

517

Министерство высшего и среднего специального образования СССР

ЧЕЛЯБИНСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
ИМЕНИ ЛЕНИНСКОГО КОМСОМОЛА

На правах рукописи

УДК [669.2/.8+669.12].017.3-158

УЛЬЯНОВ ВЛАДИМИР ГРИГОРЬЕВИЧ

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ, СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЕ И
УПРОЧНЕНИЕ ПРИ СВЕРХСКОРОСТНОМ ОХЛАЖДЕНИИ ТИТАНА,
ЕГО СПЛАВОВ, ЦИРКОНИЯ, ЖЕЛЕЗА И КОБАЛЬТА

Специальность 05.16.01 - Металловедение и термическая
обработка металлов

Автореферат
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Челябинск
1982

ЧПИ

Работа выполнена на кафедре металловедения и термообработки
Челябинского политехнического института имени Ленинского комсомола.

Научный руководитель – доктор технических наук, профессор
ШТЕЙНБЕРГ М.М.

Научный консультант – кандидат физико-математических наук,
доцент МИРЗАЕВ Д.А.

Официальные оппоненты – доктор технических наук, профессор
ЛИТВИНОВ В.С.,
кандидат физико-математических наук,
доцент ШИШМАКОВ А.С.

Ведущее предприятие – Институт металлургии им. А.А.Байкова
АН СССР

Защита состоится " _____ " _____ 198__ г. на заседании
специализированного совета К 053.13.03 по присуждению ученых степе-
ней кандидата технических наук металлургического факультета Челя-
бинского политехнического института имени Ленинского комсомола по
адресу: 454044, г.Челябинск, пр.Ленина, 76.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке института.

Автореферат разослан " _____ " _____ 198__ г.

Ученый секретарь специализированного
совета, доцент, к.т.н.

 О.К.ТОКОВОЙ

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность темы. В настоящее время широкое распространение в науке и технике получили методы воздействия на свойства материалов, основанные на проведении фазовых превращений в экстремально неравновесных условиях: воздействия импульсных магнитных полей, лазерного облучения, сверхбыстрого охлаждения и др. Среди них особенно важными являются эксперименты по охлаждению, поскольку закалка является наиболее распространённой в практике термообработки операцией и имеет сложную физическую основу. Как показали проведённые в последние годы исследования по сверхбыстрому охлаждению на железе и его сплавах (Г.В.Курдюмов, М.Д.Перкас, Парр, Овен, Анселл, М.М.Штейнберг, Д.А.Мирзаев и др.), выход за пределы обычно применяемых при закалке скоростей охлаждения ($> 10^4$ °C/c) может приводить к коренному изменению механизма превращения, а также физико-механических свойств образующейся фазы. В отношении других полиморфных металлов (титана, циркония, кобальта) на основании очень ограниченного числа экспериментов сложилось мнение, что температура мартенситного превращения и его кинетика в этих металлах не зависят от скорости охлаждения.

Проведение систематического исследования эффектов скоростного охлаждения для всех полиморфных металлов в отношении изменения кинетики, морфологии, свойств продуктов превращения (в особенности прочности) и поведения мартенситной точки должно способствовать развитию теории фазовых переходов и создать основу для развития новых методов термообработки. Для титановых материалов, в которых обычные режимы закалки не приводят к существенному повышению прочностных характеристик, аналогичные исследования приобретают особую актуальность, открывая новые пути повышения их прочности.

Цель работы. В данной работе были поставлены следующие задачи:

1. Исследовать влияние скорости охлаждения в широком интервале (от 100 до $5 \cdot 10^5$ °C/c) на температуры полиморфного $\beta \rightarrow \alpha$ превращения и микротвёрдость титана, циркония, кобальта, сверхчистого железа*) и некоторых титановых сплавов.

2. Провести оптические, электронномикроскопические и рентгенографические исследования структуры исследованных металлов и сплавов после охлаждения с различными скоростями.

*) Эксперименты на сверхчистом железе проведены совместно с ЦНИИЧМ им. И.П.Бардина под руководством д.ф.-м.н. Д.С.Каменецкой

3. Изучить структурные изменения (текстуру, размер зерна) в титане после сверхбыстрой закалки и последующего отжига в α - и β -состоянии.

4. Исследовать возможность упрочнения технического титана закалённого с различными скоростями при последующей пластической деформации.

Научная новизна работы. Для ряда полиморфных металлов (Ti, Zr, Co, Fe) и некоторых титановых сплавов впервые представлены систематические данные об изменении температур превращения, морфологии образующейся фазы, её структурных особенностей и свойств при увеличении скорости охлаждения до $5 \cdot 10^5$ °C/с.

У всех исследованных металлов температурная область превращения разделена на ряд ступеней, на каждой из которых реализуется свой кинетический тип превращения.

Впервые показано, что в одном и том же металле (например, титане) при увеличении скорости охлаждения можно наблюдать последовательный ряд структурных форм образующейся фазы: структура неупорядоченного роста, видманштетт, массивный мартенсит, пластинчатый дислокационный мартенсит, пластинчатый двойникованный мартенсит.

Практическая ценность.

1. Усовершенствование установки для сверхбыстрого охлаждения позволило увеличить максимальную скорость охлаждения до $5 \cdot 10^5$ °C/с.

2. Показана возможность значительного упрочнения полиморфных металлов путём сверхбыстрой закалки.

В случае титана и его малолегированных сплавов заметное упрочнение достигается уже при относительно небольших скоростях охлаждения (несколько тыс. °C/с), которые вполне достижимы в промышленных условиях при термообработке титановой фольги.

