

## Влияние температуры закалки на фазовый состав, структуру и микротвердость сплава Ti—18,7Nb—1,6Si

Л. Д. Кулак, Г. Е. Хоменко, Н. В. Минаков, О. В. Дацкевич,  
Н. Н. Кузьменко, Т. П. Терещенко

Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича НАН  
Украины, Киев, e-mail:altifer@ipms.kiev.ua

*Исследовано влияние температуры нагрева с последующей закалкой от температур 1100—1300 °С и повторного нагрева с последующей закалкой от температур 800 и 950 °С на фазовый состав, распределение легирующих элементов Nb и Si, структуру и микротвердость литого сплава Ti—18,7Nb—1,6Si. Установлено, что при повышении температуры нагрева под закалку происходит рост размера зерна, увеличение растворимости Si в Ti с одновременным перераспределением его в объеме материала и резким диспергированием силицидов при 1300 °С, а также уменьшением количества или измельчением  $\omega$ -фазы. Все эти факторы приводят к увеличению микротвердости. При повторном нагреве с последующей закалкой от 800 и 950 °С также происходит перераспределение Si, рост размера силицидов и их перераспределение в объеме материала с выделением их по границам зерен, увеличение размера или количества  $\omega$ -фазы и существенное снижение микротвердости.*

**Ключевые слова:** сплав TiNbSi, легирующие элементы Nb и Si, силициды, фазово-структурные превращения, микротвердость.

В настоящее время во всем мире ведется поиск новых сплавов, пригодных для использования их в биомедицине [1—6]. В Институте проблем материаловедения такие сплавы разрабатываются на базе системы Ti—xNb—ySi. В этой системе отсутствуют элементы, биологически несовместимые с человеческим организмом. Механические характеристики таких сплавов достаточно высокие. Одним из них является сплав Ti—18,7Nb—1,6Si (% (мас.)), прочность которого после соответствующей термомеханической обработки может достигать 1050 МПа при относительном удлинении около 10%. Это позволяет использовать его вместо широко применяемого в настоящее время в медицине сплава ВТ6.

Отличительной особенностью этого сплава является то, что при его термомеханической обработке возникают силицидные фазы (Ti, Nb)<sub>3</sub>Si и (Ti, Nb)<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>, которые оказывают существенное влияние на характер его деформирования и механические свойства. Поэтому исследование влияния температуры нагрева с последующей закалкой на образование, видоизменение и перераспределение силицидов и легирующих элементов Nb и Si, структуру сплава, фазовый состав и механические свойства представляют собой большой интерес, что и стало целью настоящей работы.

Для выплавки сплава Ti—18,7Nb—1,6Si использовали электродуговую плавку. В качестве шихтовых материалов взяты иодидный Ti, технический

© Л. Д. Кулак, Г. Е. Хоменко, Н. В. Минаков, О. В. Дацкевич,  
Н. Н. Кузьменко, Т. П. Терещенко, 2015

