

УДК 539.3

## СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СКОРОСТИ КРАТКОВРЕМЕННОЙ ПОЛЗУЧЕСТИ ТИТАНОВОГО СПЛАВА VT1-0 ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ В ВОЗДУХЕ, ВОДОРОДЕ И АЗОТЕ

Смирнов С.В., Замаев Л.М., Матафонов П.П.

*Институт машиноведения Уральского отделения Российской академии наук,  
Екатеринбург, e-mail: ges@imach.uran.ru*

Проведены экспериментальные исследования деформации стандартных образцов из титанового сплава VT 1-0 в условиях ступенчатого нагрева до температур 1100 °С и действия растягивающих напряжений ниже предела текучести (до 9,36 МПа) в воздухе, водороде и азоте. В экспериментах измеряли удлинение образцов на каждом этапе нагрева. На основании полученных данных построены диаграммы удлинения образцов при температурах от 400 до 1100 °С в зависимости от величины растягивающих напряжений. По диаграммам определены значения температуры начала деформации в условиях кратковременной ползучести, рассчитаны скорости ползучести. Полученные значения скоростей ползучести ( $v$ ) были подвергнуты нелинейному регрессионному анализу в программном комплексе Statistica v. 8.0. В результате для реализованных напряжений нагрузки ( $\sigma = 1,99; 4,45; 6,91$  и  $9,36$  МПа) и температур нагрева ( $t$ ) от 400 до 1100 °С получена следующая аппроксимирующая зависимость  $v = a \exp(b t)$ , 1/с. Эмпирические коэффициенты  $a$  и  $b$  в формуле для исследованных газовых сред и значений напряжения растяжения приведены в таблице в тексте статьи. Величина достоверности аппроксимации составляет не менее 0,84.

**Ключевые слова:** титановый сплав, кратковременная ползучесть, влияние газовых сред, предел ползучести, скорость ползучести

## COMPARATIVE RESEARCH OF SHORT-TERM CREEP RATE OF TITANIC ALLOY VT1-0 AT THE HIGH TEMPERATURES IN AIR, HYDROGEN AND NITROGEN

Smirnov S.V., Zamaraev L.M., Matafonov P.P.

*URAL BRANCH OF Russian Academy Of Sciences Institute Of Engineering Science,  
Ekaterinburg, e-mail: ges@imach.uran.ru*

Experimental research of deformation of standard samples from a titanium alloy VT 1-0 in a stepwise heating up to temperatures of 1100 °C and the action of tensile stresses below the yield strength (up to 9,36 MPa) have been carried out in air, hydrogen and nitrogen. The elongations of the samples at each stage of heating have been measured in the experiments. On the basis of the received data the elongation diagrams of samples are constructed at temperatures from 400 to 1100 °C depending on the magnitude of tensile stress. Values of temperature of the beginning of deformation in the conditions of short-term creep are determined and creep speed are calculated by the diagrams. The received values of creep speed ( $v$ ) have been subjected to the nonlinear regression analysis in the software package Statistica v. 8.0. As a result for the realized tension of loading ( $\sigma = 1,99; 4,45; 6,91$  and  $9,36$  MPa) and temperatures of heating ( $t$ ) from 400 to 1100 °C the following approximating dependence is received.  $v = a \exp(b t)$ , 1/second Empirical coefficients  $a, b$  in the formula for the investigated gaseous media and tensile stress values are given in the table in text of article. The value of the reliability of approximation makes not less than 0,84.

**Keywords:** titanium alloy, short-term creep, influence of gas media, tensile creep, creep speed

Титан и его сплавы, инертные в условиях нормальных температур, проявляют высокую химическую активность при нагреве в ряде газовых сред, к которым также относятся водород, азот и воздух. Температура нагрева и состав газовой среды оказывает значительное влияние на его механические свойства [4–6].

Водород образует с титаном твердые растворы внедрения и гидрид титана  $TiH_2$ . При температуре выше 320 °С гидрид титана полностью растворяется в титане и переходит в твердый раствор с содержанием водорода до 1,5%. С понижением температуры ниже 200 °С растворимость водорода в альфа-фазе титана резко падает, составляя при комнатной температуре 0,0029%. Особенно велико снижение растворимости в диапазоне температур 100–150 °С. В технически чистом титане при охлаждении ниже этих температур выделяется гидрид  $TiH_2$ . При закалке гидрид выделяется в виде высокодисперсных частиц, а при медленном охлаждении – в виде пластинок [1, 4–6].