3. Степень упрочнения закалённых титановых сплавов (в частности, сплава ВТИ-00) при пластической деформации зависит от исходной закалённой структуры. Максимальное упрочнение достигается при пластической деформации высокодисперсного массивного мартенсита, получаемого в сплаве ВТИ-00 при охлаждении из β -области со скоростями порядка 10^4 °C/с. На основании этого был разработан и опробован режим упрочнения листового проката из сплава ВТИ-00, включающий скоростную закалку с технологически достижимыми скоростями ($\sim 10^4$ °C/с) и последующую пластическую деформацию с $\epsilon > 50\%$. Такая комплексная обработка позволяет повысить прочностные характеристики материала приблизительно на 20% без снижения его пластичности. На Верхне-Салдинском металлургическом заводе способ упрочнения листового

го проката из сплава ВТ1-00 путём ускоренной закалки и пластической деформации принят как основа для разработки технологии производства высокопрочной фольги для соговых конструкций.

4. В работе приведены данные по изменению текстуры холоднокатанного титана в ходе последующего $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ перехода или после отжига в α -состоянии, а также результаты по исследованию структурной перекристаллизации в титане, которые могут быть также использованы на практике.

На защиту выносятся:

1. Результаты исследования зависимостей температур полиморфного превращения и микротвёрдости от скорости охлаждения в титане, цирконии, кобальте, железе, некоторых опытных и промышленных сплавах титана (Ti-Mo, Ti-V, ТМ-1, ТМ-2, ОТ4-1, ВТ1-00).

2. Оптические, электронномикроскопические и рентгенографические исследования особенностей структуры после закалки с различными скоростями охлаждения.

3. Расчёты термодинамических стимулов образования различных структурных форм α -мартенсита в Ti, Zr, Co, Fe и сплавах системы Ti-Mo.

4. Результаты исследования текстуры холоднокатанного титана и её изменения после отжига в α - и β -состояниях.

5. Результаты исследований структурной перекристаллизации в титане после сверхвысоких скоростей охлаждения.

6. Способ упрочнения титановой фольги из сплава ВТ1-00.

А п р о б а ц и я р а б о т ы . Основные результаты работы были доложены и обсуждены на Всесоюзной конференции по металлургии и металлосведению титана (Москва, 1979 г.), Всесоюзном семинаре "Новые достижения в области металлосведения и термообработки" (Киев, 1979 г.), УП Уральской школе металлосведов-термистов (Свердловск, 1981 г.), I и II научно-технических конференциях молодых учёных и специалистов ЧПИ (Челябинск, 1977, 1979 г.г.), Челябинской научно-практической конференции по физике и химии твёрдого тела (Челябинск, 1981 г.), научно-технических конференциях ЧПИ (Челябинск, 1980, 1981 г.г.).

П у б л и к а ц и и . По теме диссертации опубликовано 9 работ.

О б ъ ё м р а б о т ы . Диссертационная работа изложена на 132 страницах машинописного текста, содержит 69 рисунков, 17 таблиц, список литературы из 191 наименования и приложение.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Диссертационная работа состоит из введения, семи глав, заключения; списка цитируемой литературы и приложения.

Во введении обоснована актуальность темы, определены цели работы, её научная и практическая ценность, а также изложены основные положения, которые выносятся на защиту.

Первая глава диссертации посвящена обзору литературы, в котором в соответствии с целью работы даны основные представления об особенностях фазовых превращений в титане, его сплавах, цирконии, железе и кобальте.

Отмечается, что при увеличении скорости охлаждения вплоть до $3,4 \cdot 10^5$ °C/с в чистом железе наблюдается ступенчатая кинетика $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения [1...3]. Переход от одной ступени к другой происходит скачкообразно и сопровождается снижением температуры превращения, изменением структуры и упрочнением образующейся α -фазы. Сплавы на основе железа генетически наследуют ступенчатую кинетику $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения чистого железа [4]. Существует мнение, что подобная кинетическая ступенчатость присуща всем полиморфным металлам. Однако попытки выявить этот эффект в других чистых металлах (титане, цирконии, кобальте) и их сплавах оказались пока безуспешными, что может быть связано с недостаточно высокими скоростями охлаждения, используемыми в предыдущих работах [5...8] для исследования полиморфных превращений в этих металлах.

Дается характеристика метастабильных фаз, образующихся в титановых сплавах, а также рассмотрен механизм пластической деформации, текстура холоднокатанного титана и её изменение в процессе нагрева в α - и β -состояниях.

Во второй главе приводятся сведения о материалах и методах исследования.

В качестве чистых материалов были использованы титан, цирконий, железо и кобальт. Титан и цирконий были приготовлены йодидным методом и переплавлены в установке электродлучевого нагрева. Кобальт был получен методом электролиза. Исследованные марки железа содержали 10^{-4} и 10^{-8} % С *).

* Автор выражает глубокую благодарность сотрудникам ЦНИИЧМ им. И.П.Бардина Д.С.Каменецкой, И.Б.Пилецкой и В.И.Ширяеву за любезно предоставленные образцы сверхчистого железа.

В работе были исследованы модельные бинарные титановые сплавы $Ti-Mo$ с 1,8; 4; 5,9; 8% Mo и $Ti-V$ с 1,8; 3,7; 5,9% V , а также промышленные сплавы титана ВТ1-СО, ТМ-1, ТМ-2, ОТ4-1. Модельные сплавы выплавляли в вакуумной индукционной печи из йодидного титана, электролитических молибдена и ванадия.

Использованная в данной работе установка для ускоренного охлаждения представляет собой усовершенствованный вариант установки, применённой в работах [3,4]. Принципиальная схема её приведена на рис.1.

