

## Структура та властивості спечених титанових заготовок, отриманих з використанням $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ фазового переходу

П. І. Лобода, доктор технічних наук, професор  
Є. Г. Биба, М. О. Сисоєв

Національний технічний університет України «КПІ», Київ

*Встановлено вплив термоцикування на активацію процесу ущільнення при спіканні титанових пресовок. Підвищення температури спікання, часу витримки та кількості циклів активує процес ущільнення та зменшення кількості та розміру пор, зміцнення міжчастинних контактів і матеріалу пресовки в цілому. При підвищенні часу ізотермічної витримки та збільшенні кількості циклів спікання зерна стають більш витягнутими і їх розмір збільшується в 2 – 3 рази.*

Фазове перетворення в титані, що проходить при температурі 880 °С за механізмом зсуву у відповідності з орієнтаційними співвідношеннями Бюргерса, характеризується незначним об'ємним ефектом. Зміна об'єму при  $\beta \rightarrow \alpha$  перетворенні, що супроводжується перебудовою високотемпературної  $\beta$ -фази з ОЦК ґраткою в низькотемпературну  $\alpha$ -модифікацію з ГЦУ ґраткою, складає 0,17 % [1]. Внутрішні напруження, що виникають в титані в процесі фазового перетворення мають значення порядку 30 МПа, що складає приблизно десяту частину від напружень розрахованих для  $\gamma \rightarrow \alpha$  перетворення в залізі [1, 2]. Експериментально встановлено, що незначні напруження, які виникають в чистому, нелегованому титані при  $\alpha \rightarrow \beta$  перетворенні сприяють росту крупних зерен в області існування високотемпературної  $\beta$ -фази [3, 4]. Однак в промислових титанових сплавах спостерігаються більш значні об'ємні ефекти і мікронапруження, які залежать від хімічного складу фаз і режимів термічної обробки. Так в роботі [5] показано, що максимальні мікронапруження, виникаючі при нагріванні в загартованих сплавах ВТ23 та ВТ22, складають 320 і 430 МПа відповідно. В роботах [6, 7] описані мікроструктурні напруження термічної анізотропії на границях зерен  $\alpha$ -фази при теплозмінах в титанових заготовках. Крім того, показаний суттєвий вплив вакансій та інших дефектів в процесі поліморфного  $\alpha \rightarrow \beta$  перетворення.

Напруження, що виникають внаслідок фазового переходу можуть підвищувати рушійну силу спікання, тим самим інтенсифікуючи процес ущільнення пресовки. Для виявлення впливу напружень, що виникають при фазовому переході, на активацію процесів спікання вивчено спікання пресовок із порошку гідриду титана в умовах термоцикування.

Як вихідний застосовувався порошок гідриду титану, отриманий наводненням титанової губки. Порошок гідриду титану мав кристалічну структуру ГЦК ґратки з вмістом водню 4 % (мас. частка). В вихідному стані порошок є неоднорідним за гранулометричним складом. Розмір частинок порошку змінювався в межах від 100 мкм до декількох сотень мікрометрів. Тому спершу проводили розмол порошку в титановому планетарному млині з використанням твердосплавних кульок (ТН – 30) в середовищі етилового спирту протягом 5 хвилин. Після подрібнення за допомогою ситового аналізу

відділяли та досліджували фракцію порошку < 50 мкм. Методом растрової електронної мікроскопії встановлено, що частинки порошку гідриду титану мали осколчасту форму і були полідисперсні.

Формування пресовок проводили в сталевих розбірних пресформах. На основі експериментальних даних визначено оптимальний тиск пресування (300 МПа), при якому зразки мають мінімальну пористість (~ 35 %) і здатні зберігати свою форму при вилученні з пресформи без руйнування.

