

УДК 669.295

А.А. Ширяев¹, Н.А. Ночовная¹, А.С. Помельникова²**ВЛИЯНИЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКИХ ВЫДЕРЖЕК
НА ИЗМЕНЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ВЫСОКОПРОЧНОГО
ПСЕВДО- β -ТИТАНОВОГО СПЛАВА VT47**

DOI: 10.18577/2307-6046-2019-0-10-25-33

Проведены исследования твердости по Роквеллу (HRC) образцов, вырезанных из листов псевдо- β -титанового сплава VT47 после изотермических выдержек (старения) в широком интервале температур и продолжительности выдержки. Построены диаграмма и C-образные кривые твердости сплава, а также проведено сопоставление значений твердости с микроструктурой. Установлено, что сплав VT47 упрочняется посредством старения в интервале температур 400–500°C до высоких значений (≥ 40 HRC). Температурный интервал 450–500°C является наиболее рациональным с позиции достигаемых значений твердости и требуемой продолжительности старения.

Ключевые слова: псевдо- β -титановые сплавы, VT47, термическая обработка, диаграмма, твердость, микроструктура.

A.A. Shiryayev¹, N.A. Nochovnaya¹, A.S. Pomelnikova²**EFFECT OF ISOTHERMAL EXPOSURES
ON HARDNESS EVOLUTION OF HIGH-STRENGTH
METASTABLE- β -TITANIUM ALLOY VT47**

Rockwell hardness (HRC) studies have been accomplished on samples cut from sheets of metastable- β -titanium alloy VT47 after isothermal exposures (ageing) upon a wide range of temperatures and exposure durations. A diagram and C-shaped alloy hardness curves have been plotted, and a comparative assessment of hardness values with a microstructure was carried out. It has been established that VT47 alloy is hardened significantly (≥ 40 HRC) by ageing in the temperature range of 400–500°C. The temperature range of 450–500°C can be considered to be the most rational from the standpoint of achievable hardness values and required ageing times.

Keywords: metastable- β -titanium alloys, VT47, heat treatment, diagram, hardness, microstructure.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal State Unitary Enterprise «All-Russian Scientific Research Institute of Aviation Materials» State Research Center of the Russian Federation]; e-mail: admin@viam.ru

²Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования Московский государственный технический университет им. Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет) [Bauman Moscow State Technical University (National Research University of Technology)]; e-mail: bauman@bmstu.ru

Введение

В мировой практике псевдо- β -титановые сплавы нашли свое применение не только в авиакосмической отрасли, но и в нефте- и газодобывающей отраслях, а также в автомобильной промышленности [1–3].

Как известно, технологические параметры термической обработки тесно взаимосвязаны со структурно-фазовым составом, морфологией структурных составляющих и механическими свойствами (в том числе и твердостью) титановых сплавов [4–6].

Для титановых сплавов псевдо- β -класса характерен значительный эффект термического упрочнения, что во многом обуславливает их применение в первую очередь в термически упрочненном состоянии. Таким образом, вопросы повышения уровня прочностных характеристик являются одними из ключевых для успешного расширения области применения псевдо- β -титановых сплавов.

В связи с вышеизложенным проведение исследований процесса протекания распада метастабильной β -фазы при старении и его влияния на механические свойства нового псевдо- β -титанового сплава BT47, легированного иттрием, является актуальным и востребованным.

Работа выполнена в рамках реализации комплексной научной проблемы 9.2. «Материалы на основе титана с регламентированной β -структурой» («Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года») [7].

Материалы и методы

Исследования проведены на образцах, вырезанных из холоднокатаных листов, толщиной 2,3 мм из нового высокопрочного высокотехнологичного псевдо- β -титанового сплава марки BT47 системы легирования Ti–Al–Mo–V–Cr–Fe с микродобавками иттрия [8–12].

Термическую обработку заготовок проводили в камерной печи сопротивления с каменной изоляцией типа Nabertherm LH60/40 в среде воздуха.

Образцы для металлографических исследований изготовлены по стандартной методике, травление для выявления тонких элементов структуры проводили в водном растворе смеси плавиковой и азотной кислот (2,5 мл HF+5мл HNO₃+92,5 мл H₂O).

