

УДК 669.225

## ВПЛИВ ШВИДКОСТІ ОХОЛОДЖЕННЯ ПІД ЧАС ГАРТУВАННЯ НА СТАРІННЯ І ФОРМУВАННЯ МЕХАНІЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ТИТАНОВОГО СПЛАВУ VT22

О. М. ІВАСИШИН<sup>1</sup>, П. Є. МАРКОВСЬКИЙ<sup>1</sup>, І. М. ГАВРИШ<sup>1,2</sup>,  
О. П. КАРАСЕВСЬКА<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Інститут металофізики ім. Г. В. Курдюмова НАН України, Київ;

<sup>2</sup> Державне підприємство "АНТОНОВ", Київ

Вивчено вплив швидкості охолодження від температур обробки на твердий  $\beta$ -розчин на механізм розпаду метастабільної  $\beta$ -фази титанового сплаву VT22 в умовах подальшого старіння, його кінцеву мікроструктуру і механічні властивості. Гартування у воді збільшує кількість точкових дефектів, що призводить до розпаду метастабільної  $\beta$ -фази з формуванням проміжних  $\omega$ - та  $\alpha'$ ( $\alpha'$ )-фаз. У результаті підвищуються механічні характеристики сплаву, оскільки утворюється однорідніша та дисперсніша мікроструктура.

**Ключові слова:** титановий сплав VT22, зміцнювальна термічна обробка, швидкість охолодження, старіння, механічні властивості.

Титановий сплав VT22 розроблений у 60-х роках минулого сторіччя як метастабільний  $\beta$ -сплав для використання у великогабаритних виробках, в яких термічною обробкою вдається досягти міцності до 1100 МПа [1, 2]. Однією із принципів особливостей, закладених у нього легуванням, є можливість фіксувати метастабільну  $\beta$ -фазу за малих швидкостей охолодження від температур гартування, наприклад, масивних виробів на повітрі. Розвиток сучасної авіаційної техніки вимагає, щоб окремі відповідальні виробки, зокрема деталі роз'ємних з'єднань, володіли суттєво вищою міцністю (зокрема, границею міцності не нижче 1350 МПа), для чого необхідні нестандартні методи термічної обробки (без нагріву у печах) у поєднанні з гартуванням у воді [3, 4]. При цьому залежно від геометричних розмірів оброблюваних напівфабрикатів зі заміною охолодження на повітрі гартуванням у воді швидкість процесу може змінюватися у 10 і більше разів. Тому вивчали саме вплив швидкості охолодження від температур нагрівання під гартування на старіння метастабільної  $\beta$ -фази і формування механічних характеристик сплаву.

**Матеріал і методика.** Досліджували сплав VT22 (5,15 wt.% Al; 4,67 Мо; 5,03 V; 1,07 Cr; 1,07 Fe, решта – Ti) у вигляді прутків діаметрами 12 і 20 мм, виготовлених на ВСМПО–АВІСМА (Росія), з них вирізали зразки завдовжки 60 мм, які термообробляли на твердий  $\beta$ -розчин у печі електроопору з повітряною атмосферою при 820 та 900°C упродовж 1 h, щоб створити двофазний ( $\alpha+\beta$ )- та однофазний  $\beta$ -стан. Після ізотермічної витримки одну половину зразків гартували у воді, а іншу охолоджували на повітрі. Виявили (табл. 1), що зі збільшенням діаметра прутків від 12 до 20 мм швидкість охолодження на повітрі знижується втричі, в той час як під час гартування у воді – лише на 25%. Усі заготовки, загартовані від 900°C, а також частину, загартованих від 820°C (стандартна темпе-

Контактна особа: П. Є. МАРКОВСЬКИЙ, e-mail: pmark@imp.kiev.ua

ратура нагрівання під гартування цього сплаву), розрізали на зразки довжиною 1 mm для металографічних досліджень (LM), вивчення мікроструктури за допомогою електронної просвічувальної мікроскопії (ТЕМ) та рентгенівського фазового аналізу (XRD), а також вимірювання твердості за Віккерсом. Зістарювали при 600°C, нагріваючи зразки товщиною 5 mm від кімнатної температури зі швидкістю 5°C/min з подальшою витримкою від 1 min до 8 h. Решту зразків, загартованих від 820°C, використовували для випробувань на розтяг. Після експериментів поверхню зламів досліджували за допомогою сканувальної електронної мікроскопії (SEM).