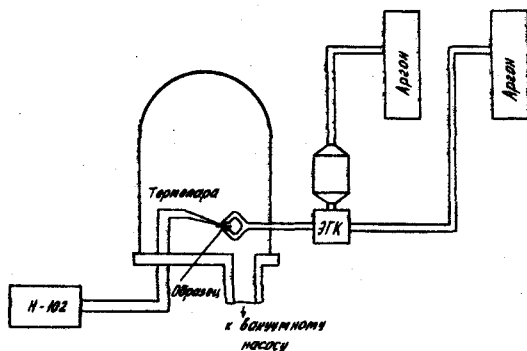


Рис.1. Принципиальная схема установки для ускоренного охлаждения

Тонкий образец размером $20 \times 4 \times 0,15$ мм, к которому были предварительно приварены тонкие ($d = 0,06$ мм) хромель-алюмельные термопары, нагревали электротоком до заданной температуры в вакууме ($P = 2 \cdot 10^{-3}$ Па), выдерживали и охлаждали струёй газа или жидкости, подаваемой через сопло под давлением от 10^5 до $25 \cdot 10^5$ Па. Варьирование состава (газ, спирт, вода) и давления струи позволило получить широкий непрерывный спектр скоростей охлаждения от 100 до $5 \cdot 10^5$ °C/с.

В данной работе были устранены некоторые недостатки старой установки, которые ограничивали максимальную скорость охлаждения пределом $3,4 \cdot 10^5$ °C/с.

Температуру начала превращения и скорость охлаждения определяли по термическим кривым, которые записывали на шлейфовый осциллограф Н-102. Надёжность методики регистрации точки превращения была проверена:

а) в условиях фиксирования точки Кюри железа, положение которой не зависит от скорости охлаждения [9];

б) при использовании термопар различных составов;

в) при фиксировании мартенситных точек атермического превращения в углеродистых сталях (с содержанием 0,8 и 1,2% С).

Точность измерения температур при максимальной скорости охлаждения оказывается не ниже $\pm 15^{\circ}\text{C}$.

Рентгенографические исследования закалённых образцов титана (фазовый анализ, гармонический анализ формы интерференционной линии - ГАФИЛ, количественные исследования текстур) проводили с помощью дифрактометров ДРОН-2,0 и УРС-50ИМ по стандартным методикам.

Микротвёрдость измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 50 г, а механические испытания проводили на разрывной машине РМУ-0,05-1 при скорости нагружения 1 мм/мин.

Исследования микроструктуры проводили на оптическом микроскопе "Neophot -2" и электронных микроскопах "ЭМ-200" и "Tesla" BS 540.

В третьей главе представлены результаты исследования влияния ускоренного охлаждения на полиморфное $\beta \rightarrow \alpha$ превращение в титане различной степени чистоты.

В чистом йодидном титане обнаружена ступенчатая зависимость температуры $\beta \rightarrow \alpha$ превращения ($T_{\text{H}}^{\beta \rightarrow \alpha}$) от скорости охлаждения (рис.2).

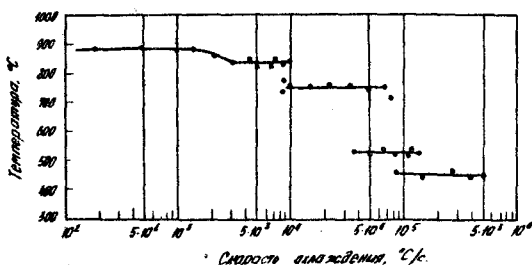


Рис.2. Влияние скорости охлаждения на $T_{\text{H}}^{\beta \rightarrow \alpha}$ превращения чистого титана

В интервале скоростей охлаждения от 100 до $5 \cdot 10^5$ $^{\circ}\text{C}/\text{с}$ наблюдается четыре ступени $\beta \rightarrow \alpha$ превращения, начинающиеся при 840, 750, 525 и 450°C . Переход от одной ступени к другой происходит дискретно при достижении критических скоростей охлаждения, равных, соответственно 10^4 , $6,5 \cdot 10^4$ и $1,3 \cdot 10^5$ $^{\circ}\text{C}/\text{с}$. Подавить нижнюю четвертую

ступень не удалось даже при максимальной скорости охлаждения $\sim 5 \cdot 10^5$ °C/с.

Только на первом участке $T_H^{\beta \rightarrow \alpha}$ превращения несколько снижается с 880 до 840°C при увеличении скорости охлаждения вплоть до $3 \cdot 10^3$ °C/с, а затем остаётся постоянной. Температуры второй, третьей и четвёртой ступеней от скорости охлаждения не зависят. Представленная на рис.2 зависимость температуры $\beta \rightarrow \alpha$ превращения от скорости охлаждения полностью воспроизводится как при измерениях на большом числе образцов, охлаждённых с различными скоростями, так и на одном и том же образце, когда скорость охлаждения последовательно доводили до максимальной и вновь уменьшали до минимальной.

Оптические и электронномикроскопические исследования показали, что каждой ступени превращения соответствует определённая структура α -фазы, которая при переходе от первой ступени к четвёртой изменяется в последовательности: структура неупорядоченного роста, видманштетт, массивный мартенсит (I ступень), пластинчатый дислокационный мартенсит (2 ступень), пластинчатый двойникованный мартенсит (3 и 4 ступени). Мартенсит четвёртой ступени имеет высокую степень дисперсности и большое количество двойников, которые тоньше, а плотность их выше, чем у мартенсита, образующегося на третьей ступени. Кроме того, в мартенсите четвёртой ступени иногда обнаруживаются дефекты упаковки.

Анализ тонкой структуры методом ГАФИЛ показал, что с увеличением скорости охлаждения повышение плотности дислокаций и уменьшение размера блоков не носят монотонного характера, а подобно температуре $\beta \rightarrow \alpha$ превращения имеют разрывы при тех же критических скоростях охлаждения. В структуре образцов, испытавших превращение по третьей и четвёртой ступеням обнаруживаются двойники и дефекты упаковки.