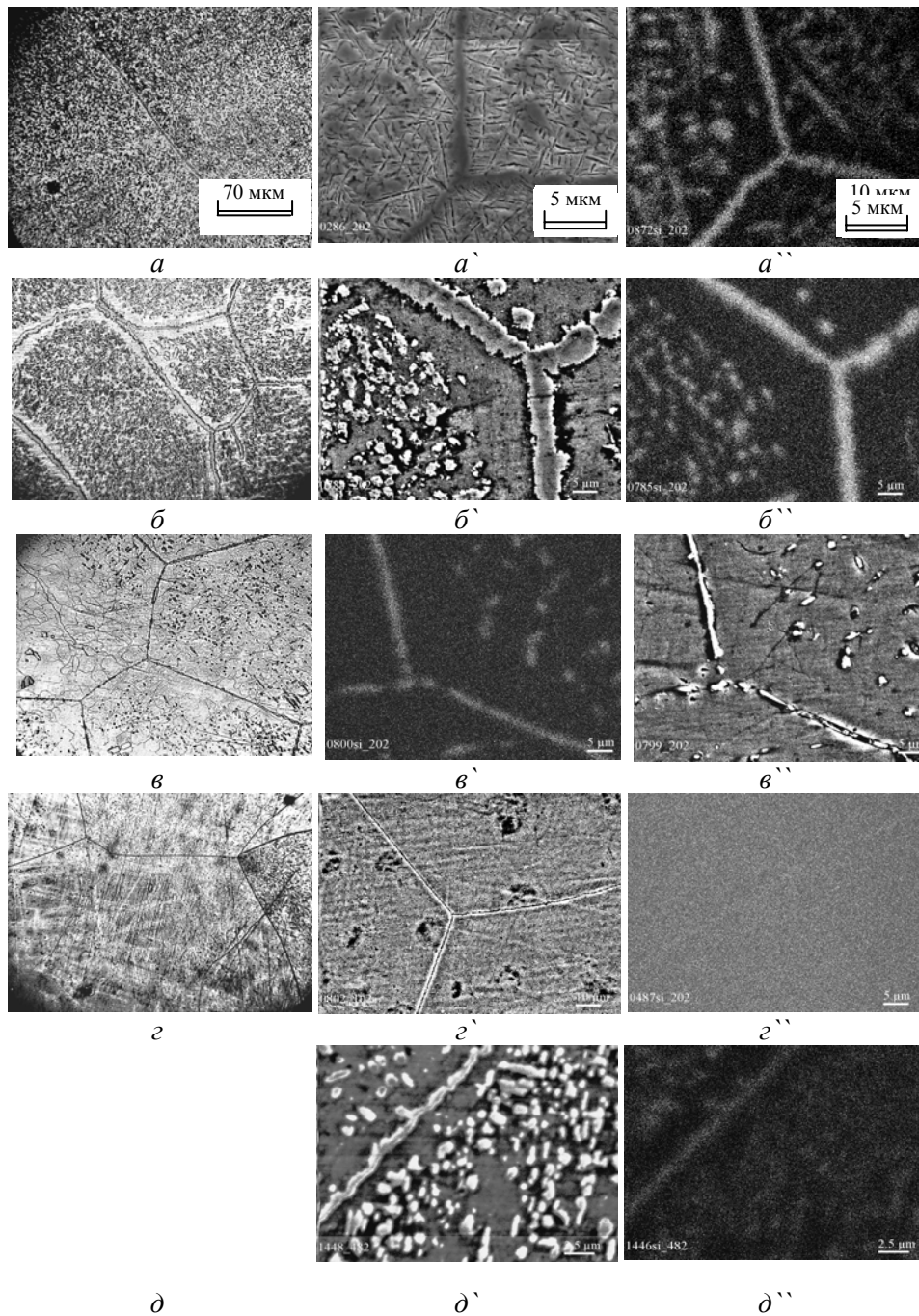


Рис. 1. Микроструктура сплава Ti—18,7Nb—1,6Si ( $a—d$ ,  $a'—d'$ ) и распределение Si в сплаве ( $a''—d''$ ):  $a$ ,  $a'$ ,  $a''$  — в литом состоянии;  $b$ ,  $b'$ ,  $b''$  — закалка от 1100;  $v$ ,  $v'$ ,  $v''$  — от 1200;  $z$ ,  $z'$ ,  $z''$  — от 1300;  $d$ ,  $d'$ ,  $d''$  — закалка от 1300 °С + 950 °С.

Si и прессованные штабики ниобия марки Н6Ш2. Слитки массой 100 г и диаметром 15 мм выплавлены на водоохлаждаемом медном поддоне в аргонной атмосфере с вольфрамовым нерасходуемым электродом. Для обеспечения химической однородности слитки переплавляли не менее 8 раз. Затем их разрезали на заготовки размерами  $\varnothing 15 \times 5$  мм с последующим изготовлением шлифов для измерения твердости, проведе-

ния металлографии и рентгенофазового анализа как в исходном состоянии, так и после закалки. Температура полиморфного превращения для данного сплава  $\approx 740$  °С, а температуры закалки 1100—1300 °С и повторного нагрева с последующей закалкой от 800 и 950 °С выбраны, чтобы добиться максимального растворения или измельчения силицидов в сплаве. Нагрев под закалку до температур 1100—1300 °С и 800, 950 °С осуществляли в электропечи с выдержкой 50 мин и последующей закалкой в воду.

Фазово-структурные превращения и микротвердость исследовали с использованием следующих приборов: рентгеновской установки ДРОН-3М (напряжение — 22 кВ, ток — 20 мА, щель на детекторе — 0,25 мм, съемка образцов проводилась в  $\text{CuK}_{\alpha 1,2}$ -излучении), оптического микроскопа Jenaphot-2000, твердомера ПМТ-3 (при нагрузке  $P = 0,2$  Н). Распределение элементов в объеме материала контролировали с помощью микроскопа Superprobe-733 "Jeol".

