

V. Alimov, O. Pushkina  
Donetsk National Technical University, Donetsk

#### WIRE BAR QUALITY ESTIMATION WITH DESIRABILITY FUNCTION

We estimated the properties of wire and workpiece intended for cold heading, the wire rod for which was subjected to different modes of heat treatment. The most complete estimation can be performed using generalized Harrington criterion. Thus we concluded that the best cold heading wire properties are achieved with the full and high-temperature annealing.

Keywords: wire, annealing, a set of properties, the criterion of Harrington.

#### УДК 620.18:669.187.56

**О.А. СНИЖКО\***(канд. техн.наук), **В.В. ПАШИНСКИЙ\*** (д-р техн.наук, проф.), **Т.Е. КОНСТАНТИНОВА\*\*** (д-р физ.-мат.наук, проф.), **А.Д. РЯБЦЕВ \***(д-р техн.наук, проф.)

\*Донецкий национальный технический университет, Донецк

\*\* Донецкий физико-технический институт, Донецк

#### ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНОГО МЕХАНИЗМА ОХРУПЧИВАНИЯ ТИТАНА, ЛЕГИРОВАННОГО КИСЛОРОДОМ

Приведены результаты исследований структурных превращений титана с содержанием кислорода в диапазоне 0,053 – 0,27% по массе. Показано, что повышение содержания кислорода в исследованном интервале приводит к формированию крупных зёрен в литом и отожжённом состоянии, что способствует переходу от вязкого к хрупкому характеру разрушения при  $-196^{\circ}\text{C}$ . Кроме того, в титане увеличивается склонность к протеканию фазового превращения по мартенситному механизму, что снижает размер структурных элементов по сравнению с литым и отожжённым состоянием. С повышением содержания кислорода в игольчатых кристаллах  $\alpha'$  фазы формируется все более развитая субструктура, что дополнительно измельчает структуру сплава. Нагрев сплавов до температуры  $350^{\circ}\text{C}$  при выдержках до 4 часов не приводит к существенному изменению структуры сплава, а при нагреве до  $500^{\circ}\text{C}$  и выдержке 1 час, начинается рекристаллизация и огрубление структуры. Повышение содержания кислорода в титане приводит к торможению процесса рекристаллизации.

Ключевые слова: легированный титан, легирование кислородом, структура, характер разрушения, рекристаллизация.

#### Введение

Титан и его сплавы широко применяются в медицине для изготовления медицинских инструментов и имплантатов. В этом случае, наряду с высокой удельной прочностью и сопротивлением ударным и усталостным нагрузкам, важнейшим требованием становится также коррозионная стойкость и биосовместимость. Одним из таких материалов, соответствующим этим требованиям являются титановые сплавы типа ВТ6С (Grade5). Одна-

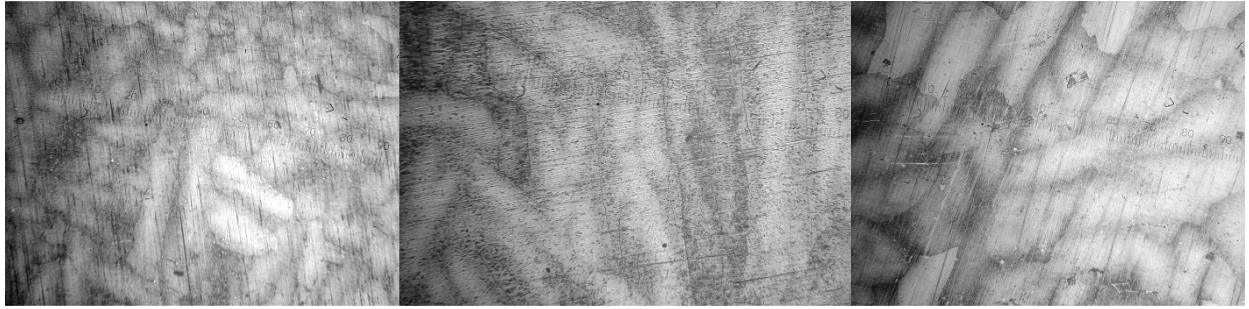
ко наличие в этих сплавах легирующего элемента ванадия может приводить к вредному воздействию на организм человека, так как известно, что при определённых условиях могут образовываться его токсичные соединения. Одним из решений данной проблемы может являться применение альтернативных легирующих компонентов, в частности, кислорода. Интерес к сплавам титана, в которых кислород играет роль легирующего элемента, связан с несколькими особенностями этой системы. Кислород является недорогим и эффективным упрочнителем при малых содержаниях (менее 0,5% по массе), а титановая губка с более высоким содержанием кислорода дешевле и доступнее на мировом рынке. Это позволяет снизить себестоимость сплава. Кроме того, все известные соединения титана с кислородом инертны по отношению к человеческому организму. Однако широкому внедрению данных сплавов препятствуют некоторые особенности структурообразования в системе «титан – кислород».