**Таблиця 1. Швидкості охолодження зразків сплаву ВТ22**

<i>D</i> , mm	Середовище	$v$ , °C/s
12	Повітря	35
12	Вода	400
20	Повітря	15
20	Вода	300

**Результати та їх обговорення. Гартування від 900°C.** У мікроструктурі загартованого сплаву виявили  $\beta$ -фазу з розміром зерен 200  $\mu\text{m}$  (рис. 1а). Головна відмінність фазового складу сплаву, загартованого у воді та охолодженого на повітрі, в інтенсивності окремих рентгенівських рефлексів і в деякому їх зміщенні на кут більше 50° (рис. 2).

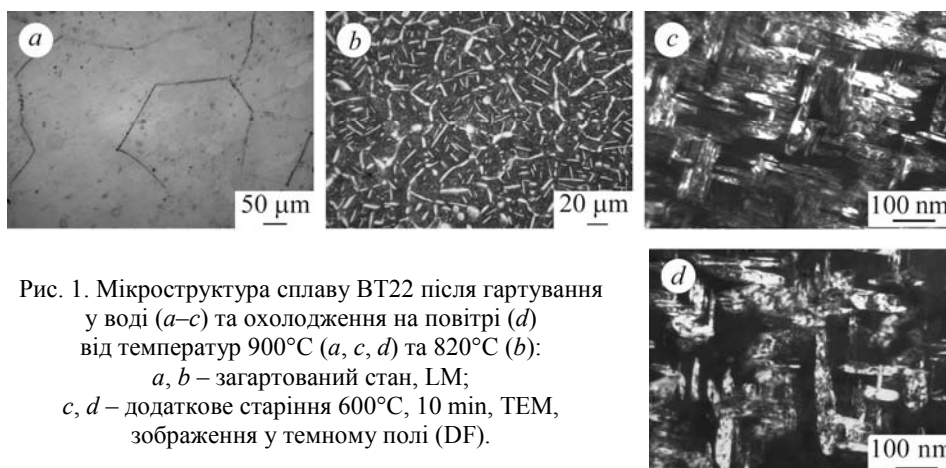


Рис. 1. Мікроструктура сплаву ВТ22 після гартування у воді (а–с) та охолодження на повітрі (d) від температур 900°C (а, с, d) та 820°C (b): а, b – загартований стан, LM; с, d – додаткове старіння 600°C, 10 min, ТЕМ, зображення у темному полі (DF).

Fig. 1. Microstructure of BT22 alloy after water quenching (a–c) and air cooling (d) from temperatures 900°C (a, c, d) and 820°C (b): a, b – as-cooled condition, LM; c, d – after additional aging 600°C, 10 min, TEM, dark field (DF) image.

Виявили, що залежність ширини рентгенівських рефлексів від бреггівського кута  $\Theta$  для загартованого у воді сплаву пропорційна тангенсу цього кута (рис. 3, крива 1). Це свідчить про те, що тут ширина ліній залежить від напружень [5], які виникають під час гартування. А за охолодження на повітрі вона пропорційна секансу кута  $\Theta$  (крива 2), що пов'язує із подрібненням субзеренної будови  $\beta$ -зерен [5, 6], тобто області когерентного розсіяння стають меншими за  $10^{-5}$  см. Іншими словами, під час гартування сплаву у воді збільшення ширини рентгенівських рефлексів спричиняють мікронапруження, а під час охолодження на повітрі – зміна внутрішньої будови зерна. Водночас зміщення рефлексів на рентгенограмах (рис. 2) можуть зумовити макронапруження [5, 7] або дефекти першого роду, зокрема точкові вакансійного типу [6, 8]. За нашими оцінками макронапруження дорівнюють 465 МПа, що є занадто великим значенням для титанових сплавів, а отже, ймовірнішою причиною зміщення рефлексів можуть бути точкові дефекти, утворені під час гартування у воді.