Диффузия ионов азота вглубь титана при температурах ниже 550 °С протекает медленно, но резко активизируется при 700 °С. При 800–1000 °С появляется тонкий нитридный слой [7]. Кислород воздуха при температурах ниже 300 °С образует с титаном соединения типа  $Ti_3O_5$ , при температурах 400–800 °С образуется преимущественно рутил  $TiO_2$ , а при температурах выше 800 °С обнаружены оксиды  $TiO$  и  $Ti_2O_3$  [2, 3].

Соединения, полученные при нагреве титана в воздушной, азотной и водородной средах, оставаясь в нем после его охлаждения, значительно ухудшают его пластичность и повышают склонность к охрупчиванию. Этот вопрос подробно изучен и описан в научно-технической литературе. Вместе с тем исследования, проведенные при наводороживании титана и его сплавов, показали аномальное увеличение пластичности и снижение сопротивления деформации металла при повышенных температурах (до 1000 °С) [1, 6]. В частности, в работе [1] изучено влияние водорода на сопротивление де-

формации и пластичность титанового сплава ВТ 1-0 при активной пластической деформации до 500 МПа в интервале температур от 300 до 700°C. Установлено, что предел текучести наводороженного сплава во всем исследованном интервале температур ниже, чем у титана в исходном состоянии. При этом для наводороженного сплава с ростом температуры он возрастает не монотонно, а имеет экстремальный характер и наличие обнаруженных аномалий хорошо коррелируется с положением фазовых границ диаграммы состояния Ti-H. В отличие от активной деформации механические свойства титана в условиях ползучести в газовых средах изучены недостаточно, а сведения в литературных источниках часто являются противоречивыми. Так, по мнению авторов работ [5] предварительное внедренный водород приводит к увеличению времени разрушения и уменьшению скорости установившейся ползучести и предельной деформации образцов ВТ6 при ползучести при температуре 600°C и номинальных напряжениях 47–217 МПа. В то же время имеются сведения, что при более высоких температурах водород неоднозначно влияет на скорость деформации при ползучести [4]. Влияние азота рассматривается преимущественно в аспекте повышения эффективности азотирования для увеличения прочности и долговечности изделий из титановых сплавов в условиях повышенных температур. Результаты целенаправленных исследований влияния газообразного азота на их ползучесть в доступной литературе отсутствуют. В связи со сказанным выше целью выполненной работы было провести сравнительные исследования закономерностей влияния величины растягивающих напряжений и температуры испытаний на скорость ползучести титанового сплава ВТ1-0 в водороде, азоте и воздухе.

### Материалы и методы исследований

В статье исследована кратковременная ползучесть титанового сплава ВТ 1-0 при нагреве от 400 до 1100°C на воздухе и в средах водорода и азота. При более высоких температурах минимальная нагрузка вызывает деформацию образца с экспоненциально нарастающей скоростью и проведение измерений становится невозможным. Все приведенные в статье результаты соответствуют условиям ползучести, так как они проводились при напряжениях существенно меньших, чем предел текучести (максимальное значение напряжений в проведенных исследованиях не превышало 9,36 МПа, в то время как условный предел текучести [6] ВТ 1-0 даже при температуре 850°C не меньше 15 МПа). Экспериментальные исследования проводились на специализированном стенде, позволяющем определять удлинение образцов при их фиксированном нагреве пропуском электрического тока в условиях постоянно действующих механических напряжений растяжения в различных газовых средах [7]. Давление газа в рабочей камере, где проводили испытания, во всех экспериментах составляло 0,5 МПа.

В экспериментах использовали стандартные цилиндрические образцы с размерами рабочей части: длина 30 мм и диаметр 5 мм. Химический состав сплава (Ti – основа; Al – 0,028%; Si – 0,002%;

Fe – 0,036%; C – 0,008%; O<sub>2</sub> – 0,115%; H<sub>2</sub> – 0,003%; Cr + Mn – 0,012%; Cu + Ni – 0,015%) был определен на приборе Spectromax.

