УДК 669.2.02/.09

О.П. Шаболдо, Я.М. Виторский,
А.И. Шамшурин, А.А. Кононов

ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ β-ТИТАНОВОГО СПЛАВА В ПРОЦЕССЕ ХОЛОДНОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

O.P. Shaboldo, Ya.M. Vitorsky,
A.I. Shamshurin, A.A. Kononov

β-TI ALLOY STRUCTURE FORMATION DURING COLD DEFORMATION PROCESSING AND CONSEQUENT HEAT TREATMENT

Проведены исследования формирования структуры в процессе холодного волочения и последующей термической обработки титанового сплава ТС6. Методом EBSD-анализа установлено, что в результате холодной деформации в сплаве формируется ячеистая субструктура с углами разориентации 0,5–0,7°, при последующем нагреве до температуры 700 °С создается полигонизованная структура с углами разориентации 0,45–0,55° и размерами субзерен 0,15–0,25 мкм. При нагреве до 800 °С формируется мелкозернистая рекристаллизованная структура.

ВОЛОЧЕНИЕ; ХОЛОДНАЯ ДЕФОРМАЦИЯ; РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ; ПОЛИГОНИЗАЦИЯ; СУБСТРУКТУРА.

β-Ti (TC6) structure formation during cold drawing and heat treatment is studied. With help of EBSD-analysis technique it was considered that cell subgrain structure with grain boundary angle 0,5–0,7° was formed after cold deformation. After heat treatment at temperature of 700 °C received structure was transformed to polygonized structure with grain boundary angle 0,45–0,55° and subgrain size 0,15–0,25 μm. Heat treatment at temperature of 800 °C leads to fine grain recrystallized structure formation.

DRAWING; COLD DEFORMATION; RECRYSTALLIZATION; POLYGONIZATION; SUBSTRUCTURE.

Титановые сплавы с термически нестабильной β-фазой, благодаря высокой пластичности в закаленном состоянии и исключительной способности упрочняться при термической и термомеханической обработках (ТМО), находят широкое применение в различных областях машиностроения, в том числе при изготовлении энергоемких коррозионностойких пружин [1–3]. Одним из условий получения благоприятного сочетания прочностных и пластических характеристик в упрочненном состоянии β-титановых сплавов является формирование перед упрочняющей термообработкой мелкозернистой рекристаллизованной или полигонизованной структур [4, 5]. Известно, что при прочих равных условиях характер процессов, протекающих при термообработке, определяется структурой, сформированной в процессе предшествующей деформации [4,6].

Цель данной работы — исследовать влияние процессов холодного волочения и последующей термической обработки на формирование структуры проволоки из β-титанового сплава ТС6, чтобы выявить режимы обработки, обеспечивающие получение мелкозернистой структуры.

Материал и методика исследования

В качестве исследуемого материала использовали проволоку из титанового сплава ТС6 (основа Ti — 10,5 % Cr — 7 % V — 4 % Mo — 3 % Al — 1 % Zr) диаметром 4,6 мм, полученную из серийного горячекатаного прутка диаметром 8,0 мм холодным волочением с промежуточной

закалкой. Промежуточную закалку проводили на установке скоростного электроконтактного нагрева начиная с температуры 780–800 °С. Температуру термической обработки назначали с целью получения минимального зерна β-фазы [7]. Суммарная деформация после промежуточной закалки составила 45 %. Проволоку диаметром 4,6 мм подвергали закалке скоростным нагревом без выдержки начиная с температуры 800 °С и холодному волочению до диаметра 3,3 мм с суммарной степенью деформации 48,5 %, а затем закаливали по трем различным режимам: с температуры 700 °С печным нагревом и с температуры 800 °С печным и скоростным нагревами. Скорость нагрева проволоки диаметром 3,3 мм на установке электроконтактного нагрева составляла 35 °С/с, обработку проводили без выдержки. При термической обработке в печи выдержка составляла 20 минут. Волочение материала проводили на цепном волочильном стане. Механические свойства сплава определяли испытаниями на растяжение (по 3–6 образцам на точку) на испытательной машине УТС110М на проволочных образцах с длиной рабочей части 100 мм.