Мікроструктуру спечених пресовок контролювали за допомогою оптичного мікроскопу NEOPHOT – 21. Твердість визначали за методом Роквела по шкалі В з використанням сталеві кульки. Механічні випробування зразків проводились на установці “INSTRON”. Термообробка спресованих заготовок складалася з двох послідовних стадій: дегідрування і спікання. Пресовки нагрівали в електронно-променевої установці “ЭЛА – 6” в режимі термоцикування в температурному інтервалі поліморфного перетворення (880 °С). Вивчали вплив температури, часу та кількості циклів нагрівання–охолодження під час спікання на структуру та механічні властивості спечених пресовок. Спікання проводили при температурах 1200 °С та 1350 °С, з часом витримки 90 с та 180 с, кількість циклів змінювали від 1 до 4, кожен цикл спікання складався з нагрівання пресовок до температури спікання зі швидкістю 5,5 град/с, витримки та охолодження зі швидкістю 21 град/с до температури 700 °С.

На рис. 1, I зображено мікроструктуру титанових пресовок, спечених при температурі 1200 °С та часі витримки 90 с з різною кількістю циклів. При проходженні одного циклу спікання спостерігається пластинчаста зеренна структура, зерна довжиною 30 мкм та шириною 6 мкм, з невеликою кількістю глобулярних зерен діаметром 8 – 10 мкм (рис. 1, I а). З підвищенням кількості циклів спікання кількість глобулярних зерен збільшується, в свою чергу пластинчасті зерна стають менші за довжиною (до 20 мкм) та шириною (до 10 мкм) і округлюються (рис. 1, I б – г), що пояснюється невисокою температурою спікання та збільшенням часу спікання з кожним наступним циклом. Зі збільшенням часу витримки вдвічі до 180 с тенденція змінюється (рис. 1, II).

При 1 циклі спікання (рис. 1, II а) структура складається майже з однакової кількості витягнутих зерен, довжиною до 30 мкм та шириною близько 6 мкм, та глобулярних діаметром 8 – 10 мкм. При збільшенні кількості циклів нагрівання – охолодження, глобулярних зерен стає значно менше, а пластинчасті зерна збільшуються в розмірах. Після 4 циклів спікання ширина пластинчастого зерна становить в середньому 8 мкм, а довжина складає приблизно 45 мкм (рис. 1, II г). Тобто при збільшенні часу витримки та кількості циклів нагрівання–охолодження під час спікання структура отриманих пресовок буде переважно пластинчастою з вдвічі більшим розміром зерен. Оскільки процес росту зерна, як і процес спікання пористої пресовки, відбувається внаслідок дифузії атомів титану, то можна стверджувати, що термоцикування суттєво активує процес ущільнення під час спікання, що задовільно узгоджується зі зменшенням пористості пресовок за порівняно короткий час ізотермічної витримки (1,5 – 3,0 хв). При збільшенні температури спікання до 1350 °С (рис. 2, I, II), спостерігається аналогічна залежність, проте розмір пластинчастих зерен збільшується на 10 – 15 мкм, а розмір глобулярних зерен складає в середньому 5 мкм. При спіканні пресовки протягом чотирьох циклів з часом витримки 180 с (рис. 2, II г) структура складається переважно з пластинчастих зерен довжиною 60 – 70 мкм та шириною 6 мкм.

Підвищення температури спікання, часу витримки та кількості циклів буде сприяти утворенню крупнопластинчастої структури з незначним вмістом глобулярних зерен. По мірі збільшення всіх вище згаданих параметрів пористість зразків знижується, що пов'язано зі збільшенням температури та часу спікання (рис. 3 а).