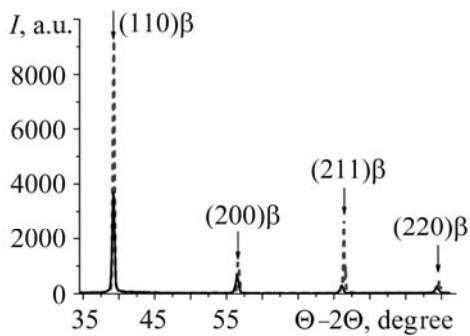


Рис. 2. Fig. 2.

Рис. 2. Рентгенограма сплаву BT22 (пруток  $\varnothing$  12 mm) після обробки на твердий  $\beta$ -розчин при  $900^\circ\text{C}$ , 1 h і подальшого охолодження на повітрі (штрихова лінія) та гартування у воді (суцільна).

Fig. 2. XRD diffraction pattern of BT22 alloy ( $\varnothing$  12 mm rod) after  $\beta$ -solid solution treatment  $900^\circ\text{C}$ , 1 h and subsequent air cooling (dashed line) and water quenching (solid line).

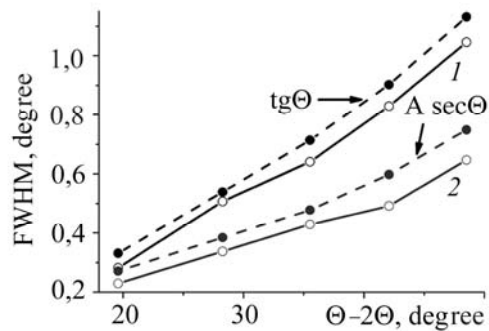


Рис. 3. Fig. 3.

Рис. 3. Залежність півширини рентгенівських піків від кута  $2\theta$  для сплаву BT22 (суцільні лінії) після обробки на твердий  $\beta$ -розчин при  $900^\circ\text{C}$ , 1 h і подальшого гартування у воді (1), охолодження на повітрі (2) та відповідних тригонометричних функцій (штрихові лінії).

Fig. 3. Dependence of XRD reflection width (full width at half maximum) vs.  $2\theta$  angle for BT22 alloy (solid lines) after  $\beta$ -solid solution treatment  $900^\circ\text{C}$ , 1 h and subsequent water quenching (1) and air cooling (2). Dashed lines correspond to relevant trigonometric functions.

**Гартування від  $820^\circ\text{C}$ .** За цих умов у зразках усіх типів сформувався двофазний  $\alpha+\beta$  стан (рис. 1b) і частки первинної  $\alpha$ -фази, очевидно, відігравали певну акомодативну роль, внаслідок чого рентгенограми загартованого у воді і охолодженого сплаву відрізнялися несуттєво.

**Старіння при  $600^\circ\text{C}$ .** Для обох температур нагрівання під гартування з подальшим старінням спостерігали істотну відмінність у кінетиці розпаду метастабільної  $\beta$ -фази загартованих у воді і охолоджених на повітрі зразків. За охолодження від  $900^\circ\text{C}$  суттєво мінявся фазовий склад (рис. 4). Під час гартування у воді (рис. 4a) зі збільшенням тривалості старіння розпад метастабільної  $\beta$ -фази супроводжувався послідовним утворенням  $\beta \rightarrow \beta+\alpha'' \rightarrow \beta+\alpha' \rightarrow (\beta+\alpha)$ -фаз, причому мартенситні фази формувалися винятково на початку старіння, зокрема, під час ізотермічних витримок 1 і 5 min. У той же час після охолодження спостерігали прямий  $\beta \rightarrow \beta+\alpha$  розпад (рис. 4b). У зразках, охолоджених з різними швидкостями від температури  $820^\circ\text{C}$ , відмінностей у розпаді метастабільної  $\beta$ -фази не виявили: під час старіння лише поступово зменшувались інтенсивності рефлексів  $\beta$ -фази та збільшувались  $\alpha$ -фази, що можна пояснити відносно великою кількістю залишкової первинної  $\alpha$ -фази. Проте остаточним результатом відмінності у швидкості охолодження вихідних станів є кінцева мікроструктура сплаву після старіння: під час гартування у воді (див. рис. 1c) частки зміцнювальної  $\alpha$ -фази дисперсніші та однорідніше розміщені в об'ємі  $\beta$ -зерен, ніж у зразках, охолоджених на повітрі (див. рис. 1d).