Исследования микроструктуры образцов проводили в соответствии с требованиями производственной инструкции ПИ 1.2.785–2009 на металлографическом микроскопе Olympus GX51 с цифровым приемником изображения.

Измерение твердости по Роквеллу (HRC) проводили в соответствии с требованиями ГОСТ 9013–59. Среднее значение твердости определяли по 5 отпечаткам.

Результаты и обсуждение

Обобщая результаты многих исследований [13–16] в области фазовых превращений титановых сплавов различных систем легирования, схема превращения метастабильных β - и ω -фаз при старении или изотермической выдержке в сплавах с переходными элементами имеет следующий вид: $\beta \rightarrow \beta + \omega \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha + \text{TiX}$ [1, 11].

Согласно одной из классификаций диаграмм изотермических превращений, происходящих в титановых сплавах, высоколегированным псевдо- β - и β -сплавам соответствуют диаграммы VI–IX типов (рис. 1) [11].

В титановых сплавах, легированных β -стабилизаторами в количестве, превышающем третью критическую концентрацию ($C > C_{\text{кр}}^{\text{III}}$), изотермическое превращение β -фазы при температурах ниже t_{A3} протекает по диффузионному механизму. При более низких температурах возможно протекание превращения по промежуточному механизму. На диаграмме вышеуказанные превращения описываются одной парой линий распада β -фазы (для диаграмм VII и IX типов) или двумя парами линий начала и конца

диффузионного и промежуточного превращений (для диаграмм VI и VIII типа). При определенной общей степени легирования сплава и содержания в нем конкретных легирующих элементов возможно протекание изотермического $\beta \rightarrow \omega$ превращения (см. диаграммы VII и VIII типов).

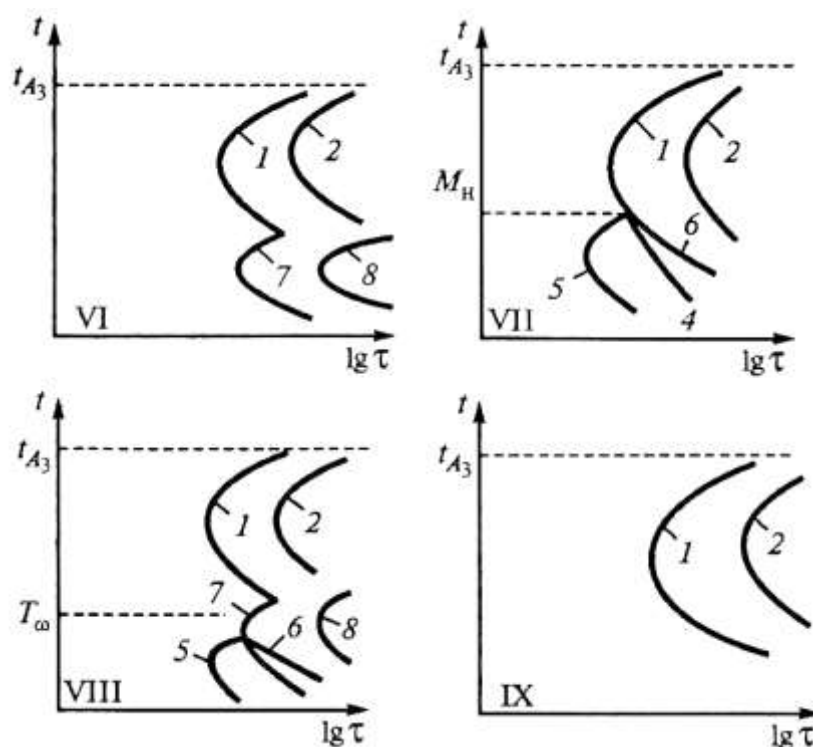


Рис. 1. Схемы диаграмм изотермических превращений в высоколегированных титановых сплавах:

1 и 2 – линии начала и конца распада β -фазы по схеме $\beta \rightarrow \alpha$; 4 – линия конца распада мартенсита; 5 и 6 – линии, ограничивающие область существования ω -фазы; 7 и 8 – линии начала и конца распада β -фазы по схеме $\beta \rightarrow \alpha_n$ [11]

Более подробно и полно происходящие в процессе изотермических выдержек диффузионное и промежуточное превращения можно описать с использованием схемы, приведенной на рис. 2.