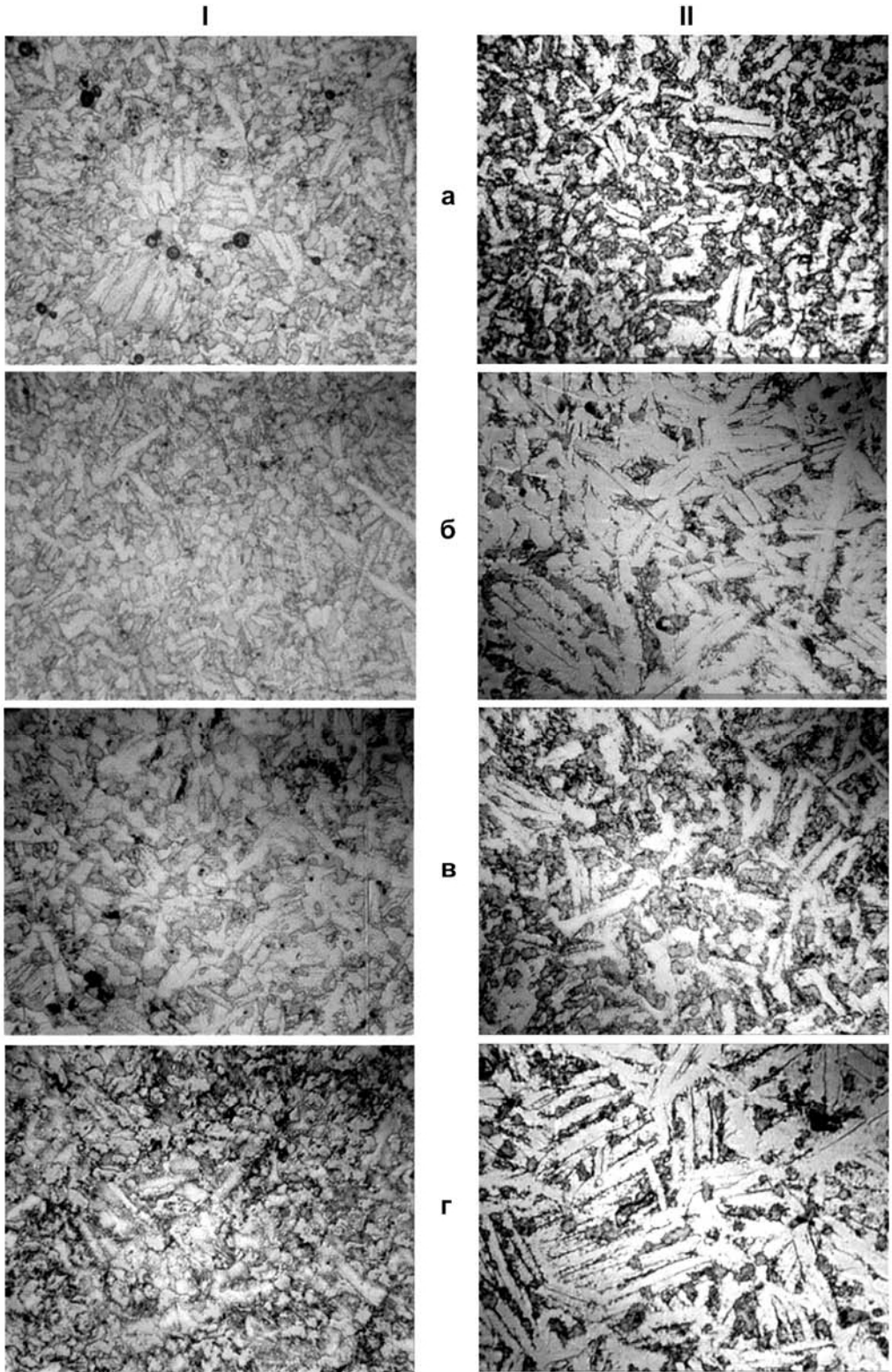


Рис. 1. Мікроструктура пресовок, спечених при температурі 1200 °С протягом 90 с за один (а), два (б), три (в) та чотири (г) цикли нагрівання – охолодження. I – час спікання 90 с, II – час спікання 180 с. х 630.