Испытания образцов проводили при ступенчатом нагреве от 400 до 1100°C с интервалом 50°C. Периоды нагрева чередовались с паузами, когда температура образца поддерживалась постоянной. Фиксированный вес нагрузки составлял 4,0; 8,92; 13,84 и 18,76 кг, что в пересчете на начальные размеры поперечного сечения образца соответствовало напряжению  $\sigma = 1,99; 4,45; 6,917$  и  $9,36$  МПа. В процессе проведения испытаний диаграммы удлинения образцов строили на основании данных, непрерывно фиксируемых датчиком линейного перемещения.

Анализ диаграмм показал, что при заданной величине нагрузки при нагреве до некоторой температуры  $t_i$  изменение удлинения образцов в паузе не происходит. После контрольного охлаждения образцов было установлено, что они восстанавливают свои исходные размеры. При более высоких температурах удлинение образца происходит и в периоды выдержки, и при контрольном охлаждении этих образцов наблюдается необратимое остаточное удлинение, обусловленное кратковременной ползучестью.

В периоды выдержки при постоянной температуре среднюю скорость ползучести (пластического удлинения образцов) рассчитывали по формуле:

$$V = \frac{\Delta \epsilon_i}{\Delta t_i}, 1/c \quad (1)$$

где  $\Delta t_i$  – время паузы, с;  $\Delta \epsilon_i$  – относительное удлинение образца на стадии выдержки.

Величину  $\Delta \epsilon_i$  рассчитывали по формуле

$$\Delta \epsilon_i = \frac{L_i - L_{i-1}}{L_{i-1}}, \quad (2)$$

где  $i = 0...n$  – номер паузы, на которой происходит выдержка образца при постоянной температуре;  $L_i, L_{i-1}$ , мм – длина рабочей части образца после окончания и до начала паузы соответственно.

### Результаты исследований и их обсуждение

В качестве примера полученных результатов на рис. 1 и 2 приведены данные о зависимости скорости ползучести образцов от температуры в экспериментах с минимальным (1,99 МПа) и максимальным (9,36) значениями номинального напряжения растяжения.

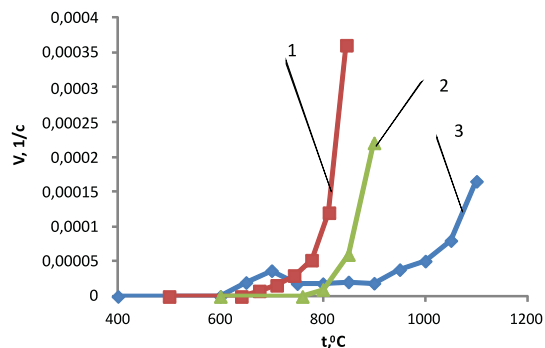


Рис. 1. Зависимость скорости ползучести от температуры при испытаниях в среде различных газов при величине номинального напряжения растяжения 1,99 МПа: 1 – азот; 2 – воздух; 3 – водород

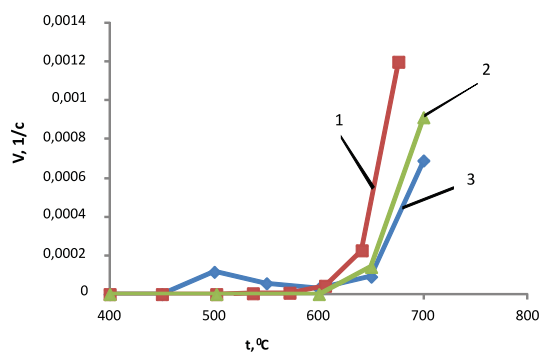


Рис. 2. Зависимость скорости ползучести от температуры при испытаниях в среде различных газов при величине номинального напряжения растяжения 9,39 МПа: 1 – азот; 2 – воздух; 3 – водород

На представленных рисунках можно в общем случае выделить 4 характерных темпера-

турных диапазона: при  $t < t_1$  явление ползучести не наблюдается; при  $t_1 < t < t_2$  ползучесть возникает и ее скорость увеличивается вплоть до температуры  $t_3$ , где она достигает некоторого максимума, после чего в диапазоне температур  $t_2 < t < t_3$  снижается, а затем стабилизируется, но при температуре выше  $t_4$  начинает резко возрастать и небольшое повышение температуры вызывает интенсивную деформацию и разрушение образца. Наличие всех характерных температурных диапазонов наблюдается только при ползучести сплава в водородной среде. При испытаниях в азоте и воздухе температурный диапазон временного увеличения скорости ползучести отсутствует. При испытаниях в воздухе и азоте скорость ползучести с увеличением температуры нагрева увеличивается постепенно вплоть до температуры  $t_4$ . Как видно из табл. 1 значения характерных температур зависят от величины приложенного напряжения растяжения и среды испытания.