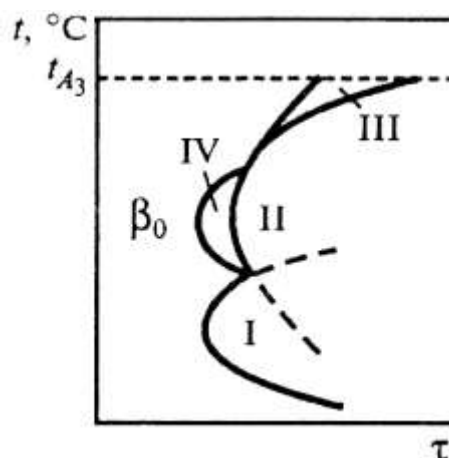


Рис. 2. Схематическая диаграмма распада метастабильной β -фазы в высоколегированных сплавах [11]

Для распада при низких температурах (область I) характерно большое число мест зарождения новой фазы и в условиях заторможенной диффузии частицы выделяются по промежуточному механизму, равномерно и гомогенно по всему объему зерен [17]. Как указано ранее, тип выделяющихся частиц (α или ω) зависит от химического состава и степени легирования сплава, а также от температурно-временных условий изотермической выдержки [18–20].

С повышением температуры выдержки механизм зарождения частиц α -фазы меняется и становится в большей степени гетерогенным. Так, при промежуточных температурах изотермической обработки зарождение новых частиц идет преимущественно по дислокациям и дефектам упаковки (область II) [21], а при температурах вблизи полиморфного превращения – на границах зерен и субзерен (область III) [22, 23]. Иногда расслоение β -твердого раствора ($\beta \rightarrow \beta + \beta'$) предшествует гетерогенному выделению частиц α -фазы (область IV) [13].

В отличие от α -фазы образование частиц ω -фазы происходит преимущественно гомогенно [14]. Как известно, зарождение α -фазы – многостадийный процесс, и осуществляется он сдвиговым путем, а процесс роста частиц – диффузионным. Отмечено, что расслоение β -фазы тормозит гетерогенное зарождение пластин α -фазы и активизирует гомогенный механизм зарождения ω - и α -фаз.

Необходимо также отметить, что на процессы распада метастабильной β -фазы при изотермической обработке оказывает влияние содержание примесей внедрения (кислорода, азота и углерода) в сплаве и проведение на полуфабрикатах предварительной пластической деформации.

Таким образом, исходя из представленных сведений видно, что на процессы распада метастабильного β -твердого раствора, включая особенности механизма зарождения и роста частиц вторичных фаз, оказывает влияние значительный перечень факторов. В том числе известно, что кинетика выделения вторичной α -фазы при старении, объем и морфология ее частиц в значительной степени зависят от химического состава исследуемого сплава.

В настоящее время для ряда отечественных и зарубежных псевдо- β -титановых сплавов построены *C*-образные кривые [13]. Однако с учетом особенностей легирования сплава ВТ47 (использование в составе иттрия) и практически полного отсутствия данных по структурно-фазовым превращениям высоколегированных иттрийсодержащих титановых сплавов в открытых источниках, существует реальная потребность в проведении исследований, направленных на уточнение особенностей протекания в сплаве ВТ47 структурно-фазовых превращений в процессе изотермических выдержек и степень их влияния на механические свойства.

В данной статье представлены результаты исследования твердости по Роквеллу (HRC) после изотермических выдержек, как характеристики, коррелирующей с уровнем прочностных свойств [24], построены *C*-образные кривые твердости и дано сопоставление значений твердости с микроструктурой.

Для получения наиболее однородного исходного структурно-фазового состояния все образцы перед старением (изотермическими выдержками) были закалены на β -фазу с температуры выше полиморфного превращения. В дальнейшем проведена изотермическая выдержка в широком диапазоне времени и температур по режимам, представленным в таблице.

Построенные для более наглядного отображения полученных результатов диаграмма и *C*-образные кривые твердости приведены на рис. 3 и 4.