В частности, в литературе имеются сведения об огрублении морфологии структур в титане с повышенным содержанием кислорода [1], однако механизм такого влияния кислорода не обсуждается. В работах [2-5] исследованы особенности структурных превращений в системе «титан - кислород» в процессе кристаллизации и термической обработки, в которых показано, что с повышением содержания кислорода, изменяется не только механические свойства, но и меняется морфология структуры. Целью данного исследования является уточнение механизма влияния кислорода на формирование структуры титана при различных термических воздействиях и разработка методов получения дисперсных структур в сплавах системы «титан – кислород».

### **Полученные результаты и их обсуждение**

Первый этап исследований выполнен на материале слитков титана с содержанием кислорода в диапазоне 0,053 – 0,27% по массе, полученных методом легирования из газовой фазы при камерном электрошлаковом переплаве. Технологическая схема процесса приведена в работах [6-8].

Типичные структуры сплавов в отожжённом состоянии приведены на рис. 1. Исследование морфологии структуры сплавов в равновесном состоянии показало, что с ростом содержания кислорода тип структуры остаётся неизменным – вытянутые зерна, собранные в группы и образующие так называемую структуру типа «корзиночного плетения». При этом характерный размер структурных элементов повышается в несколько раз, что является отрицательным эффектом с точки зрения сопротивления распространению трещины.



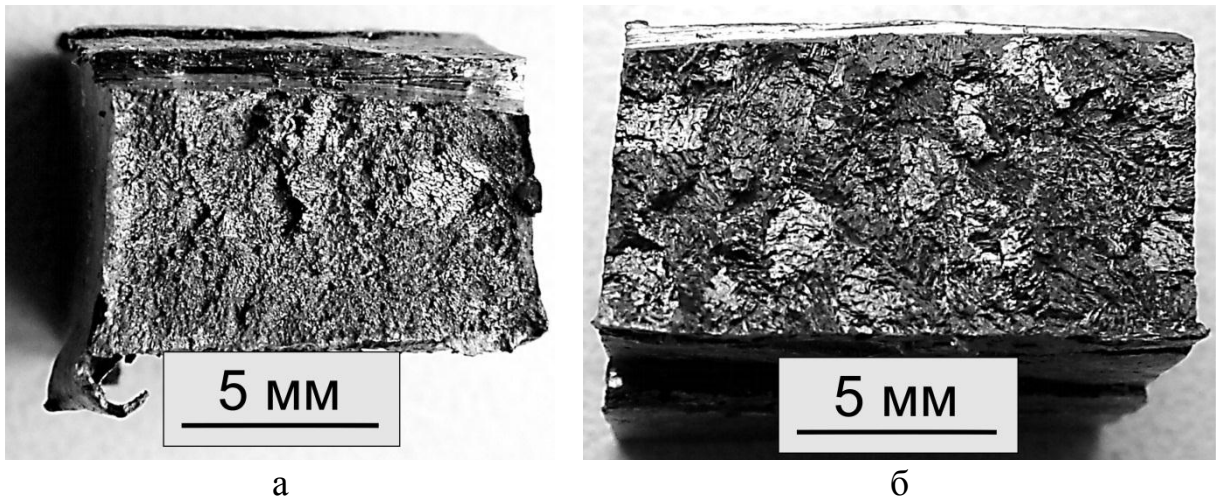
а – 0,075%мас

б – 0,11%мас

в – 0,23%мас.

Рисунок 1 – Микроструктура образцов титана с различным содержанием кислорода после отжига,  $\times 100$ .