Литой сплав Ti—18,7Nb—1,6Si состоит из больших  $\beta$ -Ti зерен (140—350 мкм), внутри которых находится грубоигольчатая  $\alpha$ -фаза (рис. 1, а; 2, 3). В теле  $\beta$ -Ti зерен и по границам фиксируется большое количество силицидов  $(\text{Ti, Nb})_3\text{Si}$ ,  $(\text{Ti, Nb})_5\text{Si}_3$  (рис. 1, а', а''); 2). Твердость литого сплава составляла порядка 3600 МПа (рис. 3).

После нагрева с последующей закалкой от температуры 1100 °С происходит мартенситное превращение с образованием  $\alpha''$ -фазы. Сплав состоит из мартенситной  $\alpha''$ -фазы,  $\beta$ -фазы и силицидов  $(\text{Ti, Nb})_3\text{Si}$ ,  $(\text{Ti, Nb})_5\text{Si}_3$  (рис. 2, 3). При этом  $\alpha''$ -фаза образуется преимущественно вдоль границ  $\beta$ -зерен (рис. 1, б) с одновременной очисткой приграничных областей от

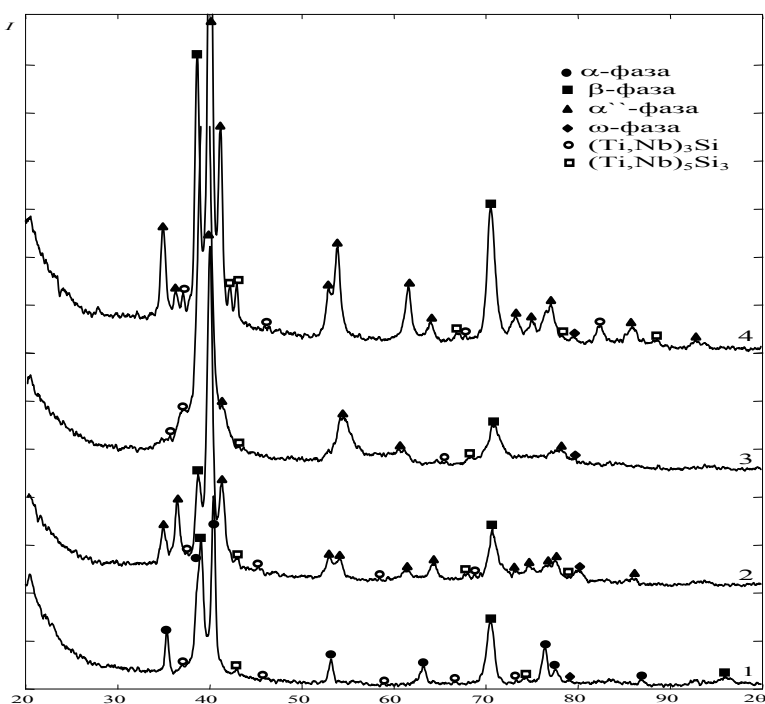


Рис. 2. Рентгенограмма сплава Ti—18,7Nb—1,6Si в литом состоянии (1) и после закалки от 1100 (2), 1300 (3), 1300 + 950 °С (4).

силицидов (рис. 1, б'). Силицидные прослойки на границах зерен сильно утолщаются по сравнению с литым состоянием (примерно в 1,5—2 раза), а в теле зерен силициды измельчаются (рис. 1, б', б''). Размер  $\beta$ -Ti зерен изменился незначительно. Помимо указанных фаз, в сплаве рентгенофазовым анализом в интервале углов  $\theta = 79—81^\circ$  выявлена  $\omega$ -фаза (рис. 2).

За счет перераспределения Si и силицидов, появления дисперсной  $\omega$ -фазы, насыщения мартенсита  $\alpha''$ -Ti ниобием [7], возникновения микронапряжений (или наклепа) в результате закалки твердость материала увеличивается (рис. 3).