Дискретное изменение характеристик тонкой структуры, наряду со сменой морфологии α -фазы, приводит к скачкообразному, ступенчатому повышению микротвёрдости (рис.3). При увеличении скорости охлаждения от 100 до $5 \cdot 10^5$ °C/с микротвёрдость титана повышается приблизительно в 1,6 раза.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что каждой ступени $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в титане свойственны свои кинетико-морфологические особенности. Этот факт находится в качественном согласии с развинутой в настоящее время А.Л.Ройтбурдом и Г.В.Курдюмовым концепцией, предполагающей связь структурно-кинетических параметров превращения в кристаллах со стремлением к уменьшению внутренних напря-

жений, возникающих на границе исходной и новой фаз [10].

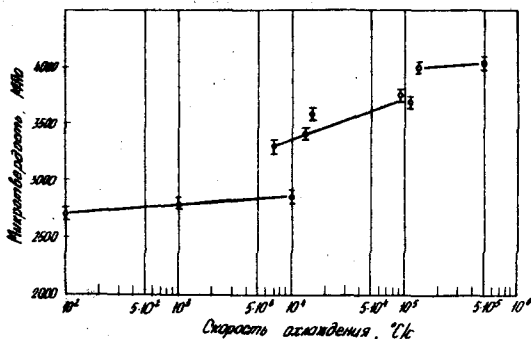


Рис.3. Влияние скорости охлаждения на микротвёрдость чистого титана

Согласно этой теории основными факторами, определяющими кинетику превращения и морфологию мартенсита, являются способ и степень релаксационных процессов, сопровождающих превращение, в качестве которых рассматриваются скольжение и двойникование. "Включение в действие различных релаксационных процессов приводит к тому, что вся температурная область превращения разбивается на ряд участков (ступеней) и возникает целый спектр превращений, различающихся по степени релаксации, а поэтому по кинетике и морфологии образующейся фазы" [10].

Для каждого механизма релаксации (ступени) скорость превращения должна изменяться по С-образной кривой. Поэтому при непрерывном увеличении скорости охлаждения будет происходить подавление ступеней, то есть скачкообразное снижение температуры превращения и изменение морфологии мартенсита в сторону менее релаксированных структур, что и наблюдалось в наших исследованиях. Отметим, однако, что некоторое влияние на ступенчатую кинетику превращения, как показано на железе, может оказывать примесное торможение межфазной границы.

При изучении $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в техническом титане (промышленный сплав ВТ1-00) также обнаружена ступенчатая зависимость $T_H^{\beta \rightarrow \alpha}$ превращения и соответствующее ей дискретное изменение микротвёрдости и морфологии образующейся α -фазы.

Температуры превращения по первой, второй и третьей ступеням, а также критические скорости охлаждения у сплава ВТ1-00 оказались очень близкими к чистому титану. Однако определить температуру превращения по четвёртой ступени для этого сплава не удалось из-за нечеткости перегибов на термических кривых охлаждения.

В четвёртой главе приведены результаты экспериментов по ускоренному охлаждению Zr , Co , Fe , отмечены общие закономерности полиморфных переходов, проведено сопоставление движущих сил превращения для различных ступеней в Ti , Zr , Co и Fe .

Ц и р к о н и й. Влияние скорости охлаждения на $T_n^{\beta \rightarrow \alpha}$ превращения в цирконии оказалось качественно аналогичным чистому титану. В цирконии также наблюдается четыре плато температур $\beta \rightarrow \alpha$ превращения. На первой ступени увеличение скорости охлаждения до $(3 \dots 4) \cdot 10^3$ °C/с приводит к плавному снижению $T_n^{\beta \rightarrow \alpha}$ превращения от 860 до 800°C, которая остаётся постоянной до $V_{охл} \approx 10^4$ °C/с. Температуры превращения по второй (640°C), третьей (520°C) и четвёртой (430°C) ступеням не зависят от скорости охлаждения. Критические скорости охлаждения для этих ступеней равны 10^4 , $6 \cdot 10^4$ и $1,2 \cdot 10^5$ °C/с, соответственно.

При переходе от первой ступени к четвёртой микротвёрдость закалённого циркония скачкообразно возрастает, а морфология α -фазы изменяется от видманштеттовой структуры к пластинчатому мартенситу.

К о б а л ь т. Исследования по непрерывному охлаждению кобальта позволили обнаружить у этого металла две ступени $\beta \rightarrow \alpha$ превращения. Переход от первой ступени ко второй наблюдается при $V_{охл} \approx 5 \cdot 10^3$ °C/с. Он проявляется в резком снижении точки превращения с 370 до 330°C (рис.4) и изменении морфологии α -фазы.

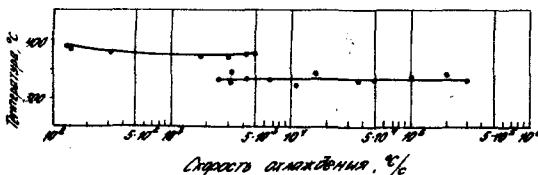


Рис.4. Влияние скорости охлаждения на $T_n^{\beta \rightarrow \alpha}$ превращения в кобальте

При температурах первой ступени α -фаза растёт в форме тонких пластин, сопрягающихся с исходной β -фазой по плоскостям $\{111\}_\beta$. Превышение критической скорости охлаждения сопровождается появлением внутри пластин элементов наклонной ориентации, что, по-видимому, свидетельствует о развитии в α -кобальте двойникования. Вероятно, ступенчатая кинетика $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в кобальте, как в титане и цирконии, обусловлена сменой механизма релаксации фазовых напряжений.