Температурно-временные параметры старения образцов из высокопрочного сплава ВТ47 и средние округленные значения твердости по Роквеллу (HRC)

Температура выдержки, °С	Значения твердости после старения образцов при выдержке в течение									
	10 мин (6·10 ² с)	30 мин (1,8·10 ³ с)	1 ч (3,6·10 ³ с)	2 ч (7,2·10 ³ с)	4 ч (1,4·10 ⁴ с)	8 ч (2,9·10 ⁴ с)	16 ч (5,8·10 ⁴ с)	32 ч (1,2·10 ⁵ с)	64 ч (2,3·10 ⁵ с)	128 ч (4,6·10 ⁵ с)
Закаленное состояние	27,0									
650	27,0	–	26,0	–	26,5	–	26,0	–	25,5	–
550	25,0	25,5	25,5	27,5	31,0	34,0	34,5	34,5	–	–
500	24,0	27,0	26,0	27,5	39,0	40,0	40,5	41,5	–	–
450	26,0	27,0	26,0	28,5	29,0	41,5	43,0	43,5	43,5	–
400	–	26,0	26,5	26,5	25,0	25,5	28,0	32,5	46,0	47,5
350	–	–	25,5	26,5	26,0	27,0	26,5	28,0	37,0	37,0

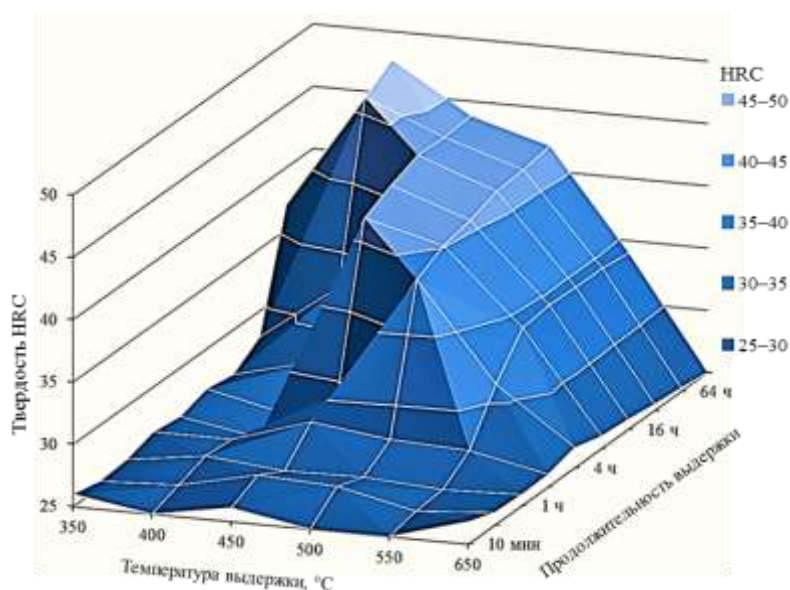


Рис. 3. Диаграмма твердости по Роквеллу сплава ВТ47 в зависимости от параметров старения

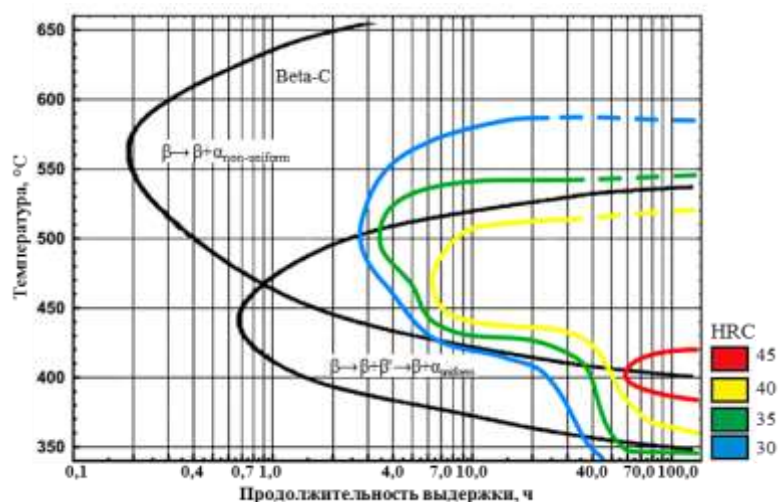


Рис. 4. С-образные кривые твердости по Роквеллу для сплава ВТ47 (цветные линии) с наложением С-образных кривых фазовых превращений сплава-аналога, близкого по химическому составу, марки Ti 38-6-44 (Beta-C) [25] (пунктирными линиями обозначены прогнозные (экстраполируемые) данные)