Исследование субструктуры проводили на электронном сканирующем микроскопе Tescan Mira 3 методом обратной дифракции электронов (EBSD). Строили карты кристаллографических ориентировок в пространстве Эйлера (карты EBSD), которые обрабатывались с помощью функции измерения локальной разориентации (Local Misorientation Component). Суть данной обработки заключается в отображении областей с малыми изменениями ориентировок и областей с относительно большими перепадами по углам. Функция суммирует среднюю разориентировку между каждым пикселем и окружающими его, данное значение присваивается исходному пикселю и отображается в цветовой гамме. Критерием обработки карты EBSD был задан угол в 1 градус. При значении в 1 градус присваивается белый цвет; при уменьшении до 0 градусов цвет меняется на серый. Исследования микроструктуры проводили на микроскопе Neophot 21 с системой анализа изображений «Thixomet Pro».

Результаты экспериментов и их обсуждение

После закалки исходных заготовок диаметром 4,6 мм начиная с температуры 800 °С с использованием скоростного нагрева без выдержки в сплаве ТС6, деформированном в холодную на 45 %, формируется частично рекристаллизованная структура. На рис. 1 представлены карты локальной разориентации кристаллической решетки сплава ТС6, из которых видно, что, наряду с равноосными рекристализованными зернами, в структуре наблюдаются остатки деформированных зерен (рис. 1, *а*); это указывает на неполное протекание рекристаллизации. Механические свойства сплава ТС6 в данном состоянии следующие: $\sigma_в$ = 1030 МПа, $\sigma_{0,2}$ = = 1018 МПа, $\sigma_{пц}$ = 865 МПа, δ = 14,8 %, ψ = 62 %. Такая особенность титановых β-сплавов, обусловленная, по-видимому, наследственным влиянием крупнозернистой структуры горячекатаных исходных заготовок, неравномерностью распределения деформации в крупных зернах,

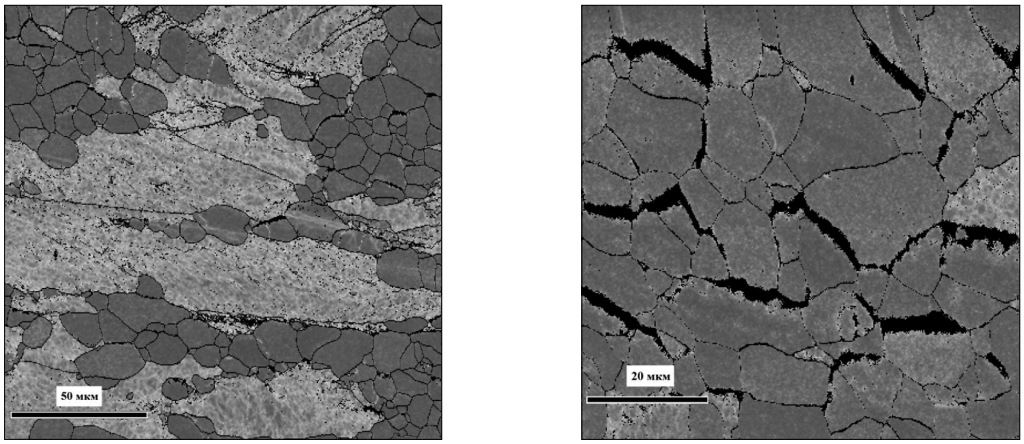

Рис. 1. Карты локальной разориентации кристаллической решетки сплава ТС6 после закалки начиная с температуры 800 °С.

которая вызвана изначально неоднородностью растворения легирующих элементов в высоколегированных сплавах, хорошо и давно известна [8–10]. В более поздних работах [11, 12] данный эффект, называемый текстурным торможением рекристаллизации, авторы связывали с тем, что в определенных кристаллографических ориентировках не происходит накопления внутренней энергии и дефектность структуры не достигает уровня, необходимого для протекания рекристаллизации. В работе [10] отмечалось протекание полигонизации в нерекристаллизованных областях после термической обработки сплава ТС6 при температуре 800 °С. Как видно из рис. 1, *а*, в деформированных зернах наблюдается неоднородность распределения цвета в виде белых «прожилок», что указывает на неравномерность углов внутри зерна, т. е. в деформированных зернах имеется субструктура, предположительно полигонизованная.