Ж е л е з о . Были проведены исследования по скоростной закалке железа различной степени чистоты ($\sim 10^{-4}$ и $10^{-8}\%$ С).

В обеих марках железа наблюдали три плато на кривой зависимости $T_H^{\gamma \rightarrow \alpha}$ превращения от скорости охлаждения. Первой ступени соответствовала структура равновесного феррита, второй - видманштеттообразная структура, а третьей ступени (в поверхностных слоях образца) - массивный мартенсит. Однако при проведении электронномикроскопических исследований выяснилось, что при всех скоростях охлаждения, отвечающих третьей ступени, тонкая структура фольги соответствовала видманштетту. Таким образом, проявилось несоответствие между рельефом и структурой поверхности и типом внутренней структуры образцов. Вероятно, в ходе нагрева и выдержки в γ -области поверхность образца поглощает атомы кислорода и азота и их количества оказывается достаточным для того, чтобы на поверхности образца возникал мартенсит. Такая повышенная чувствительность к микропримесям проявляется только у высокочистого железа.

Полученные результаты дают основание считать, что для сверхчистого железа реализовать нижние мартенситные ступени $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения (третью и четвёртую) принципиально невозможно. В то же время факт образования мартенсита на поверхности образца свидетельствует о резком уменьшении критической скорости охлаждения по второй ступени под влиянием микропримесей.

Т е р м о д и н а м и ч е с к и е с т и м у л ы . Для реализации определённого морфологического типа α -фазы требуется некоторый термодинамический стимул - движущая сила превращения (ΔG_s). В настоящей работе были рассчитаны стимулы, соответствующие всем ступеням превращения в **Ti, Zr, Co** и **Fe**. Их величина возрастает в направлении следующего ряда структурных форм α -фазы: структура неупорядоченного роста, видманштетт, массивный мартенсит, пластинчатый дислокационный мартенсит, пластинчатый двойникованный мартенсит. Для титана и циркония переход от массивного мартенсита к пластинчатому требует почти трёхкратного увеличения термодинамического стимула. Аналогичный переход от пластинчатого дислокационного к пластинчатому двойникованному мартенситу сопровождается увеличением ΔG_s в 1,5 раза - для циркония и ~ 3 раза - для титана.

Величина термодинамического стимула, необходимого для образования одной и той же структурной формы α -фазы, зависит от типа полиморфного перехода. В случае ОЦК \rightarrow ГПУ превращения в титане и цирконии ΔG_s существенно ниже, чем для ГЦК \rightarrow ОЦК превращения в железе.

Расчёты мартенситных точек для чистого титана на основе теории зарождения показали, что энергия активации движения межфазной грани-

ды (роста) отлична от нуля для всех ступеней превращения. Это свидетельствует об изотермическом характере превращения на всех ступенях. Однако отношение энергий активации роста и зарождения уменьшается при переходе к нижним ступеням превращения. Аналогичная закономерность, по-видимому, справедлива и для других металлов.

В пятой главе рассмотрено влияние легирующих элементов на характер кинетической ступенчатости в титане на примере систем $Ti-Mo$, $Ti-V$ и некоторых промышленных титановых сплавов. Основные результаты исследований сводятся к следующему.

1. Сплавы титана с молибденом (рис.5), ванадием (рис.6), медью, марганцем генетически наследуют ступенчатую кинетику $\beta \rightarrow \alpha$ превращения его основы. Однако в отличие от чистого титана, в его сплавах как и в техническом титане (сплав ВТИ-00) не удаётся термическим методом зафиксировать положение четвёртой ступени.

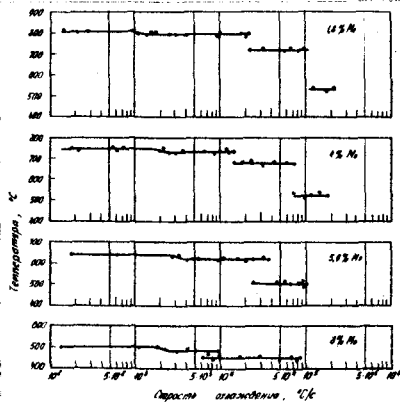


Рис.5. Влияние скорости охлаждения на $T_N^{\beta \rightarrow \alpha}$ превращения в сплавах $Ti-Mo$

2. Переход от верхних ступеней к нижним наблюдается при превышении критических скоростей охлаждения и сопровождается скачкообразным изменением температуры превращения, микротвёрдости и морфологии образующейся фазы в направлении: видманштеттовая структура, массивный мартенсит (1 ступень), пластинчатый дислокационный мартенсит (2 ступень), пластинчатый двойникованный мартенсит (3 ступень). Морфология мартенсита для каждой ступени не зависит от состава сплава.

3. Легирующие элементы (Mo, V) оказывают различное влияние на положение каждой ступени превращения, в результате чего при измене-

нии состава сплавов ступени могут пересекаться и число их уменьшается.