Анализ *S*-образных кривых твердости листов из сплава ВТ47 показал, что заметное повышение уровня твердости (по сравнению с закаленным состоянием) в процессе изотермической выдержки происходит практически во всем интервале исследованных температур (от 350 до 550°C), за исключением температуры 650°C.

Условно для процесса изменения механических свойств, в данном случае твердости, можно (по аналогии со структурными изменениями) определить «инкубационный период». В рамках данного исследования это значимое повышение твердости (по сравнению с закаленным состоянием), превышающее разброс значений твердости по образцу, в том числе обусловленный характеристиками исследовательского оборудования. Таким образом, «инкубационный период» повышения твердости до значений ~ (28–30) НRC для сплава ВТ47 при старении составляет (см. таблицу):

Температура, °С	350	400	450	500	550	650
Продолжительность выдержки, ч	~32	~16	~2	~(2–4)	~4	Не наблюдается

Старение (изотермическая выдержка) при температуре 650°C не приводит к значимым изменениям твердости, а с увеличением продолжительности выдержки до 64 ч отмечается тенденция к ее незначительному снижению. Микроструктура сплава ВТ47 после старения при данной температуре представлена исходными β-зернами с «оторочкой» из α-фазы, относительная доля которой и толщина «оторочки» увеличиваются с увеличением длительности старения (рис. 5). При этом доля внутризеренной α-фазы очень невелика. Наблюдаемая морфология в значительной степени определяет низкий уровень твердости по Роквеллу.

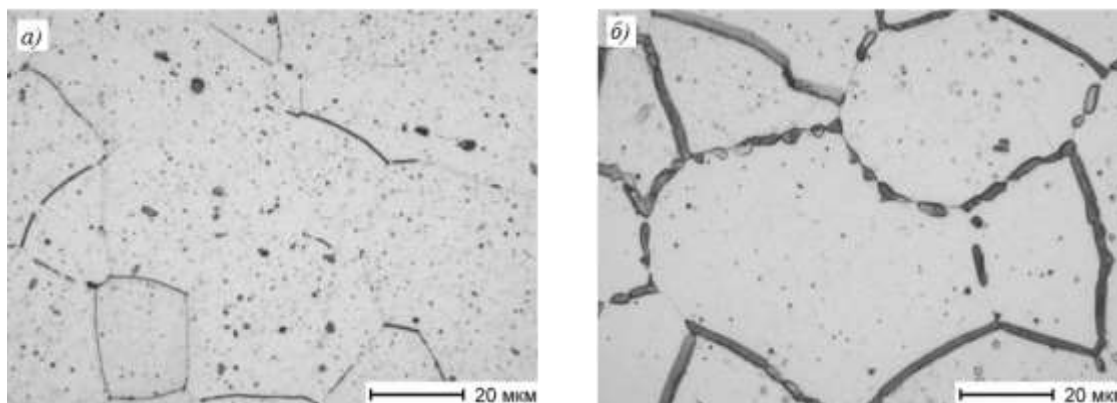


Рис. 5. Микроструктура ($\times 1000$) сплава ВТ47 после старения при температуре 650°C [2] при продолжительности выдержки 0,17 (а) и 64 ч (б)

Снижение температуры выдержки до 550°C приводит к изменению преимущественной морфологии выделений вторичной α-фазы и увеличению их относительной доли в структуре сплава, что оказывает заметное влияние на твердость (рис. 6, а). Увеличение твердости при данной температуре происходит уже после 4 ч выдержки и достигает наиболее высокого уровня значений после 8 ч выдержки.