Для более полного исследования рекристаллизованной структуры была построена дополнительная карта EBSD с меньшим шагом в 0,1933 мкм в области рекристаллизованных зерен, представленная на рис. 1, *б*. Черным цветом на карте показаны нераспознанные точки, находящиеся, как правило, на границах зерен. Как видно из рисунка, рекристаллизованные зерна имеют практически однотонную серую окраску, что свидетельствует о равномерном распределении углов внутри зерна и, следовательно, о минимальном количестве дефектов кристаллического строения. Однако наличие незначительной белой пятнистости в отдельных зернах говорит о наследовании дефектов кристаллической решетки деформированной структуры.

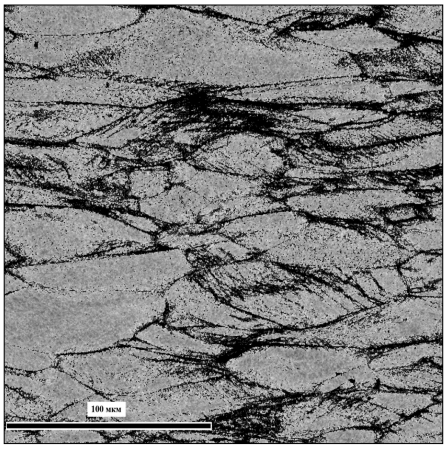

Рис. 2. Карта локальной разориентировки кристаллической решетки образца проволоки диаметром 3,3 мм после холодного волочения со степенью деформации = 48,5 %

Холодное волочение с суммарной степенью деформации ε = 48,5 % приводит к формированию типичной деформированной структуры, вытянутой в направлении волочения. Все зерна имеют бело-серую окраску, что свидетельствует о неравномерном распределении углов разориентации и наличии субструктуры внутри зерен (рис. 2).

После пластической деформации в зерне увеличивается количество дефектов. На графике распределения углов разориентации кристаллической решетки (рис. 3) пластическая деформация отражается в виде сильного смещения пика распределения углов вправо по сравнению с рекристаллизованным состоянием (кривые *2* и *1*). Пик в интервале углов 0,55–0,65 градуса становится заметно шире и ниже. Появляется второй максимум в области маленьких углов. Такой характер распределения свидетельствует о наличии субструктуры. Максимум в правой части распределения появился вследствие формирования ячеек с более высокими углами разориентации между ними. Максимум в левой части распределения соответствует углам внутри этих ячеек. Такой характер распределения свидетельствует о наличии субструктуры. В серии работ [9, 13] отмечается формирование ячеистой структуры с размером ячеек 0,5–0,7 мкм при холодной прокатке рекристаллизованных листов из сплава ТС6. Таким образом, из полученных экспериментальных данных можно сделать предположение о появлении субструктуры (ячеистая структура) после холодной деформации.

При нагреве деформированных образцов с описанной выше структурой до температуры 700 °С (выдержка в печи в течение 20 минут, охлаждение на воздухе) деформированные зерна сохраняют свою форму. Из этого следует, что температура отжига недостаточна для протекания рекристаллизации (рис. 4).

Так же, как и в деформированном образце, внутри зерен наблюдается неравномерное распределение углов разориентации (рис. 4). После отжига максимум распределения углов смещает-

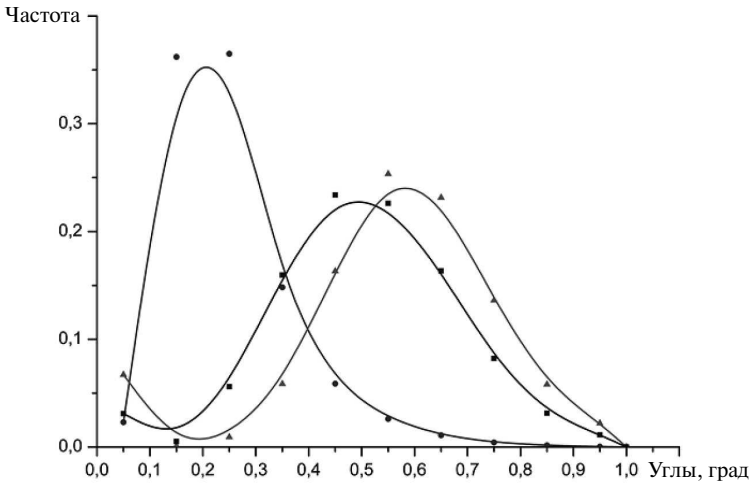

Рис. 3. Распределение углов разориентации кристал-лической решетки в исследуемых образцах сплава ТС6
(—•— — рекристаллизация; —▲— — деформация;
—■— — полигонизация)