Поскольку вопрос о фазовом составе при низких температурах титановых сплавов, легированных кислородом, в литературе освещён недостаточно, для изучения особенностей разрушения таких сплавов, образцы с содержанием кислорода 0,053 и 0,27% по массе были подвергнуты ударному разрушению при температуре  $-196^{\circ}\text{C}$  с целью получения хрупкого характера излома и выявления деталей структуры, способствующих протеканию такого разрушения. Общий вид поверхности разрушения приведён на рис. 2.



5 мм

а

5 мм

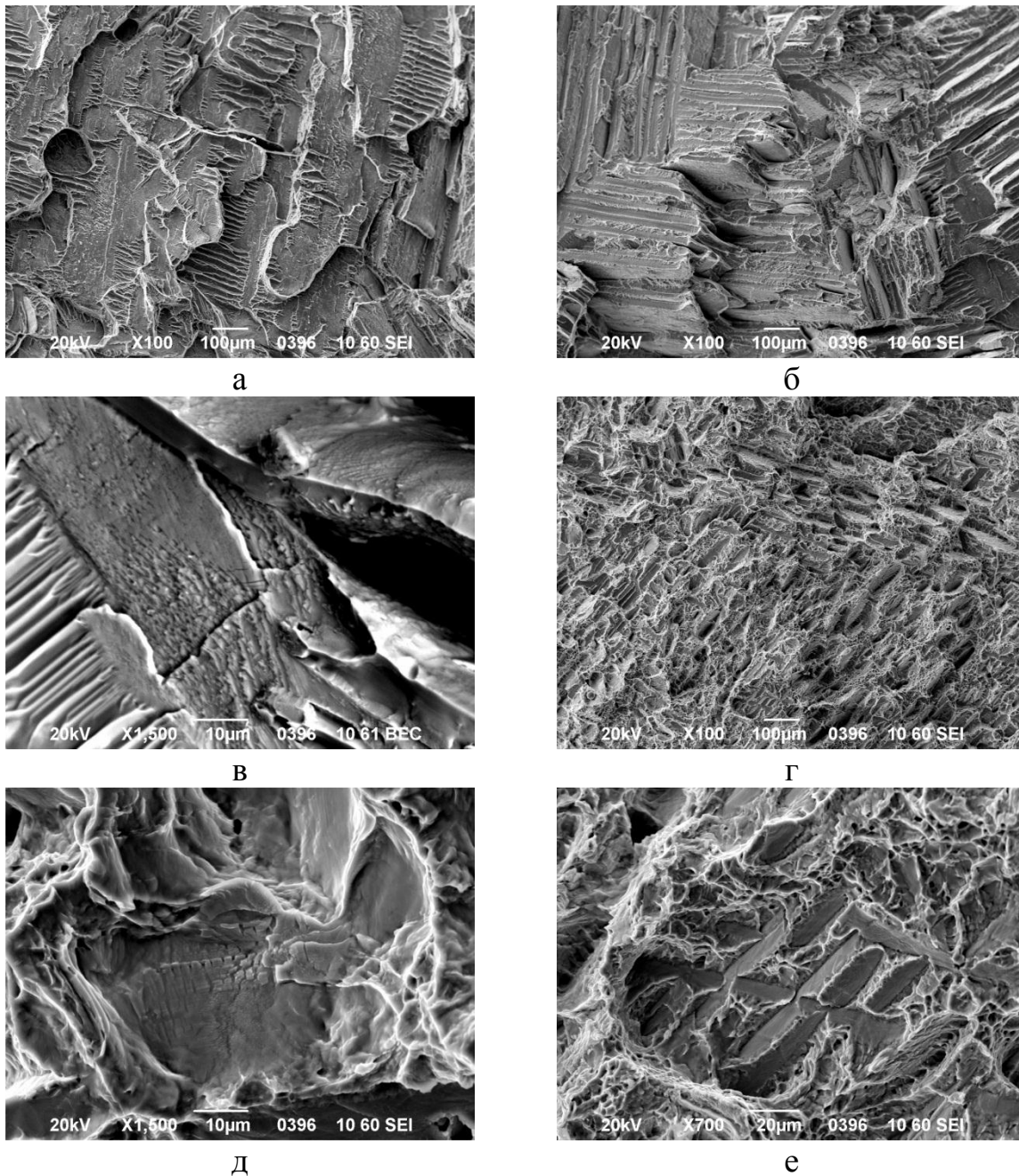
б

Рисунок 2 – Общий вид поверхности низкотемпературного разрушения образцов титана в литом состоянии с содержанием кислорода 0,053% (а) и 0,27% (б).