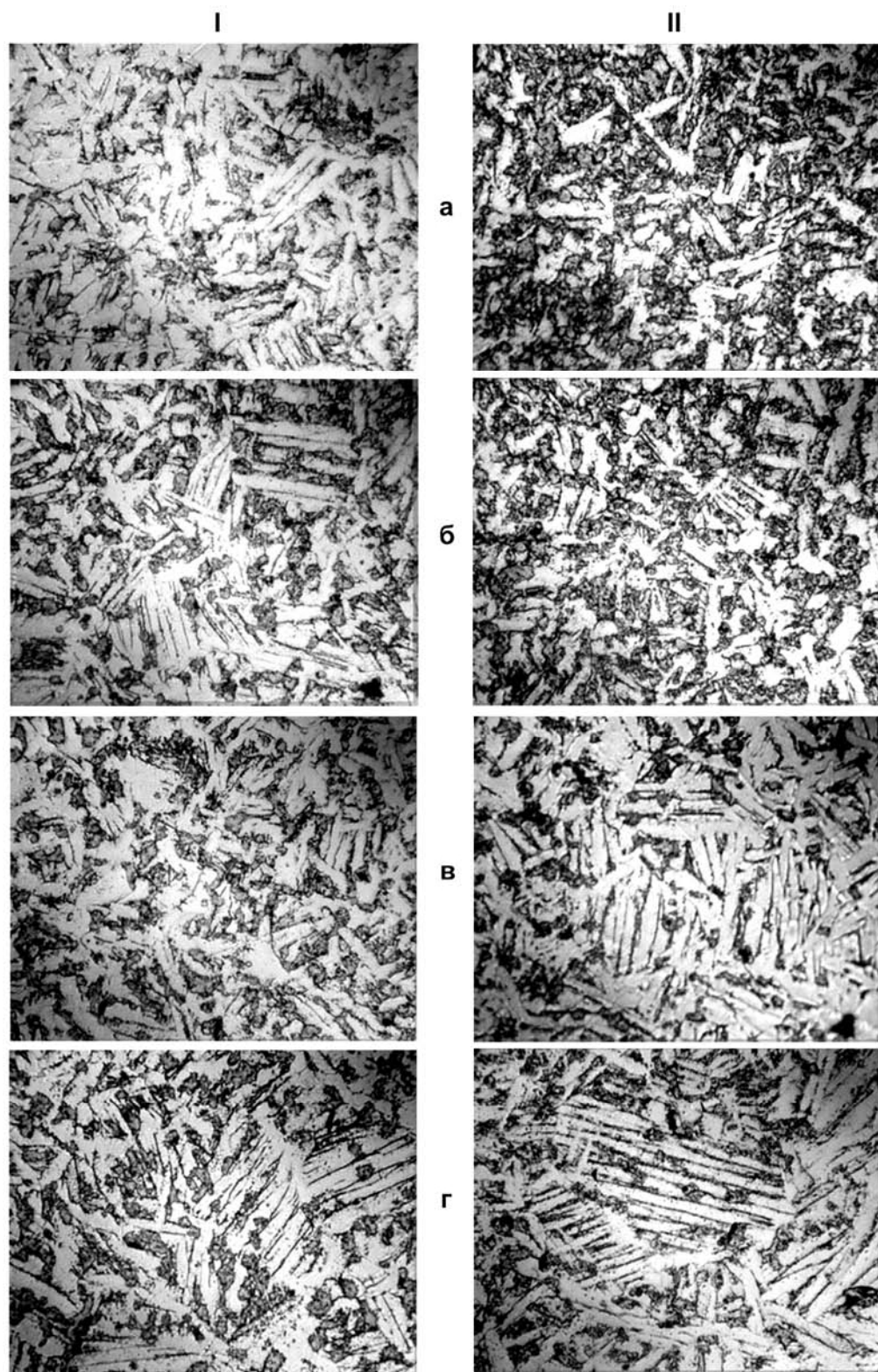


Рис. 2. Мікроструктура пресовок, спечених при температурі 1350 °С за один (а), два (б), три (в) та чотири (г) цикли нагрівання – охолодження. I – час спікання 90 с, II – час спікання 180 с. х 630.