ся в сторону меньших углов (0,45–0,55 градуса), что является следствием аннигиляции и перестройки части дефектов решетки. В результате этого зерно разбивается на области размером 0,15–0,25 мкм. Однако характер распределения не изменяется: ширина и высота пика практически такие же, как в случае деформированного материала. Таким образом, процессы снижения дефектности структуры, а следовательно, и разупрочнение сплава произошли, но не в такой степени как при рекристаллизации. Так, если механические свойства при степени деформации ε = 48,5 % составили $\sigma_в$ = 1380 МПа, $\sigma_{0,2}$ = = 1315 МПа, δ = 2,7 % и ψ = 46 %, то после термической обработки при температуре 700 °С произошло разупрочнение материала до значений $\sigma_в$ = 1060 МПа, $\sigma_{0,2}$ = 1048 МПа, δ = 12,0 % и ψ = 50 %. Полученные нами результаты свидетельствуют о протекании полигонизации в проволоке из сплава ТС6 при температуре 700 °С, если под полигонизацией в общем случае понимать перестройку дислокационной структуры внутри зерна.

При повышении температуры нагрева до 800 °С в деформированном со степенью деформации ε = 48,5 % сплаве ТС6 протекает рекристаллизация. Хотя и при печном, и при скоростном нагревах формируется мелкозернистая рекристаллизованная структура, скорость нагрева оказывает влияние на параметры структуры: средний размер зерна, распределение зерен по размерам (рис. 5), анизотропию зерен. Так, если после закалки с печного нагрева средний размер зерна составил 19,2 мкм, то при нагреве со скоростью 35 °С/с — практически в два раза мельче — 10,8 мкм. Способ нагрева под закалку влияет также и на параметры равноосности зерен. После печного нагрева коэффициент анизотропии формы зерна составляет 1,3, а после нагрева со скоростью 35 °С/с значение данного коэффициента уменьшается до 1,15.

Анализ гистограмм распределения размеров зерен показывает, что при печном нагреве количество зерен размером 15 мкм и менее составляет 64,1 % (рис. 5, *а*), а при нагреве со скоростью 35 °С/с появляются зерна диаметром 3,9 мкм

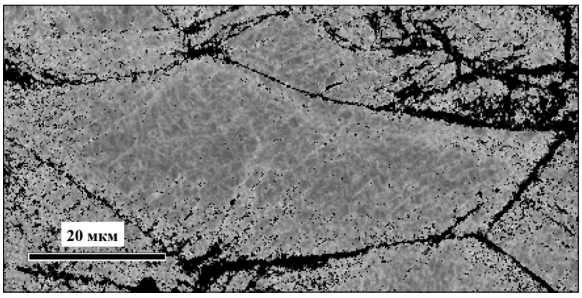

Рис. 4. Карта локальной разориентировки кристаллической решетки образца сплава ТС6 после холодного волочения и последующей печной термообработки при температуре 700 °С (шаг 0,1933 мкм)