Из рисунка видно, что повышение содержания кислорода приводит к формированию хрупкого излома с характерным размером областей разрушения порядка 1–2 мм.

Для выявления тонкого строения поверхностей изломов были выполнены фрактографические исследования методами сканирующей и просвечивающей (на угольных репликах) электронной микроскопии.

На рис. 3 показана морфология поверхности излома образцов с различным содержанием кислорода, выявленная методом РЭМ.

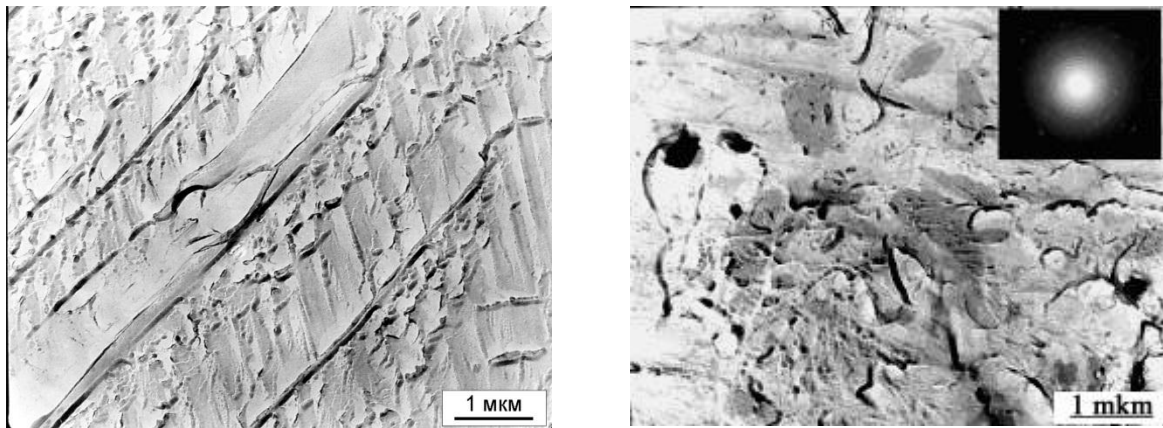


а÷в – содержание кислорода 0,27% масс., г÷е – содержание кислорода 0,053% масс.

Рисунок 3 – Морфология поверхностей изломов образцов титана, выявленная методом РЭМ (увеличения указаны на фото).

Из рисунка видно, что при высоком содержании кислорода излом является хрупким. Разрушение происходит вдоль определённых структурных элементов и различие в морфологии поверхностей на рис. 3 а и б связано с различной ориентацией этих элементов относительно поверхности разрушения.

Излом образца с низким содержанием кислорода имеет смешанный характер, в нем присутствуют как участки вязкого ячеистого разрушения, так и участки квазихрупкого и хрупкого разрушения. Однако обращает на себя внимание тот факт, что на всех исследованных поверхностях не наблюдается частиц второй фазы, ответственных за развитие процессов разрушения. Этот вывод подтверждается и результатами фрактографических ПЭМ исследований с использованием угольных реплик (рис. 4). При наличии частиц второй фазы эта методика позволяет экстрагировать их на реплику и определить их природу методом микродифракции электронов.