Таблица 1

Характерные температуры изменения скоростей ползучести

Среда	$\sigma$ , МПа	$t_1$	$t_2$	$t_3$	$t_4$
Водород	1,996	600	750	900	1100
	4,45	550	650	850	1000
	6,91	500	600	750	850
	9,36	450	500	610	700
Азот	1,996	640	-	-	850
	4,45	610	-	-	800
	6,91	540	-	-	720
	9,36	500	-	-	680
Воздух	1,996	760	-	-	900
	4,45	700	-	-	850
	6,91	650	-	-	750
	9,36	600	-	-	700

Период кратковременной ползучести титанового сплава ВТ1-0 в среде водорода наступает при более низких температуре  $t_1$ , чем в остальных средах. Однако из-за немонотонного характера зависимость скорости ползучести от температуры испытаний ее интенсивное увеличение при температуре  $t_4$  наступает в среде водорода позже, чем в средах азота и воздуха. Также в водороде в меньшей степени, чем в азоте и воздухе, скорость ползучести зависит от температуры. Значения  $t_2$  и  $t_3$  снижаются при увеличении нагрузки. Во всех исследованных средах при увеличении нагрузки скорость ползучести возрастает.

Качественно характер изменения скорости ползучести в водороде хорошо согласуется с результатами исследований предела текучести, полученными в работе [3]. При этом границы интервалов роста, снижения и последующего роста скорости ползучести сдвигаются в область высоких температур и имеют более выраженный характер. Можно предположить, аномальный характер изменения скорости ползучести при нагреве образцов в среде водорода, так же как и в экспериментах [1], связан, по-видимому, с изменением фазового состояния наводороженного титана.

Данные, полученные в процессе исследований скорости ползучести при различных нагрузках в различных средах, были подвергнуты нелинейному регрессионному анализу в программном комплексе Statistica v. 8.0.

В результате для исследуемых газовых сред и напряжений ( $\sigma$ ) в интервале температур монотонного возрастания скорости ползучести получена следующая аппроксимирующая зависимость

$$v = a \exp(b t), 1/c \quad (3)$$

где  $a$ ,  $b$ ,  $c$  – эмпирические коэффициенты аппроксимации.

Величина достоверности аппроксимации  $R^2$  в приведенных зависимостях составляет не менее 0,84. Эмпирические коэффициенты в формуле (3) приведены в табл. 2.

### Заключение

Анализ полученных результатов позволил установить ряд фактов и закономерностей кратковременной ползучести сплава ВТ 1-0 при испытаниях в исследованных средах.

1. В среде водорода режим кратковременной ползучести достигается при более низких,

чем в азоте и на воздухе, температурах. Однако из-за немонотонности зависимости скорости ползучести сплава от температуры повторное увеличение скорости ползучести в этой среде наступает при более высокой температуре, чем

в других исследованных газах. Поэтому при одинаковой величине растягивающих напряжений температура  $t_4$  начала ускоренного роста скорости ползучести в среде азота ниже, чем в других средах.

**Таблица 2**

Коэффициенты зависимости скоростей ползучести при различных растягивающих напряжениях в средах азота, водорода и воздуха.

Среда	$\sigma$ , МПа	$a \cdot 10^{15}$	$b \cdot 10^3$	Температурный интервал
Азот	1,996	0,12	3,4	640–850
	4,45	33	3,0	610–800
	6,91	0,0074	5,0	540–720
	9,36	0,003	5,0	500–680
Водород	1,996	97000	1,3	900–1100
	4,45	670	2,0	850–1000
	6,91	8,2	2,9	750–850
	9,36	7,6	3,6	610–700
Воздух	1,996	95	2,4	760–900
	4,45	60	2,7	700–850
	6,91	0,2	3,7	650–750
	9,36	0,02	4,5	600–700

2. Азот, единственный из всех исследованных газов, наибольшим образом снижает температуру начала ускоренной ползучести. В связи с этим становится понятным, что в воздушной среде, содержащей 78 об. % азота, при прочих равных условиях температура начала ускоренной ползучести выше, чем в чистом азоте.