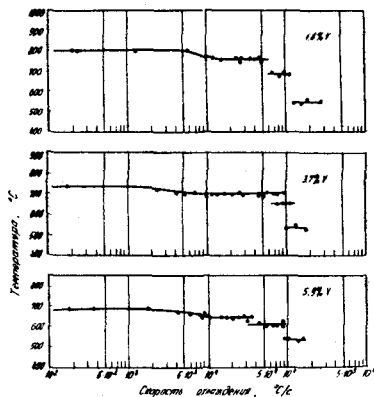


Рис.6. Влияние скорости охлаждения на $T_{H^{\beta \rightarrow \alpha}}$ превращения в сплавах Ti - V

В титаномолибденовых сплавах (рис.7) при содержании $\sim 6\% Mo$ происходит пересечение первой и второй ступени, что ведёт к исчезновению первой ступени со структурой массивного мартенсита при всех скоростях закалки. Пересечение второй и третьей ступеней должно наблюдаться при $\sim 9\% Mo$ и приводить к устранению второй ступени со структурой пластинчатого дислокационного мартенсита. В более концентрированных сплавах образуется только пластинчатый двойникованный мартенсит. Предположительно пластинчатые дислокационный и двойникованный мартенситы имеют различный габитус - $\{334\}_p$ и $\{344\}_p$, соответственно. Тем самым подтверждается идея, выдвинутая в работе [11], что каждому типу мартенсита (мартенситу с определённым габитусом) соответствует своя мартенситная точка.

4. Кристаллогеометрический тип образующегося мартенсита (α' - для Ti - 1,8% Mo или α'' - для Ti - 4% Mo и Ti - 5,9% Mo), а также степень расщепления интерференционных линий α'' -фазы не зависят от скорости охлаждения в пределах от 100 до $5 \cdot 10^5$ °C/c.

5. В сплавах Ti - Mo увеличение концентрации молибдена приводит к повышению термодинамического стимула для первой и второй ступеней и снижению для третьей. Причем, как и в чистом титане, ни для одной из обнаруженных ступеней превращения энергия активации роста не равна нулю, что свидетельствует об изотермическом характере превращения на этих ступенях. Аналогичная закономерность, по-видимому, справедлива и для других сплавов.

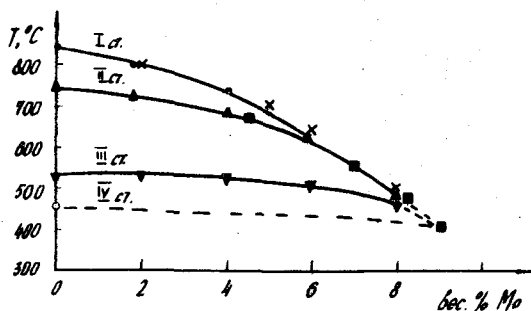


Рис. 7. Зависимость температур $\beta \rightarrow \alpha$ превращения для различных ступеней от содержания молибдена: ● - I ступень, ▲ - 2 ступень, ▼ - 3 ступень, x - данные [5], ■ - данные [7]

В шестой главе исследованы закономерности изменения структурных особенностей (текстуры и размера зерна) титана, закалённого с различными скоростями при последующем нагреве в α - и β -области.

Показано, что после нагрева в β -область и последующей закалки холоднокатанного йодидного титана с $\varepsilon \approx 90\%$ частично сохраняется исходная текстура прокатки - $(0002) \pm 30^\circ \text{H-H} [10\bar{1}0]$, а также появляется превращённая кубическая текстура β -фазы.

Повышение скорости охлаждения, приводящее к изменению морфологии титанового мартенсита, не оказывает влияния на тип текстуры, однако, может изменять степень её рассеяния. Наибольшее рассеяние текстуры наблюдается после закалки со скоростями, соответствующими образованию высокодисперсных массивного (конец первой ступени) и пластинчатого двойникованного мартенситов (четвёртая ступень превращения).

В работе было исследовано влияние ускоренной закалки на структурный механизм последующего $\alpha \rightarrow \beta$ превращения в титане. Показано, что характер структурной перекристаллизации в титане определяется скоростью охлаждения при исходной закалке.

После охлаждения с относительно небольшими скоростями, соответствующими первой ступени превращения ($< 10^4$ °C/c), проявляется эффект структурной наследственности, впервые установленный В.Д.Садов-

0399307

ским с сотрудниками [12], то есть размер и форма зерна β -фазы после $\alpha \rightarrow \beta$ превращения остаются неизменными. В этом же интервале скоростей охлаждения наблюдается рост микротвёрдости α -фазы после $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ превращения (рис.8) аналогично исходному состоянию, что свидетельствует, вероятно, о передаче дефектов структуры из α - в β -фазу.

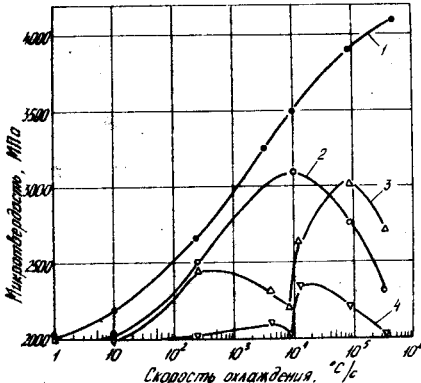


Рис.8. Влияние скорости охлаждения на микротвёрдость титана:

- 1 - после закалки из β -области ($T_H = 1000^\circ\text{C}$);
- 2 - закалка с различными скоростями + отжиг 910°C ($T_S = 20$ мин);
- 3 - закалка с различными скоростями + отжиг 830°C ($T_S = 1$ ч);
- 4 - закалка с различными скоростями + отжиг 830°C ($T_S = 4$ ч)

У образцов, охлаждённых со скоростями более 10^4 $^\circ\text{C}/\text{c}$, при последующем $\alpha \rightarrow \beta$ переходе наблюдается образование мелкозернистой структуры. По-видимому, закалка с большими скоростями, в ходе которой образуется пластинчатый мартенсит с высокой плотностью дефектов кристаллического строения, приводит к "усилению" фазового наклёпа и, как следствие этого, изменению структурного механизма $\alpha \rightarrow \beta$ превращения. Причём мелкое зерно в этом случае возникает сразу же в ходе $\alpha \rightarrow \beta$ превращения и не связано с рекристаллизацией фазонаклёпанной β -фазы. Образование мелких зёрен сопровождается снижением микротвёрдости (рис.8), так как оно происходит путём движения большеугловых границ, что приводит к устранению дефектов структуры.