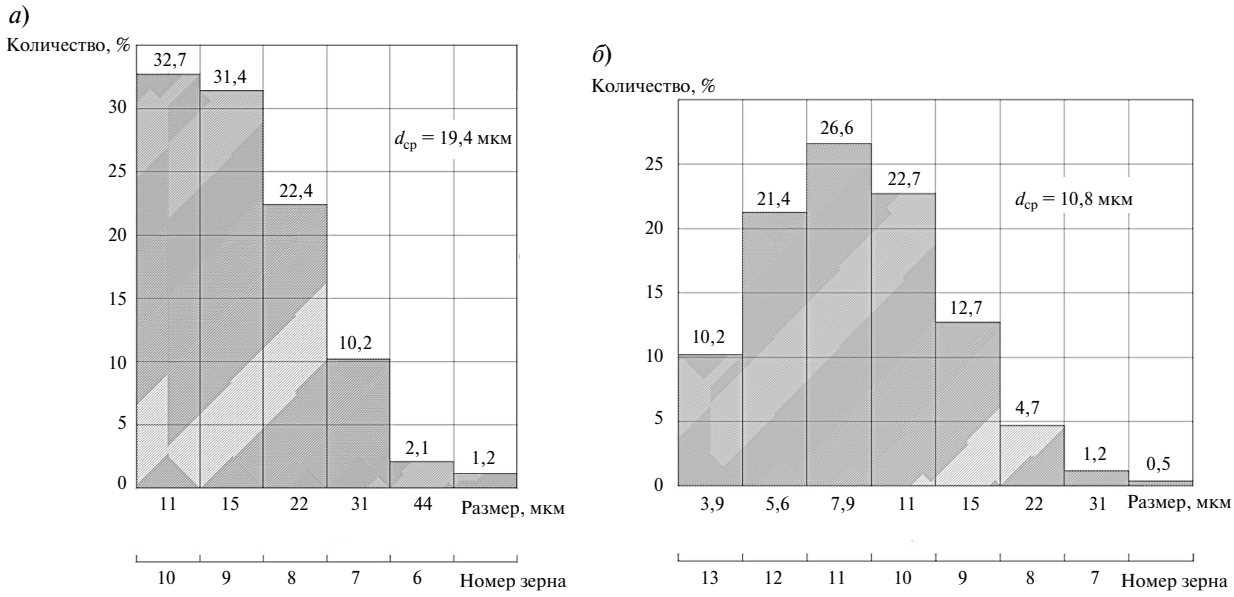

Рис. 5. Гистограммы распределения размера зерна после закалки сплава ТС6 с температуры 800 °С: *а* — печной нагрев; *б* — нагрев со скоростью 35 °С/с

в количестве 10,2 %, а общее количество зерен размером 15 мкм и менее составляет 93,8 % (рис. 5, *б*). Формирование мелкозернистой структуры для режимов закалки с температуры 800 °С обусловлено особенностями холодной деформации β-сплавов титана. Быстрому и полному протеканию первичной рекристаллизации путем формирования многочисленных центров способствует формирование ячеистой структуры в процессе холодной деформации.

Таким образом, в ходе проведенных исследований установлено следующее:

1. Выявлены особенности формирования структуры и субструктуры проволоки из β-титанового сплава ТС6 при холодном волочении и последующей термической обработке. Изучено влияние технологических факторов (степень деформации, температура закалки) на степень проявления процессов рекристаллизации и полигонизации в структуре сплава.

2. После закалки с температуры 780–800 °С в сплаве ТС6, деформированном вхолодную на 45 %, формируется частично рекристаллизованная структура. Наряду с рекристаллизованными зернами имеются нерекристаллизованные зерна или области с полигонизованной структурой. Рекристаллизованные зерна обладают минимальной дефектностью кристаллической решетки, однако при этом сохраняют часть дефектов деформированной структуры.

3. Повышение степени холодной деформации при волочении до ε = 48,5 % приводит к формированию типичной деформированной структуры, вытянутой в направлении волочения. Внутри зерен формируется ячеистая субструктура с углами разориентации 0,5–0,7 градуса.

4. При нагреве деформированного со степенью деформации ε = 48,5 % сплава ТС6 до температуры 700 °С формируется полигонизованная структура с углами разориентации 0,45–0,55 градуса и размерами субзерен 0,15–0,25 мкм.

5. При повышении температуры нагрева до 800 °С в сплаве ТС6 создается мелкозернистая более равномерная рекристаллизованная структура, формированию которой способствует ячеистая деформированная структура. Ячейки становятся центрами рериcталлизации. Скорость нагрева оказывает влияние на параметры структуры: средний размер зерна, распределение зерен по размерам, анизотропию зерен. Повышение скорости нагрева сопровождается существенным измельчением зерна.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Шаболдо О.П., Виторский Я.М., Караштин Е.А., Васильев Е.В., Сорокин М.В.** Пружинные материалы со специальными свойствами из труднодеформируемых высокопрочных высоколегированных термомеханически упрочняемых сплавов на основе титана, никеля и ниобия // Металлообработка. 2011. №2 (62). С. 28–35.

2. **Крылов Б.С. , Зеленов Б.А., Петров В.А.** Высокопрочный титановый бета-сплав марки ТС-6. Технология, свойства, области применения // ЦНИИ материалов — 90 лет в материаловедении: науч.-техн. сб. Вып. 2. / ФГУП «ЦНИИМ». СПб.: Изд-во СПбГПУ, 2004. С. 125–139.