3. Получены эмпирические зависимости, описывающие изменение скорости кратковременной ползучести в водороде, азоте и аргоне в зависимости от температуры нагрева в температурном диапазоне ее монотонного изменения.

*Работа выполнена по Программе ОЭМПИУ РАН № 11 при финансовой поддержке программы фундаментальных исследований УрО РАН, проект № 12-Т-1-1007.*

**Список литературы**

1. Влияние водорода на пластичность и сопративление деформации технического титана VT 1-0 при температурах до 750°C / Ю.А. Аксенов, И.О. Башкин, В.Л. Колмогоров, Е.Г. Понятовский, Г.Г. Талуц, В.К. Катая, И.В. Левин, Ю.И. Потапенко, А.Н. Трубин // ФММ. – 1989. – Т. 67, № 5. – С. 993–999.
2. Окисление титана и его сплавов / А.С. Бай, Д.И. Лайнер, Е.Н. Слисарева, М.И. Цыпин. – М.: Metallurgiya, 1970. – 320 с.
3. Бенар Ж. Окисление металлов. – М.: Metallurgiya, 1969. – Т. 2. – 209 с.
4. Колачев Б.А. Водородная хрупкость металлов. – М.: Metallurgiya, 1985. – 217 с.
5. Экспериментально-теоретическое исследование влияния водорода на ползучесть и длительную прочность титанового сплава VT6 / А.М. Локощенко, А.А. Ильин, А.М. Мамонов, В.В. Назаров // Металлы. – 2008. – № 2. – С. 60–66.
6. Микляев П.Г. Механические свойства легких сплавов при температурах и скоростях обработки давлением. – М.: Metallurgiya, 1994. – 180 с.

7. Смирнов С.В., Замараев Л.М., Матафонов П.П. Исследование термоциклической долговечности стали 12Х18Н10Т в водородной и воздушной средах // Проблемы машиностроения и надежности машин. – 2008. – № 2. – С. 46–49.

**References**

1. Aksekov YU.A., Dashkin D.I., Kolmogorov V.L., Pomyatovskiy E.G., Taluns G.G., Kataya V.R., Levin I.V., Potapenko YU.A., Trubin A.N. Influence of hydrogen on plasticity and resistance of deformation of the technical titan of VT 1-0 at temperatures to 750°C // FMM. 1989, vol. 67, no 5, pp. 993–999
2. Bay A.S., Layner D.I., Slisareva E.N., Tspin M.I. Oxidation of the titan and its alloys. Moscow: Metallurgiya, 1970, 320 p.
3. Benar ZN. Oxidation of metals. Moscow: Metallurgiya, 1969, vol. 2, 209 p.
4. Kolachev B.A. Hydrogen brittleness of metals. – Moscow: Metallurgiya, 1985, 217 p.
5. Lokoshenko A.M., Ilin A.A., Mamonov A.M., Nazarov I.V. Experimental – theoretical study of the influence of hydrogen on creep and durability titanium alloy VT-6 // Metals. – 2008, no. 2, pp. 60–66.
6. Miklyayev P.G. Mechanical properties of light alloys at temperatures and speeds of forming operation. – M: Metallurgiya, 1994, 180 p.
7. Smirnov S.V., Zamaraev L.M., Matafonov P.P. Research recry durability of steel 12x18h10t in hydrogen and air environments. Problems of mechanical engineering and reliability. 2008, no. 2, pp. 46-49

**Рецензенты:**

Гладковский С.В., д.т.н., профессор, заведующий лабораторией деформирования и разрушения Института машиноведения УрО РАН, г. Екатеринбург;

Коновалов А.В., д.т.н., профессор, заведующий лабораторией механики деформации Института машиноведения УрО РАН, г. Екатеринбург.

Работа поступила в редакцию 24.08.2012.