## Термічна та хіміко-термічна обробка

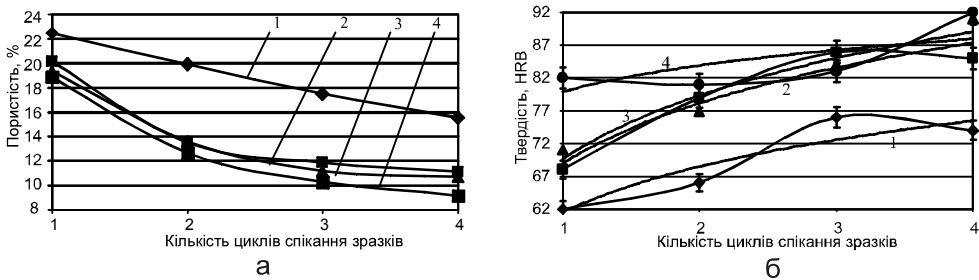


Рис. 3. Вплив термоцикування на зміну пористості (а) та твердості (б) пресовок титану. Електронно-променеове спікання при температурі 1200 °С (ізотермічна витримка 90 с (1) і 180 с (2)) та температурі 1350 °С (ізотермічна витримка 90 с (3) і 180 с (4)).

Зі зменшенням пористості пресовки стають більш міцними (рис. 3 б), зростає твердість матеріалу пресовки. Причому величина твердості змінюється в залежності від форми та розмірів зерен. Найвищу твердість (92 HRB) має пресовка, спечена при температурі 1350 °С, часі витримки 180 с та 4 циклах спікання. Структура складається переважно з витягнутих пластинчастих зерен довжиною 60 – 70 мкм та шириною 6 мкм, які протидіють заглибленню індентора у вигляді металевої кульки в матрицю. Для чистого компактного полікристалічного титану твердість коливається в діапазоні 70 – 80 HRB.

Зразки для випробувань на розтяг готували згідно ГОСТ 18227-98 двобічним пресуванням з наступним спіканням. При пресуванні зразків на механічні випробування пластифікатор не застосовували, після спікання зразки не піддавали механічній обробці. Встановлено, що найбільші значення міцності досягаються під час спікання при температурі 1350 °С та 2 циклах нагрівання–охолодження, що задовільно узгоджується з мінімальною величиною пористості та розміром зерен титану з переважно пластинчастою структурою.

Окрім того фрактографічним аналізом поверхонь зламів спечених титанових пресовок встановлено, що при температурі спікання 1200 °С та 2 циклах нагрівання – охолодження під час спікання (рис. 4 а) поверхня зламу представляє собою глибокі западини та виступи, на вершинах виступів спостерігається переважно в'язкий характер руйнування, на схилах між виступами та западиною формується гладенька поверхня внаслідок крихкого транскристалітного відколу. Ділянки в'язкого руйнування розташовані під різними кутами. Наявна псевдопластичність зумовлена структурною деформацією каркасу і частинок порошку. Конгломеровані частинки спеченого порошку входять в зчеплення чисто механічно, причому змінюється напружено-деформівний стан окремих ділянок та вид їх локального навантаження, що і призводить до псевдопластичної поведінки тіла в цілому. Також в даному випадку на міцність впливає пористість зразка.

При збільшенні кількості циклів спікання (рис. 4 б) в структурі зламу переважає в'язкий інтеркристалітний злам ямочного типу, проте присутня область, в якій наявна площина конгломерату, і в даній мікрообласті слідів руйнування не виявлено. Дана область відіграє роль концентратора напружень. Також на невисокі значення межі міцності (таблиця) впливає залишкова пористість. Тобто даної температури і часу не достатньо для повного проходження процесу спікання та отримання безпористих достатньо міцних зразків.