а – 0,053%масс. кислорода

б – 0,27 %масс. кислорода

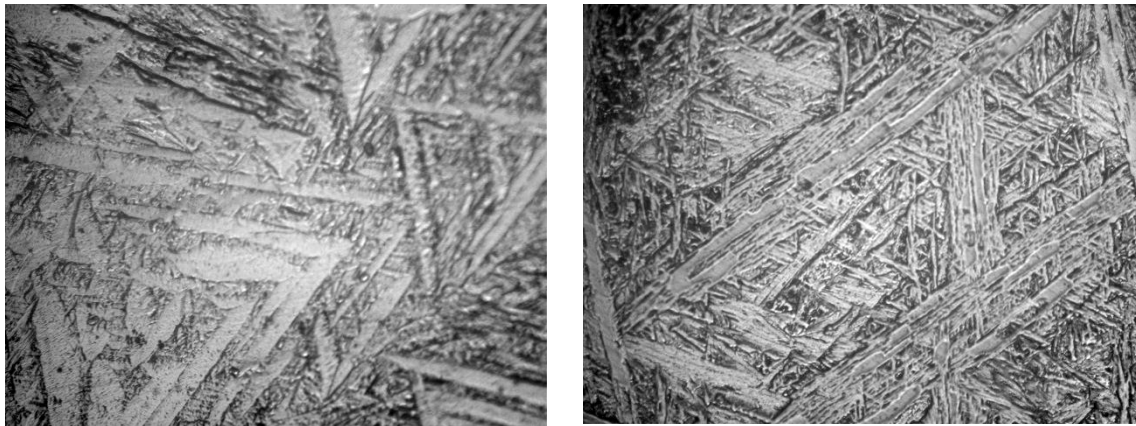
Рисунок 4 – Морфология поверхности излома титана, выявленная методом ПЭМ (x10000)

Таким образом, результаты исследования свидетельствуют о том, что в исследованном интервале концентраций кислород не образует компактных включений избыточных фаз, а хрупкий характер разрушения связан с формированием огрублённой литой структуры.

Поскольку титан при нагреве испытывает фазовое превращение, то размерные характеристики структурных элементов можно изменять методами термического воздействия. В готовых изделиях титановые сплавы используются преимущественно после деформационной и термической обработок, поэтому с практической точки зрения большое значение имеет выявление возможности влияния кислорода на формирование структуры сплава после таких воздействий и, в частности, диспергирования структуры в результате ускоренного охлаждения (закалки) из однофазной  $\beta$ -области с последующими низкотемпературными нагревами.

В результате проведённых исследований установлено, что с повышением содержания кислорода в титане при охлаждении от температур, соответствующих  $\beta$ -области, увеличивается склонность к протеканию  $\beta$ - $\alpha'$  превращения по сдвиговому механизму с формированием структур игольчатой морфологии. На рис. 5 а-б показаны структуры сплавов с разным содержанием кислорода после закалки от температуры 1100°C, подтвержда-

ют указанную закономерность. Структуры титана с низким содержанием кислорода после отжига приведены ранее на рис. 1. Из рисунка видно, что сдвиговое превращение при закалке приводит к формированию дисперсных игольчатых кристаллитов, которые возникают внутри первичных зёрен  $\beta$ -фазы. Растущие иглы взаимно блокируют рост друг друга, и обеспечивает меньшую степень различия в размерах структурных элементов, характерную для отожжённого состояния.



а – 0,053%масс. кислорода

б – 0,27 %масс. кислорода

Рисунок 5 – Структура титановых сплавов после закалки,  $\times 500$ .

С повышением содержания кислорода в игольчатых кристаллах  $\alpha'$  фазы формируется все более развитая субструктура, что дополнительно измельчает структуру сплава.

Существенное значение имеют структурные изменения при последующих нагревах закалённых сплавов. Установлено, что основным процессом при нагреве в области температур  $150\text{--}500^\circ\text{C}$  является рекристаллизация структуры сдвигового превращения, эффективно протекающая при температуре  $500^\circ\text{C}$ . На рис. 6 представлен характер структурных изменений, происходящих при нагреве.



а

б

в

Рисунок 6 – Структура сплавов с содержанием кислорода 0,23% после закалки (а), нагрева  $350^\circ\text{C}$  (б), нагрева  $500^\circ\text{C}$  (в),  $\times 200$ .

На рис. 6а приведена структура сплава после закалки. Она характеризуется игольчатой морфологией с отдельными нетравящимися участками. При выдержке  $350^{\circ}\text{C}$  степень травимости растёт (рис. 6б) и внутри первичных игл вытравливаются иглы меньшего размера, что приводит к кажущемуся измельчению структуры. Более высокая температура выдержки (рис. 6в) приводит к уменьшению степени контраста изображения, и игольчатый характер структуры выражен значительно слабее, чем в предыдущем случае. Отмечается некоторое огрубление структуры, связанное с начавшейся рекристаллизацией.