После нагрева и последующей закалки от температуры 1200 °C количество  $\alpha''$ -фазы уменьшается, а  $\beta$ -фазы возрастает. Размер зерен  $\beta$ -Ti увеличивается в 1,2—1,5 раза и внутри зерен  $\beta$ -фазы формируется субструктура из мелких зерен (рис. 1, в). Толщина силицидных прослоек по границам зерен резко уменьшается и они дробятся (рис. 1, в', в''). В теле зерна происходит измельчение силицидов и очистка приграничных зон от силицидов (рис. 1, в', в''). Как и при закалке от 1100 °C, при закалке от 1200 °C, по данным рентгенофазового анализа, в материале фиксируется  $\omega$ -фаза, вероятно, более дисперсная (рис. 2). Уменьшение количества  $\alpha''$ -Ti-фазы, наличие дисперсной  $\omega$ -фазы, измельчение силицидов и перераспределение Si с увеличением растворимости в Ti ведут к увеличению твердости материала [8] (рис. 3).

После нагрева и последующей закалки от температуры 1300 °C сплав практически полностью состоит из  $\beta$ -фазы, остатков  $\alpha''$ -Ti-фазы и  $\omega$ -фазы (рис. 2, 3). Размер  $\beta$ -Ti зерен существенно увеличился, границы зерен стали тонкими и в них отсутствуют силициды. Силициды становятся более дисперсными (рис. 1, з, з'), Si распределяется в материале равномерно (рис. 1, з''). Все эти факторы приводят к повышению твердости материала (рис. 3).

Образцы после закалки от 1300 °C подвергли повторному нагреву при 800 и 950 °C 30 мин с последующей закалкой, что не привело к изменению размера зерна, но вызвало перераспределение Si и уменьшение его

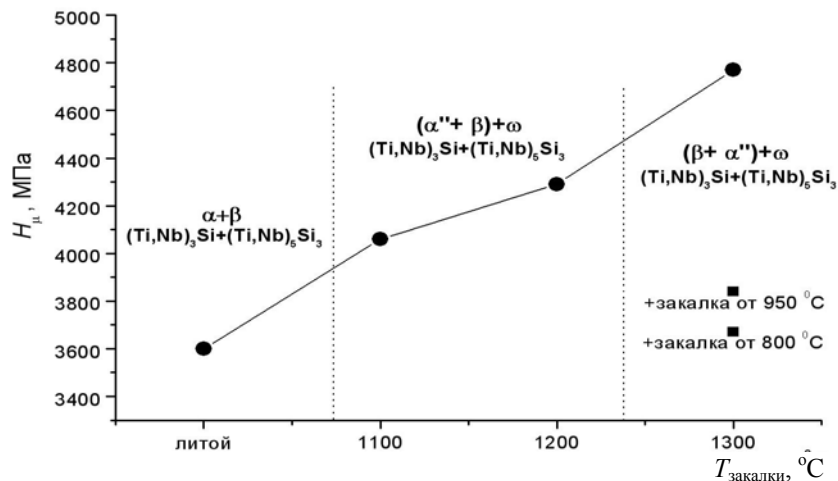
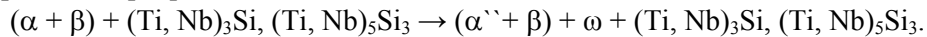


Рис. 3. Зависимость твердости и фазового состава сплава Ti—18,7Nb—1,6Si от температуры закалки.

растворимости в Ti. Силициды по сравнению с закалкой от 1300 °C увеличились в размере и появились как в теле зерна, так и в границах (рис. 1,  $\delta$ ,  $\delta'$ ,  $\delta''$ ). После закалки от 950 °C количество силицидов больше и твердость выше, чем у образца после закалки от 800 °C, но оба значения твердости почти на 25% меньше твердости после закалки от 1300 °C. Возможно это обусловлено увеличением количества  $\omega$ -фазы.

### Выводы

Нагревы под закалку с последующей закалкой сплава Ti—18,7Nb—1,6Si с повышением  $T_{\text{зак}}$  от 1100 до 1300 °C приводят к следующим фазовым превращениям:



Нагрев под закалку с последующей закалкой сплава Ti—18,7Nb—1,6Si от температуры 1300 °C способствует диспергированию силицидов, очистке границ зерен от силицидов, равномерному распределению Si в объеме материала, стабилизации  $\beta$ -фазы и увеличению микротвердости.

При повторных нагревах при 800 и 950 °C с последующей закалкой увеличивается количество силицидов как в границах зерен, так и в теле зерен, они укрупняются, уменьшается растворимость Si в Ti, происходит перераспределение Si и уменьшается микротвердость.