При підвищенні температури спікання до 1350 °С (рис. 4 в) пористість пресовки зменшується, міцність підвищується. Характерний в'язкий інтеркристалітний злам ямочного типу, але спостерігаються і зони транскристалітного крихкого зламу. Ці зони розташовані у вигляді великих комірок, тобто структура зламу схожа на матрицю з в'язким зломом з армуючими сотами, котрі руйнуються крихко, що задовільно

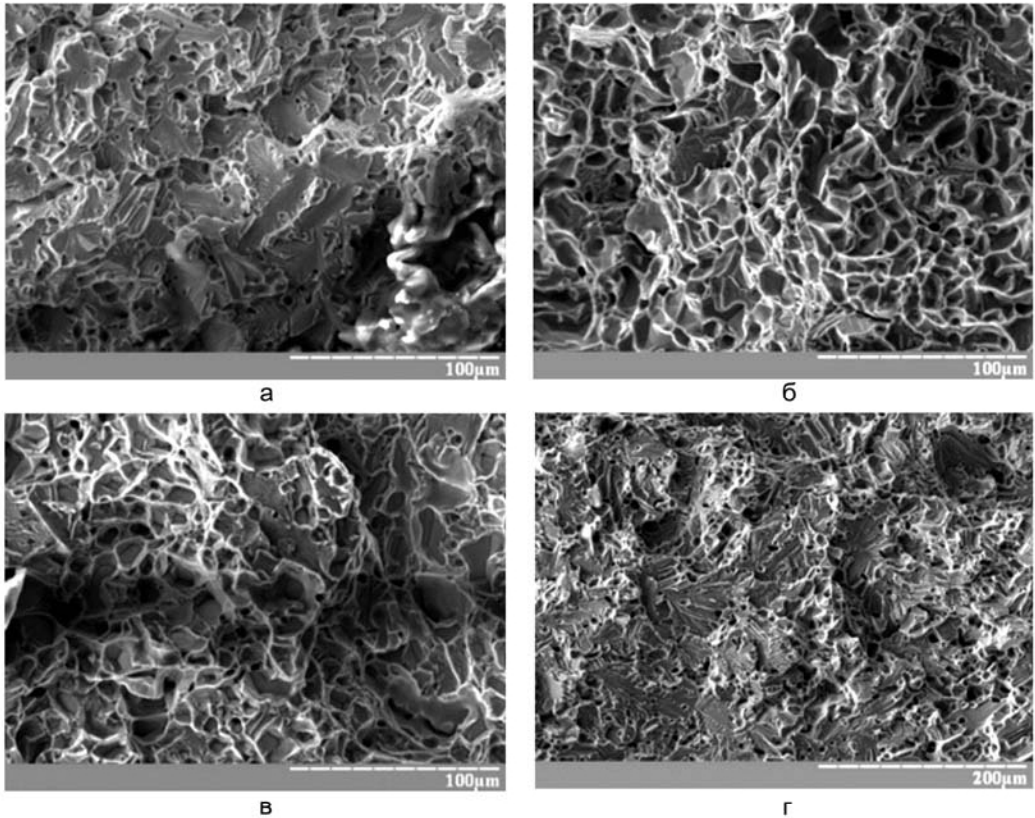


Рис. 4. Структура зламів титанових пресовок, спечених електронно-променевим методом в умовах термоцикування з часом витримки 180 с. а – 1200 °С, 2 цикли; б – 1200 °С, 4 цикли; в – 1350 °С, 2 цикли; г – 1350 °С, 4 цикли.