Сопоставление характера изменения структуры рекристаллизации сплавов показало, что с увеличением содержания кислорода в исследованном интервале концентраций растёт устойчивость игольчатой структуры сплава к процессу рекристаллизации.

### **Выводы**

Таким образом, проведённые исследования позволяют сделать следующие выводы:

Повышение содержания кислорода в титане в интервале  $0,053 - 0,27\%$  по массе приводит к огрублению структуры в литом и отожжённом состоянии, что способствует переходу от вязкого к хрупкому характеру разрушения. В исследованном интервале концентраций не наблюдается формирования включений соединений «титан – кислород». Механизм охрупчивания связан с формированием крупных зёрен в структуре, поэтому отрицательное влияние кислорода на структуру сплава может быть скомпенсировано последующей термической обработкой.

Повышение содержания кислорода в титане увеличивается склонность к протеканию  $\beta-\alpha'$  превращения по сдвиговому механизму с формированием структур игольчатой морфологии. Мартенситное превращение уменьшает размер структурных элементов, характерную для литого и отожжённого состояния. С повышением содержания кислорода в игольчатых кристаллах  $\alpha'$  фазы формируется все более развитая субструктура, что дополнительно улучшает структуру сплава по сравнению с литым и отожжённым состоянием.

Нагрев закалённых сплавов до температуры  $350^{\circ}\text{C}$  при выдержках до 4 часов не приводит к существенному изменению структуры сплава. В образцах, подвергнутых нагреву до  $500^{\circ}\text{C}$  и выдержке 1 час, начинается рекристаллизация и огрубление структуры. Повышение содержания кислорода в сплаве приводит к торможению процесса рекристаллизации.

Авторы выражают благодарность Глазуновой В.А., Бурховетскому В.В., Ратиеву С.Н., Леохе Ф.Л. за помощь, оказанную в проведении исследований.

## СПИСОК ЛІТЕРАТУРЫ

1. Металлургия титана / В.А. Пушка, В.С. Гуляницкий, В.Ю. Крамник и др. – М.: Металлургия, 1968. – 644 с.
2. Snizhko O.A. Structure and properties of titanium, alloyed by oxygen / O.A. Snizhko, S.M. Ratiev, F.L. Leoha // Proceeding of [«International Workshop on Metal-Slag Interactions» (IWMI-2010)] ; (Yalta, Crimea, Ukraine, September 14-19, 2010). – 2010. – P.116-125.
3. Рябцева О.А. Исследование влияния содержания кислорода на структуру и свойства технически чистого титана в литом и термически обработанном состоянии / О.А. Рябцева, В.В. Пашинский, С.Н. Ратиев // Наукові праці ДонНТУ. Серія: Металургія. – 2010. – Вип. 12(177). – С. 293-301.
4. Donachie Jr M.J. Titanium - A Technical Guide / Matthew J. Donachie. – [2nd ed.]. – ASM International, 2000. – 518 p.
5. Титан / В.А.Гармата, А.Н. Петрунько, Н.В. Галицкий и др. – М.: Металлургия, 1983. – 560 с.
6. Получение титана повышенной прочности путем легирования кислородом в процессе камерного электрошлакового переплава / А.Д. Рябцев, С.И. Давыдов, А.А. Троянский и др. // Современная электротметаллургия. – 2007. – № 3. – С. 3-6.
7. Легирование титана кислородом из газовой фазы при камерном электрошлаковом переплаве титановой губки / С.Н. Ратиев, О.А. Рябцева, А.А. Троянский и др. // Современная электротметаллургия. – 2010. – № 2. – С.8-12.
8. Ратиев С.Н. Легирование титана кислородом при камерном электрошлаковом переплаве титановой губки / С.Н. Ратиев, О.А. Рябцева, Ф.Л. Леоха // Донбас-2020: перспективи розвитку очима молодих вчених: матеріали V науково – практичної конференції, (Донецьк, 25-27 травня 2010 р.). – Донецьк: ДонНТУ, 2010 – С. 209-214.