При отжиге в α -состоянии ($T_H = 830^\circ\text{C}$, $T_S = 1$ и 4 ч) измельчение зерна, а также соответствующее рекристаллизации снижение микротвёр-

*) Кривая построена без учёта разрывности (см.рис.3)

дости (рис.8) наблюдается после закалки на структуры очень дисперсных массивного (конец первой ступени) и пластинчатого мартенсита (четвёртая ступень превращения). По-видимому, в случае отжига в α -состоянии важную роль в процессе рекристаллизации начинает играть стремление к уменьшению поверхностной энергии.

Отжиг в α -состоянии приводит к сложным изменениям текстуры. Влияние скорости охлаждения здесь проявляется в размытии текстурных максимумов, а также появлении случайных ориентировок. Этот эффект наиболее развит у образцов с максимальной степенью дисперсности и обусловлен, по-видимому, формированием мелкозернистой структуры в ходе рекристаллизации.

В седьмой главе рассмотрено влияние пластической деформации на прочностные свойства листового промышленного сплава ВТ1-00, предварительно закалённого из β -области с различными скоростями охлаждения в очень широком интервале (от 100 до $5 \cdot 10^5$ °C/с).

Показано, что упрочнение сплава ВТ1-00 при пластической деформации в значительной степени зависит от исходной структуры закалки. Максимальное упрочнение сплава достигается при деформации структуры высокодисперсного массивного мартенсита, образующегося при закалке со скоростями, отвечающими "концу" первой ступени. Образцы со структурой пластинчатого дислокационного мартенсита, который возникает на второй ступени превращения, холодной прокаткой упрочняются слабо.

При деформации двойникового мартенсита (3 ступень) наблюдается аномальное снижение микротвёрдости. Возможными причинами такого явления могут быть текстурные изменения в процессе прокатки, а также уменьшение плотности двойников за счёт роста благоприятно ориентированных.

Оптимально упрочняемой структурой, таким образом, является высокодисперсный массивный мартенсит, который образуется при закалке из β -области со скоростями охлаждения $\sim 10^4$ °C/с, вполне достижимыми на практике при термообработке титановой фольги.

На основании результатов данной работы был предложен и опробован способ упрочнения листового проката из сплава ВТ1-00, включающий нагрев до 1000...1050 °C, скоростную закалку с технологически достижимыми скоростями $\sim 10^4$ °C/с и пластическую деформацию с $\epsilon \geq 60\%$. Такая комплексная обработка позволяет повысить H до 3700...3800 МПа, а σ_{ϵ} до 870...880 МПа по сравнению с $H = 3100$ МПа и $\sigma_{\epsilon} = 700$ МПа для прокатанного листа после нормализации.

На Верхне-Салдинском металлообрабатывающем заводе способ упрочнения листового проката из сплава ВТ1-00 путём ускоренной закалки и пластической деформации принят как основа для разработки технологии производства высокопрочной фольги для сотовых конструкций.

ВЫВОДЫ

1. У группы металлов (Ti, Zr, Co), испытывающих при охлаждении $ОПК \rightarrow ПУ$ и $ГЦК \rightarrow ПУ$ полиморфные переходы, впервые обнаружена ступенчатая кинетика $\beta \rightarrow \alpha$ превращения. Переход от одной ступени к другой происходит дискретно при достижении некоторых критических скоростей охлаждения и сопровождается скачкообразным изменением температуры превращения, микротвёрдости и морфологии α -фазы.

2. Наблюдаемые морфологические изменения для этих металлов находятся в качественном согласии со структурно-кинетической теорией А.Л.Ройтбурда и, по-видимому, связаны с изменением механизма релаксации фазовых напряжений.

3. Ступенчатая кинетика полиморфного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в железе отчасти обусловлена торможением межфазной границы примесями внедрения. Глубокая очистка железа приводит к резкому увеличению критической скорости охлаждения по второй ступени, вследствие чего вторая ступень становится неподдаваемой при всех достигнутых скоростях охлаждения.

4. Титановые сплавы генетически наследуют кинетическую ступенчатость, присущую чистому титану. Однако, в отличие от чистого титана, в его сплавах не удаётся термическим методом зафиксировать положение четвёртой ступени.

5. Легированные элементы (Mo, V) оказывают различное влияние на положение каждой ступени превращения, в результате чего при изменении состава сплавов некоторые ступени могут пересекаться и число их уменьшается. Пересечение ступеней приводит к устранению структуры выше расположенной ступени и изменению морфологии титанового мартенсита при обычных скоростях закалки. Это подтверждает ранее выдвинутую идею о том, что каждому типу мартенсита в титане и его сплавах соответствует своя мартенситная точка.

6. В чистом титане и его сплавах с молибденом ни для одной из обнаруженных ступеней превращения энергия активации роста не равна нулю, что свидетельствует об изотермическом характере превращения на всех ступенях.

7. В холоднокатанном чистом титане после нагрева в β -область и последующей закалки сохраняется исходная текстура прокатки, а

также появляется превращенная кубическая текстура β -фазы. Повышение скорости охлаждения из β -области не оказывает влияния на тип текстуры, однако, может изменить степень её рассеяния.

8. Характер структурной перекристаллизации при нагреве в β -область закалённого титана в значительной степени зависит от исходной скорости охлаждения: структурная наследственность проявляется после закалки с относительно небольшими скоростями охлаждения ($< 10^{40}$ °C/с) и отсутствует у титана, охлаждённого с высокими скоростями, содержащего повышенную плотность дефектов кристаллического строения.