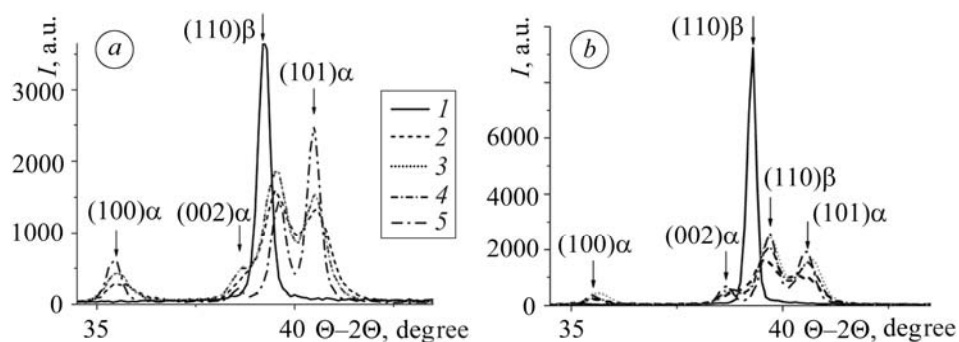


Рис. 4. Рентгенограми сплаву BT22 (пруток  $\varnothing$  12 mm) після обробки на твердий  $\beta$ -розчин при  $900^{\circ}\text{C}$ , 1 h, гартування у воді (a), охолодження на повітрі та подальшого старіння (b) при  $600^{\circ}\text{C}$ : 1 – вихідний загартований стан; 2 – 1 min; 3 – 5; 4 – 10; 5 – 60 min.

Fig. 4. XRD patterns of BT22 alloy ( $\varnothing$  12 mm rod) after  $\beta$ -solid solution treatment at  $900^{\circ}\text{C}$ , 1 h followed by water quenching (a), air cooling and subsequent aging (b) at  $600^{\circ}\text{C}$  with different exposures: 1 – initial as-quenched condition; 2 – 1 min; 3 – 5; 4 – 10; 5 – 60 min.

**Механічні властивості.** Розпад метастабільної  $\beta$ -фази супроводжується суттєвими змінами твердості зразків залежно від тривалості старіння (рис. 5). Під час гартування від  $900^{\circ}\text{C}$  у воді (рис. 5a) твердість зразків така сама, як і охолоджених на повітрі (361 і  $363\text{ MPa}$  відповідно), стрімко зростає до  $606\text{ MPa}$  за перші 30 min старіння, тоді як у зразках другого типу за цієї ж тривалості досягає лише  $560\text{ MPa}$ . З подальшим старінням твердість зразків обох типів знижується, але після стандартного старіння 8 h твердість загартованого у воді сплаву вища.