1. *Niinomi M.* Mechanical properties of biomedical titanium alloys // *Mater. Sci. Eng. A.* — 1998. — **243**. — P. 231—236.
2. *Takahashi E.* Effect of heat treatment and Sn content on superelasticity in biocompatible TiNbSn alloys / E. Takahashi, T. Sakurai, S. Watanabe // *Mater. Trans.* — 2002. — **43**, No. 12. — P. 2978—2983.
3. *Kim Han-Sol.* Microstructure and elastic modulus of Ti—Nb—Si ternary alloys for biomedical applications / Kim Han-Sol, Kim Won-Yong, Lim Sung-Hwan // *Scripta Materialia.* — 2006. — **54**, No. 5. — P. 887—891.
4. *Kim H. Y.* Effect of thermo-mechanical treatment on mechanical properties and shape memory behavior of Ti—(26—28)% (at.) Nb alloys / H. Y. Kim, J. I. Kim, T. Inamura // *Mater. Sci. Eng. A.* — 2006. — **438—440**. — P. 839—843.
5. *Li-juan XU.* Microstructure and dry wear properties of Ti-Nb alloys for dental prostheses / XU Li-juan, XI Shu-long // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China.* — 2009. — **19**. — P. 639—644.
6. *Josephine Prabha A.* Thermodynamics of  $\alpha'' \rightarrow \beta$ -phase transformation and heat capacity measurements in Ti—15% (at.) Nb alloy / A. Josephine Prabha, S. Raju, B. Jeyaganesh // *Phys. B: Condensed Matter.* — 2011. — **406**, No. 22. — P. 4200—4209.
7. *Солонина О. П.* Жаропрочные титановые сплавы / О. П. Солонина, С. Г. Глазунов. — М. : Металлургия, 1976. — 448 с.
8. *Багарацкий Ю. А.* Метастабильные фазы в сплавах титана с переходными элементами / Ю. А. Багарацкий, Т. В. Тагунова, Г. И. Носова // *Проблемы металлостроения и физики металлов.* — М. : Металлургиздат, 1958. — С. 212—233.

### Вплив температури загартування на фазовий склад, структуру і мікротвердість сплаву Ti—18,7Nb—1,6Si

Л. Д. Кулак, Г. Е. Хоменко, М. В. Мінаков, О. В. Дацкевіч,  
М. М. Кузьменко, Т. П. Терещенко

Досліджено вплив температури нагріву з наступним загартуванням від температур 1100—1300 °C і повторного нагріву з наступним загартуванням від

температур 800 та 950 °C на фазовий склад, розподіл легуючих елементів Nb і Si, структуру і мікротвердість литого сплаву Ti—18,7Nb—1,6Si. Встановлено, що при підвищенні температури нагріву під загартування відбуваються зростання розміру зерна, збільшення розчинності Si в Ti з одночасним перерозподілом його в об'ємі матеріалу і різким диспергуванням силіцидів при 1300 °C, а також зменшення кількості або подрібненням  $\omega$ -фази. Всі ці фактори приводять до збільшення мікротвердості. При повторному нагріві з наступним загартуванням від 800 та 950 °C також виникає перерозподіл Si, зростання розміру силіцидів та їх перерозподіл в об'ємі матеріалу з виділенням їх по границях зерен, збільшення розміру або кількості  $\omega$ -фази і суттєве зниження мікротвердості.

**Ключові слова:** сплав TiNbSi, легуючі елементи Nb та Si, силіциди, фазово-структурні перетворення, мікротвердість.

### **Effect of quenching temperature on the phase composition, structure and microhardness of the alloy Ti—18,7Nb—1,6Si**

L. D. Kulak, G. E. Khomenko, N. V. Minakov, O. V. Datskevich,  
N. N. Kuzmenko, T. P. Tereshchenko

*The effect of heating temperature followed by quenching from a temperature of 1100—1300 °C and reheating followed by quenching a temperature of 800 and 950 °C on the phase composition and distribution of the alloying elements Si and Nb, structure and microhardness of the cast alloy Ti—18,7Nb—1,6Si. It is found that increasing of the heating temperature for quenching lead to growth in grain size, the increase of solubility of Si in Ti with its redistribution in the material volume and sharp silicide dispersion at 1300 °C, and the decrease of the amount or grinding of  $\omega$  phase. All of these factors lead to an increase of microhardness. Reheating and then quenched with 800 of 950 °C leads to a redistribution of Si, increase of the size of their silicides and redistribution in the material volume with precipitation them at the grain boundaries, increasing the size or amount of  $\omega$  phases and significant decrease of microhardness.*

**Keywords:** alloy TiNbSi, alloying elements Nb and Si, silicide, phase-structural transformations, microhardness.