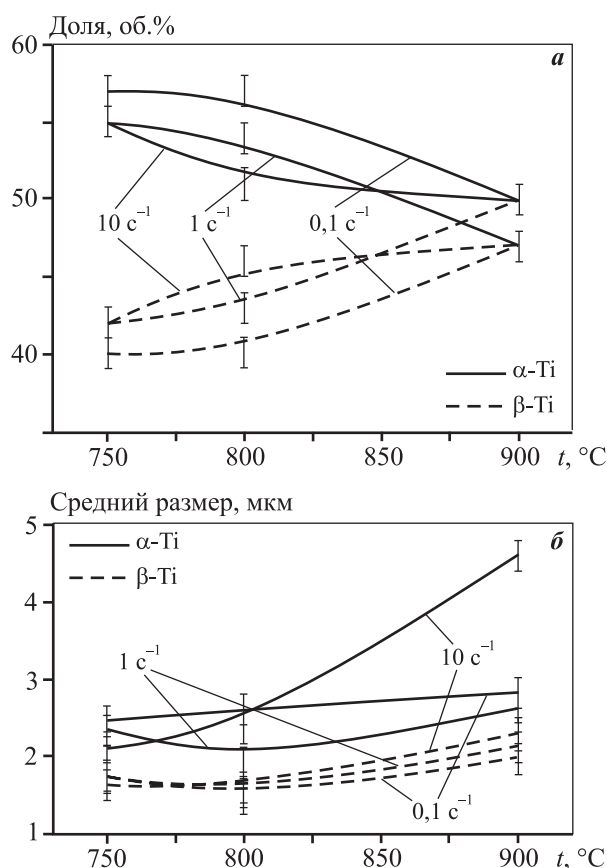


Рис. 4. Зависимость объемной доли (а) и размера зерен (б) α - и β -фаз от температуры и скорости деформации сплава Ti–3,8Fe–4,4Cu–0,2В

размер зерен α - и β -фаз меняется незначительно после деформации почти по всем исследованным режимам. Только при деформации по режиму $t = 900\text{ °C}$ и $\dot{\epsilon} = 10\text{ c}^{-1}$ отмечен рост зерен α -фазы (см. рис. 3, з и 4, б). Это может быть связано с адиабатическим разогревом образца при высокой скорости деформации. Кроме того, при $t = 900\text{ °C}$ и $\dot{\epsilon} = 0,1\text{ c}^{-1}$, возможно, происходят динамическая рекристаллизация и глобуляризация α -фазы [23], а при $\dot{\epsilon} = 10\text{ c}^{-1}$ эти процессы не успевают произойти полностью. В более легированной β -фазе процессы рекристаллизации и роста зерен могут быть заторможены атомами легирующих компонентов, вследствие чего размер β -фазы значительно не меняется. Объемное соотношение между α - и β -фазами уменьшается с повышением температуры деформации независимо от скорости (см. рис. 4, а).

Выводы

1. Исследована микроструктура сплава Ti–3,5Fe–4Cu–0,2В в литом состоянии и после

горячей деформации на одноосное сжатие при разных температурно-скоростных условиях. Структура сплава в литом и деформированном состояниях содержит α -фазу, β -фазу и частицы диборида титана. Показано, что в литом состоянии β -фаза содержит до 7,1 % Fe и 7,7 % Cu и значительно более легирована, чем α -фаза, содержащая 0,7 % Cu.

2. Проведены испытания на сжатие образцов сплава Ti–3,8Fe–4,4Cu–0,2В при температурах 750–900 °C и скоростях деформации 0,1–10 c^{-1} и построена модель связи напряжения течения с параметрами термомодеформационной обработки.

3. Показано, что предпочтительным режимом горячей обработки давлением для получения мелкозернистой структуры в исследованном сплаве является диапазон температур 750–800 °C, так как размер зерен α -фазы увеличивается с 2,2 до 4,5 мкм при повышении температуры до 900 °C. Исследованный сплав имеет перспективы использования в качестве экономно-легированного материала повышенной коррозионной стойкости и прочности.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации в рамках государственных заданий вузам на 2017–2020 гг. (проект № 11.7172.2017/8.9).

Литература/References

1. Ильин А.А., Колачев Б.А., Польшкин И.С. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. М.: ВИЛС–МАТИ, 2009; Il'in A.A., Kolachev B.A., Pol'skin I.S. Titanovye splavy. Sostav, struktura, svoystva [Titanium alloys. Composition, structure, properties]. Moscow: VILS–MATI, 2009.
2. Cui C., Hu B., Zhao L., Liu S. Titanium alloy production technology, market prospects and industry development. *Mater. Design*. 2011. Vol. 32. No. 3. P. 1684–1691. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2010.09.011>.
3. Hayama A.O.F., Lopes J.F.S.C., da Silva M.J.G., Abreu H.F.G., Caram R. Crystallographic texture evolution in Ti–35Nb alloy deformed by cold rolling. *Mater. Design*. 2014. Vol. 60. P. 653–660. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.04.024>.
4. Li C., Chen J. H., Wu X., Zwaag S. A comparative study of the microstructure and mechanical properties of $\alpha + \beta$ titanium alloys. *Met. Sci. Heat Treat*. 2014. Vol. 56. No. 7–8. P. 374–380. <https://doi.org/10.1007/s11041-014-9765-2>.
5. Lu J., Ge P., Li Q., Zhang W., Huo W., Hu J., Zhang Y., Zhao Y.