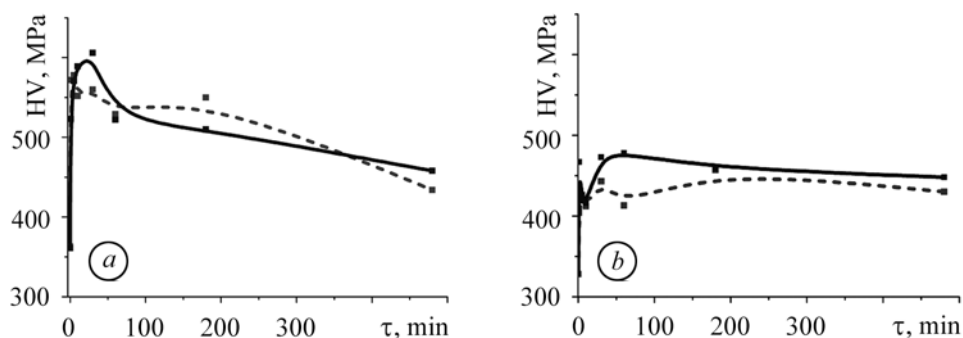


Рис. 5. Вплив тривалості старіння при  $600^{\circ}\text{C}$  на твердість сплаву BT22 (пруток  $\varnothing$  12 mm) після охолодження на повітрі (штрихові лінії) та гартування в воді (суцільні) від  $900^{\circ}\text{C}$  (a) та  $820^{\circ}\text{C}$  (b).

Fig. 5. Hardness of BT22 alloy ( $\varnothing$  12 mm rod) vs. duration of aging at  $600^{\circ}\text{C}$  after air cooling (dashed lines) and water quenching (solid lines) from  $900^{\circ}\text{C}$  (a) and  $820^{\circ}\text{C}$  (b).

Цікавим виявився результат для сплаву, загартованого від  $820^{\circ}\text{C}$  (рис. 5b). У той час як в охолоджених на повітрі зразках твердість за перші 180 min майже монотонно зростає від  $328$  до  $457\text{ MPa}$ , а потім дещо зменшується до  $430\text{ MPa}$ , то після гартування у воді їх поведінка складніша. За першу хвилину твердість стрімко збільшується з  $328$  до  $467\text{ MPa}$  (тобто майже на 45%), а потім також стрімко падає до  $419\text{ MPa}$  (5 min), залишається практично незмінною до 10 min ( $416\text{ MPa}$ ), і тільки після цього починає монотонно зростати до максимуму  $478\text{ MPa}$  при 60 min, далі повільно знижується до  $448\text{ MPa}$ . Пояснити подібні змі-

ни можна, залучивши результати про особливості механізму розпаду метастабільної  $\beta$ -фази [3, 9]. Зокрема, виявили [3], що за неперервного нагрівання з певними швидкостями у загартованому від температури однофазної  $\beta$ -області сплаві виділенню  $\alpha$ -фази при 350...400°C може передувати утворення проміжної  $\omega$ -фази, а досліджуючи більш легований сплав TiMETAL-LCB методами просвічувальної електронної мікроскопії, зафіксували [9] формування цієї фази на початкових стадіях розпаду  $\beta$ -фази за ізотермічної витримки. Враховуючи це, можна припустити, що у загартованому від 820°C сплаві на ранніх стадіях розпаду метастабільної  $\beta$ -фази (з більшою концентрацією легувальних елементів, які її стабілізують, порівняно з гартуванням від 900°C – температури однофазної  $\beta$ -області) також утворюється проміжна  $\omega$ -фаза, чому, вочевидь, сприяє більша щільність вакансій і різке зростання твердості матеріалу на першій хвилині старіння. З тривалістю старіння розчиняються  $\omega$ -частки, а отже, зменшується твердість, що також може бути наслідком утворення замість  $\omega$ -фази  $\alpha''$ -мартенситу, який суттєво м'якший за інші фази [2]. Той факт, що  $\omega$ - чи  $\alpha''$ -фаз не виявили під час рентгєнівського дослідження, можна пояснити незначною (меншою за 4%) кількістю першої з них та накладанням рефлексів другої на рефлєкси  $\alpha$ - та  $\beta$ -фаз.