Кинетика процесса выделения вторичной α-фазы при 500°C характеризуется еще большей интенсивностью, что подтверждается сравнением микроструктуры после старения при 500 и 550°C (рис. 6, а, в). В диапазоне 2–4 ч изотермической выдержки происходит интенсивное выделение частиц α-фазы как по границам, так и в объеме зерен (рис. 6, б, в), при этом твердость достигает практически максимального уровня значений и в дальнейшем при продолжении термической обработки практически не увеличивается.

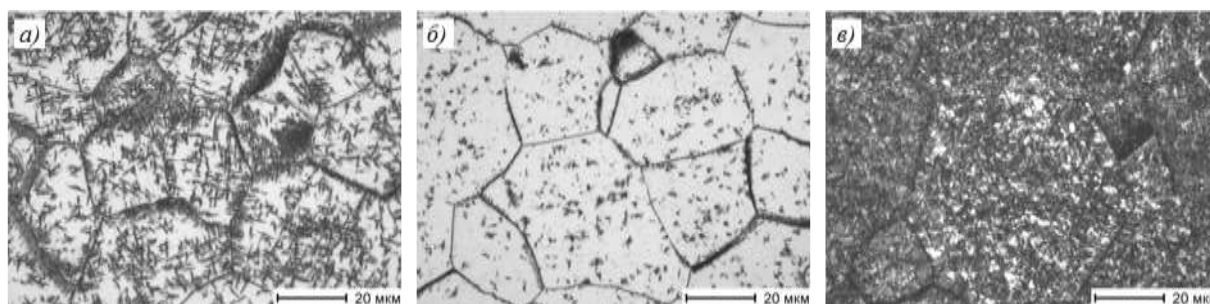


Рис. 6. Микроструктура ($\times 1000$) сплава ВТ47 после старения при температурах 550 (а) и 500°C (б, в) при продолжительности выдержки 2 (б) и 4 ч (а, в) [26]

При температуре термической обработки 450°C диапазон наиболее интенсивного набора уровня твердости смещен в сторону более длительных выдержек (4–8 ч). Следует отметить, что при выдержках более 8 ч значения твердости такие же высокие, как и после старения при 500°C. Таким образом, наиболее высокий уровень твердости за время старения, рациональное с позиции технико-экономических характеристик, можно обеспечить только при температурах в диапазоне 450–500°C. Структура сплава ВТ47 после режимов термической обработки в данном температурном диапазоне, обеспечивающих одинаковый уровень твердости, при анализе методом оптической микроскопии не имеет принципиальных отличий.

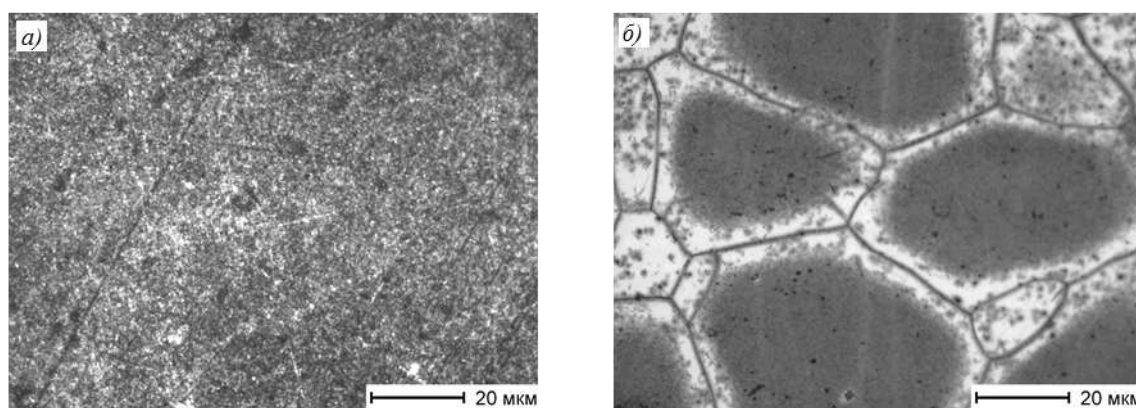


Рис. 7. Микроструктура ($\times 1000$) сплава ВТ47 после старения при температурах 400 (а) и 350°C (б) и выдержке 128 ч [26]

Интенсивность и скорость процессов выделения вторичной α -фазы при дальнейшем снижении температуры выдержки существенно снижается. Так, заметное увеличение твердости при температуре 400°C происходит лишь в диапазоне 16–32 ч и лишь длительное старение в течение 64–128 ч позволяет обеспечить высокий уровень твердости. Следует отметить, что наибольшее значение твердости сплава ВТ47 в рамках данного исследования получено после изотермической выдержки при 400°C в течение 128 ч и составило 47,5 НРС. Такое высокое значение, вероятно, обусловлено большой объемной долей чрезвычайно мелкодисперсных вторичных выделений α -фазы, образовавшихся в процессе длительного низкотемпературного старения (рис. 7, а).