- Effect of microstructure characteristic on mechanical properties and corrosion behavior of new high strength Ti-1300 beta titanium alloy. *J. Alloys Compd.* 2017. Vol. 727. P. 1126—1135. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.239>.
6. Li Y.-H., Chen N., Cui H.-T., Wang F. Fabrication and characterization of porous Ti—10Cu alloy for biomedical application. *J. Alloys Compd.* 2017. Vol. 723. P. 967—973. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.321>.
 7. Shi X., Zeng W., Long Y., Zhu Y. Microstructure evolution and mechanical properties of near- α Ti—8Al—1Mo—1V alloy at different solution temperatures and cooling. *J. Alloys Compd.* 2017. Vol. 727. P. 555—564. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.08.165>.
 8. Chuvil'deev V.N., Kopylov V.I., Nokhrin A.V., Tryaev P.V., Kozlova N.A., Tabachkova N.Yu., Lopatin Yu.G., Ershova A.V., Mikhaylov A.S., Gryaznov M.Yu., Chegurov M.K. Study of mechanical properties and corrosive resistance of ultrafine-grained α -titanium alloy Ti—5Al—2V. *J. Alloys Compd.* 2017. Vol. 723. P. 354—367. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.06.220>.
 9. Zhao G.-H., Ketov S.V., Jiang J., Mao H., Borgenstam A., Louzguine-Luzgin D.V. New beta-type Ti—Fe—Sn—Nb alloys with superior mechanical strength. *Mater. Sci. Eng. A.* 2017. Vol. 705. P. 348—351. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.060>.
 10. Nochovnaya N.A., Khorev A.I., Yakovlev A.L. Perspectives of alloying titanium alloys with rare earth elements. *Met. Sci. Heat Treat.* 2013. Vol. 55. No. 7—8. P. 415—418. <https://doi.org/10.1007/s11041-013-9646-0>.
 11. Popov A.A., Leder M.O., Popova M.A., Rossina N.G., Narygina I.V. Effect of alloying on precipitation of intermetallic phases in heat-resistant titanium alloys. *Phys. Met. Metallogr.* 2015. Vol. 116. No. 3. P. 261—266. <https://doi.org/10.1134/S0031918X15030102>.
 12. Gaisin R.A., Imayev V.M., Imayev R.M., Gaisina E.R. Microstructure and hot deformation behavior of two-phase boron-modified titanium alloy VT8. *Phys. Met. Metallogr.* 2013. Vol. 114. No. 4. P. 339—347. <https://doi.org/10.1134/S0031918X13040042>.
 13. Zadorozhnyy V.Yu., Shchetinin I.V., Zheleznyi M.V., Chirikov N.V., Wada T., Kat H., Louzguine-Luzgin D.V. Investigation of structure—mechanical properties relations of dual-axially forged Ti-based low-alloys. *Mater. Sci. Eng. A.* 2015. Vol. 632. P. 88—95. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.065>.
 14. Zadorozhnyy V.Yu., Inoue A., Louzguine-Luzgin D.V. Investigation of the structure and mechanical properties of as-cast Ti—Cu-based alloys. *Mater. Sci. Eng. A.* 2013. Vol. 573. P. 175—182. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.02.031>.
 15. Zadorozhnyy V.Yu., Kozak D.S., Shi X., Wada T., Louzguine-Luzgin D.V., Kato H. Mechanical properties, electrochemical behavior and biocompatibility of the Ti-based low-alloys containing a minor fraction of noble metals. *J. Alloys Compd.* 2018. Vol. 732. P. 915—921. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.10.231>.
 16. Zadorozhnyy V.Yu., Shchetinin I.V., Chirikov N.V., Louzguine-Luzgin D.V. Tensile properties of a dual-axial forged Ti—Fe—Cu alloy containing boron. *Mater. Sci. Eng. A.* 2014. Vol. 614. P. 238—242. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.07.017>.
 17. Zadorozhnyy V.Yu., Inoue A., Louzguine-Luzgin D.V. Ti-based nanostructured low-alloy with high strength and ductility. *Mater. Sci. Eng. A.* 2012. Vol. 551. P. 82—86. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.04.097>.
 18. Churyumov A.Yu., Khomutov M.G., Tsar'kov A.A., Pozdnyakov A.V., Solonin A.N., Efimov V.M., Mukhanov E.L. Study of the structure and mechanical properties of corrosion-resistant steel with a high concentration of boron at elevated temperatures. *Phys. Met. Metallogr.* 2014. Vol. 115. P. 809—813. <https://doi.org/10.1134/S0031918X14080031>.
 19. Sellars C.M., McTegart W.J. On the mechanism of hot deformation. *Acta Metall.* 1966. Vol. 14. P. 1136—1138. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(66\)90207-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(66)90207-0).
 20. Gale W.F., Totemeier T.C. *Smithells metals reference book*. 8-th ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2004.
 21. Perez R.A., Nakajima H., Dymont F. Diffusion in α -Ti and Zr. *Mater. Trans.* 2003. Vol. 44. No. 1. P. 2—13. <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.2>.
 22. Neumann G., Tuijn C. *Self-diffusion and impurity diffusion in pure metals: Handbook*. Amsterdam: Elsevier, 2009.
 23. Аношкин Н.Ф. (ред.) Титановые сплавы. Metallogрафия титановых сплавов. М.: Metallurgiya, 1980; Anoshkin N.F. (ed.) Titanovye splavy. Metallografiya titanovykh splavov [Titanium alloys. Metallography of titanium alloys]. Moscow: Metallurgiya, 1980.