**Таблиця 2. Механічні властивості зразків сплаву VT22 залежно від способу охолодження після витримки 1 h при 820°C та старіння при 600°C**

№ режиму обробки	Тривалість старіння	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_B$	$\delta_{uniform}$	$\delta_{total}$	$\Psi$	$a_N$ , kJ/m <sup>2</sup>
		MPa		%			
Пруток $\varnothing$ 12 mm, охолодження на повітрі							
1	30 s	1351	1424	2,69	6,16	22,11	–
2	3 h	1266	1328	4,42	11,09	33,07	–
3	8 h	1257	1313	9,42	10,84	33,71	304,0
Гартування у воді							
4	30 s	1382	1438	2,81	7,16	24,58	–
5	3 h	1303	1362	3,26	7,66	27,37	–
6	8 h	1303	1352	4,45	11,28	32,78	333,4
Пруток $\varnothing$ 20 mm, охолодження на повітрі							
7	8 h	1166	1272	3,2	8,5	31,15	274,6
Гартування у воді							
8	8 h	1215	1287	3,3	9,7	26,95	294,2

Із порівняння результатів механічних випробувань на розтяг видно (табл. 2), що для обох типорозмірів напівфабрикатів гартування у воді (№ 6 і 8) забезпечує вищі проти охолодження на повітрі (№ 3 і 7) значення міцності та ударної в'язкості за приблизно однакової пластичності. Це пояснюють результати про інший механізм розпаду високотемпературної  $\beta$ -фази у першому випадку, через що формується дисперсніша і однорідніша внутрішньозеренна мікроструктура зміцнювальної  $\alpha$ -фази (див. рис. 1c і d). Іншими словами, велика кількість точкових дефектів вакансійного типу зумовлює активніший і однорідніший за об'ємом матричної  $\beta$ -фази розпад, кінцевим наслідком якого є утворення найбільш дис-

першої та однорідної зістареної мікроструктури, що й забезпечує вищі значення міцності. Подібний ефект раніше також спостерігали в різних метастабільних титанових  $\beta$ -сплавах під час варіювання швидкості нагрівання до температур старіння [4]. Окремо потрібно відмітити вплив на механічні характеристики тривалості старіння. Після короткотривалого старіння (30 min) характеристики як міцності, так і пластичності зразків, охолоджених з обома швидкостями, доволі подібні (№ 1 і 4, табл. 2). Якраз цій ситуації відповідає зближення значень твердості зразків (рис. 5b).

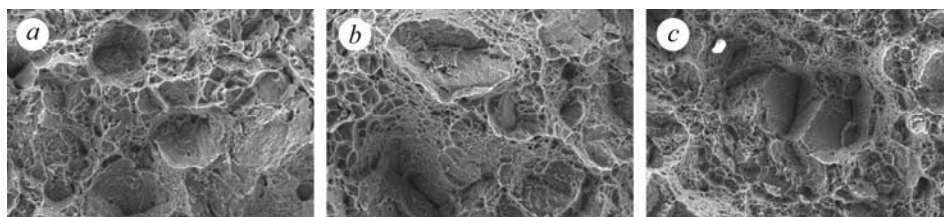
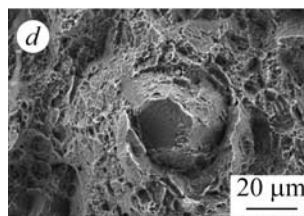


Рис. 6. Поверхні руйнування зразків сплаву BT22 після випробувань на розтяг. Тривалість старіння при 600°C: *a, b* – 30 s; *c, d* – 8 h; *a, b* – гартування у воді; *c, d* – охолодження на повітрі. SEM.

Fig. 6. Fracture surfaces of BT22 alloy specimens after tensile testing. Duration of aging at 600°C: *a, b* – 30 s; *c, d* – 8 h; *a, b* – water quenching; *c, d* – air cooling. SEM.



Відносно високу міцність після подібного старіння можна пояснити тим, що перші частки зміцнювальної  $\alpha$ -фази мають високу дисперсність [3], а дещо меншу пластичність – незавершеністю розпаду метастабільної  $\beta$ -фази, яка на локальному рівні залишається доволі пластичною, про що свідчать злами зразків (рис. 6a і b). Збільшення тривалості старіння до 3 h (№ 2 і 5 у табл. 2) і далі до 8 h (№ 3 та 6) супроводжується поступовим зниженням міцності та ростом відносних видовження  $\delta$  та звуження  $\psi$ . Проте після старіння відмінність зламів зразків, охолоджених з різною швидкістю, стає помітною і у загартованому у воді сплаві (рис. 6c) відносна кількість в'язкого складника (ямкового рельєфу) була більша, ніж у сплаві, охолодженому на повітрі (рис. 6d).