3. **Шаболдо, О.П., Строганов А.А.** Влияние термомеханических режимов производства проволоки на механические свойства пружинного β-титанового сплава ТС6 // Металлообработка. 2010. № 1 (55). С. 50–56.

4. **Гордиенко А.И., Шипко А.А.** Структурные и фазовые превращения в титановых сплавах при быстром нагреве. Минск: Наука и техника, 1983. 335 с.

5. **Нисимура Т., Нисигаки М., Кусамити Х.** Характеристики старения β-титановых сплавов // Титан. Металловедение и технология: труды 3-ей Международной конференции по титану. М.: Изд-во ВИЛС. 1978. Т. 2. С. 665–677.

6. **Колбасников Н.Г., Кондратьев С.Ю.** Структура. Энтропия. Фазовые превращения и свойства металлов. СПб.: Наука, 2006. 364с.

7. **Рудской А.И., Лунев В.А., Шаболдо О.П.** Волочение: учебное пособие СПб.: Изд-во Политехн. ун-та, 2011. 126 с.

8. **Петров В.А.** Исследование влияния режима закалки на механические свойства и структуру титанового β сплава ТС6 // Технология легких сплавов. 1980. №3. С. 38–41.

9. **Леринман Р.М., Мурзаева Г.В.** Структурные изменения, происходящие при термической и механико-термической обработке высокопрочных β-титановых сплавов // Структура и механические свойства металлов и сплавов: сб. научн. тр. / УНЦ АН СССР. Свердловск, 1975. С. 90–107.

10. **Попов А.А., Пумпянский Д.А., Белоглазов В.А.** Исследование фазовых и структурных превращений в титановом сплаве ТС6 с исходной полигонизованной структурой // Физика металлов и металловедение. 1991. №2. С. 150–156.

11. **Nakamichi H., Humphreys F.J., Brougs I.** Recristallization phenomen in an IF steel observed by in situ EBSD experiments // J. of microscopy. 2008. Vol. 230 (Pt.3). P. 464–471.

12. **Демаков, С.П., Водолазский Ф.В., Водолазский В.Ф., Попов А.А.** Текстурное торможение в титановом сплаве ТС6 // Металловедение и термическая обработка металлов. 2010. №10 (664). С. 32–38.

13. **Леринман Р.М., Мурзаева Г.В.** Электронно-микроскопическое исследование пластической деформации закаленных титановых сплавов с термически нестабильной β-фазой // Физика металлов и металловедение. 1968. Vol. 25. № 5. С. 924–933.

REFERENCES

1. **Shaboldo O.P., Vitorskiy Ya.M., Karashtin Ye.A., Vasilyev Ye.V., Sorokin M.V.** Pruzhinnyye materialy so spetsialnymi svoystvami iz trudnodeformiruyemykh vysokoprochnykh vysokolegirovannykh termomekhanicheski uprochnyayemykh splavov na osnove titana, nikelya i niobiya . *Metalloobrabotka*. 2011. №2 (62). S. 28–35. (rus.)

2. **Krylov B.S., Zelenov B.A., Petrov V.A.** Vysokoprochnyy titanovyy beta-splav marki TS-6. Tekhnologiya, svoystva, oblasti primeneniya. *TsNII materialov — 90 let v materialovedenii: nauch.-tekhn.sb.* Vyp. 2. / FGUP «TsNIIM». SPb.: Izd-vo SPbGPU, 2004. S. 125–139. (rus.)

3. **Shaboldo O.P., Stroganov A.A.** Vliyaniye termomekhanicheskikh rezhimov proizvodstva provoloki na mekhanicheskiye svoystva pruzhinnogo β-titanovogo splava TS6. *Metalloobrabotka*. 2010. № 1 (55). S. 50–56. (rus.)

4. **Gordiyenko A.I., Shipko A.A.** Strukturnyye i fazovyye prevrashcheniya v titanovykh splavakh pri bystrom nagreve . Minsk: Nauka i tekhnika, 1983. 335 s. (rus.)