При температуре 350°C процессы выделения α -фазы и, соответственно, увеличение твердости сплава проходят более медленно. Временной интервал наиболее интенсивного роста твердости смещается к диапазону 32–64 ч и при дальнейшем увеличении продолжительности выдержки повышения твердости не происходит. Структура сплава после длительной термической обработки при низких температурах, как показали ранее

проведенные исследования [26], характеризуется значительной неоднородностью, а вторичные выделения преимущественно сконцентрированы в центральной части первичного β -зерна (рис. 7, б).

Заключения

1. Исследованы микроструктура и твердость образцов, вырезанных из листов псевдо- β -титанового сплава ВТ47 после изотермических выдержек (старения) в температурном интервале от 350 до 650°C и продолжительности выдержки от 10 мин до 128 ч.

2. На основании полученных данных построены диаграмма и *S*-образные кривые изменения твердости сплава ВТ47, а также проведено сопоставление кривых изменения твердости с диаграммой «время–температура–фазовые превращения» для одного из наиболее близких сплавов-аналогов.

3. Установлено, что при изотермической выдержке при температуре 650°C не происходит значимых изменений твердости во всем исследованном временном интервале старения, что обуславливается морфологией и количеством выделений вторичной α -фазы. Выдержка при более низких температурах приводит к существенному росту значений твердости вследствие увеличения количества вторичной α -фазы и изменения морфологии ее выделения.

4. Установлено, что наибольшие (≥ 45) значения твердости по Роквеллу достигаются при длительном (64–128 ч) старении при температуре 400°C. Высокий уровень твердости (≥ 40) может быть также достигнут старением в интервале температур 450–500°C при выдержке более 8 ч.

ЛИТЕРАТУРА

1. Titanium and titanium alloys. Fundamentals and applications / ed. C. Leyens, M. Peters. Wiley–VCH, 2003. 513 p.
2. Nyakana S.L., Fanning J.C., Boyer R.R. Quick Reference Guide for β Titanium Alloys in the 00s // Journal of Materials Engineering and Performance. 2005. Vol. 14 (6). P. 799–811.
3. Boyer R.R., Briggs R.D. The Use of β Titanium Alloys in the Aerospace Industry // Journal of Materials Engineering and Performance. 2005. Vol. 14 (6). P. 681–685.
4. Каблов Е.Н., Ночовная Н.А., Грибков Ю.А., Ширяев А.А. Разработка высокопрочного титанового псевдо- β -сплава и технологий получения полуфабрикатов из него // Вопросы материаловедения. 2016. №3 (87). С. 23–31.
5. Ильин А.А., Скворцова С.В., Дзунович Д.А., Панин П.В., Шалин А.В. Влияние параметров термической и термомеханической обработки на текстурообразование в листовых полуфабрикатах из титановых сплавов // Технология машиностроения. 2012. №8. С. 8–12.
6. Ночовная Н.А., Панин П.В., Алексеев Е.Б., Новак А.В. Закономерности формирования структурно-фазового состояния сплавов на основе орто- и гамма-алюминидов титана в процессе термомеханической обработки // Вестник Российского фонда фундаментальных исследований. 2015. №1 (85). С. 18–26.
7. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. №1 (34). С. 3–33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33.
8. Высокопрочный сплав на основе титана и изделие, выполненное из высокопрочного сплава на основе титана: пат. 2569285 Рос. Федерация. №2014153690/02; заявл. 29.12.14; опубл. 20.11.15.
9. Ночовная Н.А., Ширяев А.А., Дзунович Д.А., Панин П.В. Исследование химического состава крупногабаритного опытно-промышленного слитка из нового высоколегированного псевдо- β -титанового сплава ВТ47 // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. №1 (61).