## ВИСНОВКИ

Для отримання одноріднішої та дисперснішої внутрішньозеренної мікроструктури під час термічного зміцнення сплаву BT22, а отже, найбільшого приросту міцності, необхідно застосовувати охолодження з вищими швидкостями після нагрівання до температур обробки на твердий  $\beta$ -розчин, зокрема, гартування у воді, коли утворюється висока концентрація точкових дефектів вакансійного типу, що активізує за подальшого старіння розпад метастабільної  $\beta$ -фази з формуванням високодисперсних часток проміжних  $\omega$ - та  $\alpha''(\alpha')$ -фаз.

**РЕЗЮМЕ.** Исследовано влияние скорости охлаждения от температур обработки на твердый  $\beta$ -раствор титанового сплава BT22 на механизм распада метастабильной  $\beta$ -фазы при последующем старении, конечную микроструктуру и механические свойства. Закалка в воде увеличивает количество точечных дефектов, что приводит к распаду метастабильной  $\beta$ -фазы с образованием промежуточных  $\omega$ - и  $\alpha''(\alpha')$ -фаз. В результате повышаются механические характеристики сплава, поскольку образуется более однородная и дисперсная конечная микроструктура.

**SUMMARY.** Taking as program material commercial titanium BT22 alloy the influence of cooling rate after solid  $\beta$ -solution treatment on the mechanism of metastable  $\beta$ -phase decompo-

sition during subsequent aging, as well as on final microstructure and tensile properties was studied. It is established that water quenching ensures more uniform and disperse microstructure and better balance of mechanical properties due to formation of high density of point (vacancies) defects, which in turn cause the metastable  $\beta$ -phase decomposition involving appearance of transition  $\omega$ - and  $\alpha''(\alpha')$ -phases.

1. Глазунов С. Г., Мусеев В. Н. Конструкционные титановые сплавы. – М.: Metallurgy, 1969. – 348 с.
2. Металлография титановых сплавов / Е. А. Борисова, Г. А. Бочвар, М. Я. Брун и др. – М.: Metallurgy, 1980. – 464 с.
3. *Precipitation and Recrystallization Behavior of Beta Titanium Alloys during Continuous Heat Treatment* / O. M. Ivasishin, P. E. Markovsky, Yu. V. Matviychuk et al. // Metallurgical and Materials Transactions, A. – 2003. – **34A**. – P. 147–158.
4. *A Comparative Study of the Mechanical Properties of High-Strength Beta-Titanium Alloys* / O. M. Ivasishin, P. E. Markovsky, Yu. V. Matviychuk et al. // J. of Alloys and Compounds. – 2008. – **457**, № 1–2. – P. 296–309.
5. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я. С. Уманский, Ю. А. Скаков, А. Н. Иванов и др. – М.: Metallurgy, 1982. – 632 с.
6. Горелик С. С., Скаков Ю. А., Расторгуев Л. Н. Рентгенографический и электронно-оптический анализ. – М.: МИСиС, 1994. – 328 с.
7. Пуцаровский Д. Ю., Фетисов Г. В. Построение дифрактограмм поликристаллов по структурным данным. – М.: Изд-во МГУ, 1991. – 220 с.
8. Кривоглаз М. А. Дифракция рентгеновских лучей и нейтронов в неидеальных кристаллах. – К.: Наук. думка, 1983. – 408 с.
9. *Aging Response of Coarse- and Fine-Grained Beta-Titanium Alloys* / O. M. Ivasishin, P. E. Markovsky, S. L. Semiatin et al. // Mat. Sci. & Engng. A. – 2005. – **405**, № 1–2. – P. 296–305.

Одержано 11.11.2013