9. Степень упрочнения промышленного сплава ВТИ-00 при пластической деформации определяется исходной структурой после закалки. Максимальное упрочнение достигается при пластической деформации высокодисперсного массивного мартенсита, который образуется в этом сплаве при охлаждении со скоростями $\sim 10^4$ °C/с, вполне достижимыми технологически при термообработке титановой фольги.

Литература

- I. Gilbert A., Owen W.J. *Diffusionless transformations in Fe-Ni, Fe-Cr and Fe-Si.* - J. Iron and Steel Inst., 1960, 196, N2, p. 142-149.
2. Bilby M.J., Parr J.G. *The martensitic transformations in pure iron.* - J. Iron and Steel Inst., 1964, 202, N2, p. 100-104.
3. Морозов О.П., Мирзаев Д.А., Штейнберг М.М. О некоторых закономерностях превращения в железе при охлаждении с высокими скоростями охлаждения. - ФММ, 1971, 32, в.6, с.1290-1296.
4. Мирзаев Д.А., Морозов О.П., Штейнберг М.М. О связи $\gamma \rightarrow \alpha$ превращений в железе и его сплавах. - ФММ, 1973, 36, в.3, с.560-568.
5. Duwez P. *Effect of rate of cooling on the α - β transformation in titanium and titanium alloys.* - Trans. AIME, 1951, 191, p. 765-771.
6. Srivastava L.P., Parr J.G. *Martensite transformation in zirconium, titanium and titanium-copper alloys.* - Trans. Met. Soc. AIME 1962, 221, p. 1295-1297.
7. Sato T, Hukai S, Huang Y.C. *The M_s point of binary titanium alloys.* - J. Austral. Inst. Metals, 1960, 5, N2, p. 149-153.
8. Bilby M.J., Parr J.G. *La transformations $\alpha \rightarrow \epsilon$ dans le cobalt polycristallin.* - Cobalt, 1963, N20, p. 111-113.
9. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Статистическая физика. Ч. I. М.: Наука, 1976. - 584 с.
- Ю. Ройтбурд А.Л., Сафонов Э.В., Шалимова А.В. О структурно-кинетических типах полиморфных превращений. - В кн.: Проблемы металлостроения и физики металлов, № 3. М.: Металлургия, 1976, с.316-318.
- II. Liu Y.C., Margolin H. *Martensite habit planes in quenched Ti-Mn alloys.* - J. Metals, 1953, 5, p. 667-670.

12. Садовский В.Д., Богачёва Г.Н., Смирнов Л.В. и др. Исследование фазовой перекристаллизации в титане.- ФММ. 1960, 10, в.3, с.397-403.

Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Мирзаев Д.А., Ульянов В.Г., Штейнберг М.М., Протопопов В.А. Структурно-кинетические ступени $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в титане.- ФММ, 1981, 51, в.1, с.115-122.
2. Мирзаев Д.А., Ульянов В.Г. Влияние быстрого охлаждения на полиморфные превращения в чистых металлах.- Изв. АН СССР.Металлы, 1982, № 3, с.103-109.
3. Мирзаев Д.А., Ульянов В.Г. Влияние скорости охлаждения на температуру $\beta \rightarrow \alpha$ превращения и структуру титана.- В кн.: Сплавы титана с особыми свойствами. М.: Наука, 1982, с.43-47.
4. Мирзаев Д.А., Ульянов В.Г., Пономарёва Т.Н. Влияние скорости охлаждения на полиморфное превращение в титане и цирконии.- В сб.: Вопросы производства и обработки стали, № 202, Челябинск: ЧПИ, 1978, с.85-86.
5. Мирзаев Д.А., Ульянов В.Г. Исследование тонкой структуры титана после $\beta \rightarrow \alpha$ превращения.- В сб.: Вопросы производства и обработки стали, № 245. Челябинск: ЧПИ, 1980, с.96-99.
6. Ульянов В.Г. Влияние скорости охлаждения на фазовые превращения в титанмолибденовых сплавах.- В сб.: Вопросы производства и обработки стали, № 265, Челябинск: ЧПИ, 1981, с.83-86.
7. Мирзаев Д.А., Пономарёва Т.Н., Ульянов В.Г. Термодинамика $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в бинарных сплавах железа и титана.- В сб.: Вопросы производства и обработки стали, № 229. Челябинск: ЧПИ, 1979, с.92-95.
8. Мирзаев Д.А., Ульянов В.Г. Особенности $\beta \rightarrow \alpha$ превращения в титане в условиях быстрого охлаждения.- В кн.: Достижения в металлведении и прогрессивные методы термической обработки сталей и сплавов: Тезисы докладов УИ Уральского школы металлургов-термистов. Свердловск-Пермь, 1981, с.64.
9. Мирзаев Д.А., Ульянов В.Г. Кинетико-морфологические особенности полиморфных превращений в чистых металлах: Тезисы докладов Челябинской научно-практической конференции по физике и химии твёрдого тела. Челябинск: ЧГУ, 1981, с.64.

Ульянов

Ульянов Владимир Григорьевич

РАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ, СТРУКТУРОБРАЗОВАНИЕ
И УПРОЧНЕНИЕ ПРИ СВЕРХСКОРОСТНОМ ОХЛАЖДЕНИИ ТИТАНА,
ЕГО СПЛАВОВ, ЦИРКОНИЯ, ЖЕЛЕЗА И КОВАЛЬТА

Специальность 05.16.01. - Металловедение и термическая
обработка металлов

Подписано в печать 20/ХП-82 г. ФБ 12528. Формат 60x90 1/16. Печ.л. 1,25.

Уч.-изд.л. 1. Тираж 100 экз. Заказ № 455/1587.

УМН ЧСИ. 454044, г. Челябинск, пр.им. В.И.Ленина, 76.