- Ст. 06. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-1-6-6.
10. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Вершков А.В. Редкие металлы и редкоземельные элементы – материалы современных и будущих высоких технологий // *Авиационные материалы и технологии*. 2013. №2. С. 3–10.
 11. Ширяев А.А., Анташев В.Г. Особенности разработки высокопрочного самозакаливающегося высокотехнологичного псевдо- β -титанового сплава // *Авиационные материалы и технологии*. 2014. №4. С. 23–30. DOI: 10.18577/2071-9140-2014-0-4-23-30.
 12. Скупов А.А., Пантелеев М.Д., Иода Е.Н., Мовенко Д.А. Эффективность применения редкоземельных металлов для легирования присадочных материалов // *Авиационные материалы и технологии*. 2017. №3 (48). С. 14–19. DOI: 10.18577/2071-9140-2017-0-3-14-19.
 13. Лясоцкая В.С. Термическая обработка сварных соединений титановых сплавов. М.: Экомет, 2003. 352 с.
 14. Dehghan-Manshadi A., Dippenaar R.J. Development of α -phase morphologies during low temperature isothermal heat treatment of a Ti–5Al–5Mo–5V–3Cr alloy // *Material Science and Engineering A*. 2011. Vol. 528. P. 1833–1839.
 15. Тетюхин В.В., Грибков Ю.А., Модер Н.И., Водолазский В.Ф. Исследование структурных и фазовых превращений в сплаве ВТ35 при изготовлении тонких листов // *Титан*. 1996. №1 (9). С. 25–29.
 16. Furuhashi T., Maki T., Makino T. Microstructure control by thermomechanical processing in β -Ti–15–3 alloy // *Journal of Materials Processing Technology*. 2001. Vol. 117. P. 318–323.
 17. Martin B., Samimi P., Collins P. Engineered, spatially varying isothermal holds: enabling combinatorial studies of temperature effects, as applied to metastable titanium alloy β -21S // *Metallography, Microstructure, and Analysis*. 2017. No. 6. P. 216–220.
 18. Terlinde G., Fischer G. Beta titanium alloys // *Proceedings of 8th World Conference on Titanium «Titanium 95: Science and technology»*. The Institute of Materials, UK. 1996. P. 2177–2194.
 19. Zhanal P., Harcuba P., Hajek J. et al. Evolution of ω phase during heating of metastable β titanium alloy Ti–15Mo // *Journal of Material Science*. 2018. Vol. 53. P. 837–845.
 20. Ivasishin O.M., Markovsky P.E., Matviychuk Yu.V., Semiatin S.L. Precipitation and recrystallization behavior of beta titanium alloys during continuous heat treatment // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2003. Vol. 34A. P. 147–158.
 21. Furuhashi T. Role of defects on microstructure of beta titanium alloys // *Metals and Materials*. 2000. Vol. 6. No. 3. P. 221–224.
 22. Clement N., Lenain A., Jacques P.J. Mechanical property optimization via microstructural control of new metastable beta titanium alloys // *JOM*. 2007. Vol. 1. P. 50–53.
 23. Zhou Z., Fei Y., Lai M. et al. Microstructure and mechanical properties of new metastable β type titanium alloy // *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*. 2010. Vol. 20. P. 2253–2258.
 24. Новак А.В., Алексеев Е.Б., Иванов В.И., Дзунович Д.А. Изучение влияния параметров закалки на структуру и твердость интерметаллидного титанового орто-сплава ВТИ-4 // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2018. №2 (62). Ст. 05. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 18.06.2019). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-2-5-5.
 25. Schmidt P., El-Chaikh A., Christ H.-J. Effect of Duplex Aging on the Initiation and Propagation of Fatigue Cracks in the Solute-rich Metastable β Titanium Alloy Ti 38-6-44 // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2011. Vol. 42A. P. 2652–2667.
 26. Ширяев А.А., Ночовная Н.А. Исследование формирования структуры в процессе старения высокопрочного псевдо- β титанового сплава ВТ47 // *Металлург*. 2019. №9. С. 76–84.