Надійшла до редакції 18.09.2012

Рецензент канд. техн. наук, доц. Є.Л. Корзун

О.А. Сніжко \*, В.В. Пашинський \*, Т.Є. Константинова \*\*, А.Д. Рябцев \*

\*Донецький національний технічний університет, Донецьк

\*\*Донецький фізико-технічний інститут, Донецьк

### ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРНОГО МЕХАНІЗМУ ОКРИХЧУВАННЯ ТИТАНУ, ЛЕГОВАНОГО КИСНЕМ

Приведені результати досліджень структурних перетворень титану з вмістом кисню в діапазоні 0,053 – 0,27% по масі. Показано, що підвищення змісту кисню в дослідженому інтервалі приводить до огрублення структури і формування крупних зерен в литому і відпалюючому стані, що сприяє переходу від в'язкого до крихкого характеру руйнування. Крім того, в титані збільшується схильність до протікання  $\beta$  -  $\alpha$  перетворення по сдвиговому механізму з формуванням структур голчатої морфології, що згладжує різницю в розмірах структурних елементів, характерну для стану, що відпалює. З підвищенням змісту кисню в голчатих кристалах  $\alpha'$  фази формується все більш розвинена субструктура, що додатково подрібнює будову сплаву. Нагрів сплавів до температури 350°C при витримках до 4 годин не приводить до істотної зміни структури сплаву, а при нагріві до 500°C і витримці 1 година, починається рекристалізація і огрублення структури. Підвищення змісту кисню в сплаві приводить до гальмування процесу рекристалізації.

Ключові слова: титан, кисень, структура, відпал, рекристалізація.



O.A. Snizhko\*, V.V. Pashynskyy\*, T.E. Konstantinova\*\*, A.D. Ryabtsev\*

\*Donetsk National Technical University, Donetsk

\*\*Donetsk Institute for Physics and Engineering named after O.O. Galkin, Donetsk

#### THE STUDY OF THE STRUCTURAL MECHANISM OF EMBRITTLEMENT OF TITANIUM ALLOYED BY OXYGEN

The results of the studies of the structural transformation of titanium with oxygen content within the range of 0,053 - 0,27% on mass are given. It is shown that the increase of the oxygen content in this range leads to the formation of large grains in cast and annealed condition, it leads to the transition from viscous to frail nature of the destruction. As the content of oxygen grows a more and more developed substructure is formed in the  $\alpha'$  phase needle-shaped crystals, and it leads to the additional crumbling of alloy structure. Alloys heating up to the temperature 350°C (with aging during 4 hours) does not lead to considerable changes in the alloy structure. The heating up to 500°C with 1 hour aging results in hardening and recrystallization of the structure. The increase of oxygen content in the alloy slows down the process of recrystallization.

Keywords: titanium, oxygen, structure, annealing, recrystallization.

**УДК:548.523:532.64**

**Ф.В. НЕДОПЁКИН** (д-р техн.наук, проф.), **А.А. ПЕТРЕНКО**

Донецкий национальный университет, Донецк

#### ФАЗОВЫЙ ПЕРЕХОД ПЛАВЛЕНИЕ – КРИСТАЛЛИЗАЦИЯ КАК АНАЛОГ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ ВБЛИЗИ ТЕМПЕРАТУРЫ ПЛАВЛЕНИЯ

Образование твёрдой фазы из расплава рассматривается как процесс, протекающий аналогично мартенситным превращениям твёрдой фазы, т.е. со скоростью распространения звука и циклически. Принципиальное отличие предложенной модели заключается в том, что кристаллизация осуществляется при постоянном переохлаждении для каждого вещества. Приводятся формулы, полученные теоретическим путём для расчёта основных параметров кристаллизации, и примеры конкретных расчётов для конкретных веществ.

Ключевые слова: взрывная кристаллизация, единичный акт кристаллизации, предкристаллизационное переохлаждение, скорость и время кристаллизации.

#### **Введение**

Современные требования к литейным материалам и изделиям, особенно к полупроводниковым материалам, предполагают обязательную термообработку изделий.

Легирование материалов в основном происходит в твёрдой фазе в узком температурном интервале вблизи  $T_{нл}$ , который определяют приблизительно по величине предкристаллизационных переохлаждений расплавов.