5. **Nisimura T., Nisigaki M., Kusamiti Kh.** Kharakteristiki stareniya β-titanovykh splavov . *Titan. Metallovedeniye i tekhnologiya*: *trudy 3-yey Mezhdunarodnoy konferentsii po titanu*. Moskva, Izd-vo VILS,1978. T. 2. S. 665–677. (rus.)

6. **Kolbasnikov N.G., Kondratyev S.Yu. Struktura.** Entropiya. Fazovyye prevrashcheniya i svoystva metallov. SPb.: Nauka, 2006. 364 s. (rus.)

7. **Rudskoy A.I., Lunev V.A., Shaboldo O.P.** Volocheniye: uchebnoye posobiye. SPb.: Izd-vo Politekhn. un-ta, 2011. 126 s. (rus.)

8. **Petrov V.A.** Issledovaniye vliyaniya rezhima zakalki na mekhanicheskiye svoystva i strukturu titanovogo β splava TS6. *Tekhnologiya legkikh splavov*. 1980. №3. S. 38–41. (rus.)

9. **Lerinman R.M., Murzayeva G.V.** Strukturnyye izmeneniya, proiskhodyashchiye pri termicheskoy i mekhaniko-termicheskoy obrabotke vysokoprochnykh β-titanovykh splavov. *Struktura i mekhanicheskiye svoystva metallov i splavov*: *sb. nauchn. tr.* / UNTs AN SSSR. Sverdlovsk, 1975. S. 90–107. (rus.)

10. **Popov A.A., Pumpyanskiy D.A., Beloglazov V.A.** Issledovaniye fazovykh i strukturnykh prevrashcheniy v

titanovom splave TS6 s iskhodnoy poligonizovannoy strukturoy. *Fizika metallov i metallovedeniye*. 1991. №2. S. 150–156. (rus.)

11. **Nakamichi H., Humphreys F.J., Brougs I.** Recristallization phenomen in an IF steel observed by in situ EBSD experiments. *J. of microscopy*. 2008. Vol. 230. Pt. 3. P. 464–471.)

12. **Demakov S.P., Vodolazskiy F.V., Vodolazskiy V.F., Popov A.A.** Teksturnoye tormozheniye v titanovom splave TS6. *Metallovedeniye i termicheskaya obrabotka metallov*. 2010. №10 (664). S. 32–38. (rus.)

13. **Lerinman R.M., Murzayeva G.V.** Elektronnomikroskopicheskoye issledovaniye plasticheskoy deformatsii zakalennykh titanovykh splavov s termicheski nestabilnoy β-fazoy. *Fizika metallov i metallovedeniye*. 1968. 25. № 5. S. 924–933. (rus.)

СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ

ШАБОЛДО Олег Павлович — кандидат технических наук начальник лаборатории ОАО «Центральный научно-исследовательский институт материалов». 191014, Санкт-Петербург, Парадная ул., дом 8. E-mail: shaboldo@yandex.ru

ВИТОРСКИЙ Ярослав Михайлович — доктор технических наук начальник отдела ОАО «Центральный научно-исследовательский институт материалов». 191014, Санкт-Петербург, Парадная ул., дом 8. E-mail: mail@cniim.ru

ШАМШУРИН Алексей Игоревич — младший научный сотрудник НОЦ конструкционных и функциональных материалов ОНТИ Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 195251, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29. E-mail: sham_a@mail.ru

КОНОНОВ Александр Александрович — аспирант кафедры технологии и исследования материалов Санкт-Петербургского государственного политехнического университета. 195251, Санкт-Петербург, Политехническая ул., 29. E-mail: a.a.kononov@russia.ru

AUTHORS

SHABOLDO Oleg P. — Central Research Institute of Materials. 8, Paradnaya st., St. Petersburg, Russian Federation, 191014. E-mail: shaboldo@yandex.ru

VITORSKY Yaroslav M. — Central Research Institute of Materials. 8, Paradnaya st., St. Petersburg, Russian Federation, 191014. E-mail: mail@cniim.ru

SHAMSHURIN Aleksey I. — St. Petersburg State Polytechnical University. 29, Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russia. E-mail: sham_a@mail.ru

KONONOV Aleksander A. — St. Petersburg State Polytechnical University. 29, Politechnicheskaya St., St. Petersburg, 195251, Russia. E-mail: a.a.kononov@russia.ru

© Санкт-Петербургский государственный политехнический университет, 2014