Механічні характеристики пресовок титану, спечених в умовах термоцикування

Режим термічної обробки	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_{в}$ , МПа
1 – ТЦО при 1200 °С, $\tau = 180$ с, 2 цикли	46,49	196,88
2 – ТЦО при 1200 °С, $\tau = 180$ с, 4 цикли	237,19	259,24
3 – ТЦО при 1350 °С, $\tau = 180$ с, 2 цикли	366,1	414,65
4 – ТЦО при 1350 °С, $\tau = 180$ с, 4 цикли	336,73	338,12

пояснюється найбільшим значенням межі міцності (таблиця). Це свідчить про формування міцних міжчастинних контактів, тобто процес спікання проходить повніше. При збільшенні кількості циклів спікання пресовки спостерігається в'язко- крихкий транскристалітний злам (рис. 4 г). Але відбувається зменшення межі міцності, що пов'язано зі збільшенням розміру зерен та їх видовженням. З підвищенням температури, часу та кількості циклів спікання зменшується пористість від 22 % до 9 %, що позитивно впливає на механічні властивості пресовок, проте все ж часу спікання не вистачає для отримання безпористих пресовок.

Структура спечених пресовок є пластинчасто-глобулярною, залежно від умов спікання (температури, часу, кількості циклів) в структурі переважають ті або інші

зерна. При температурі спікання 1350 °С і часі витримки 180 с, структура переважно волокниста з достатньо тонкими і витягнутими зернами, з незначним вмістом глобулярних зерен, що підвищує міцність і твердість пресовок, проте при досягненні розміру витягнутих зерен більше 40 мкм спостерігається зниження межі міцності.

Таким чином, вперше встановлено вплив термоциклування на активацію процесу ущільнення при спіканні титанових пресовок. Підвищення температури спікання, часу витримки та кількості циклів активує процес ущільнення та зменшення кількості та розміру пор, зміцнення міжчастинних контактів і матеріалу пресовки в цілому.

Формування зеренної структури проходить переважно за рахунок дифузійної коалісценції. Встановлено, що з підвищенням часу ізотермічної витримки та збільшенні кількості циклів спікання зерна стають більш витягнуті і їх розмір збільшується в 2 – 3 рази.

Показано, що величина міцності змінюється екстримально зі збільшенням кількості циклів та з підвищенням температури спікання, що задовільно узгоджується з монотонним зменшенням пористості та одночасним збільшенням середнього розміру зерен та ступеню коалісценції зерен, що може супроводжуватись накопиченням домішок на границях зерен, та зростанням крихкості спеченого матеріалу.

Застосування електронно-променевого нагрівання дозволяє реалізувати екстримально високі швидкості ущільнення пресовок з порошків гідриду титану і отримувати практично безпористі вироби при температурах на 200 – 250 °С нижчих, ніж в умовах радіаційного нагрівання, а також скоротити час спікання від декількох годин до декількох хвилин та зберегти більш дрібнозернисту мікроструктуру спеченого титану.

## Література

1. Садовский В.Д., Смирнов Л.В., Сорокин И.П. Исследование фазовой перекристаллизации в титане. // ФММ. – 1960. – 10, 3. – С. 397 – 403.
2. Коллингз Е.В. Физическое металловедение титановых сплавов. – М.: Металлургия, 1988. – 223 с.
3. Sugano M., Gilmore G.M. Rapid Grain Growth of Titanium. // Met. Trans. A. – 1979. – 10 A. – P. 1400 – 1401.
4. Борисова Е.А., Бочвар Г.А., Брук М.Я. Металлография титановых сплавов. – М.: Металлургия, 1980. – 463 с.
5. Ильин А.А., Коллеров М.Ю., Майстров В.М. Объемные изменения, происходящие в титановых сплавах при полиморфном превращении. // МиТОМ. – 1986. – № 1. – С. 52 – 56.
6. Скотникова М.А. Природа распада вакансионно-пересыщенных ОЦК кристаллов титана. // Структурные основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий. Сборник статей. – Обнинск: ОИАЭ, 1977.
7. Скотникова М.А. Микроструктурные напряжения термической анизотропии в титановых заготовках. // Инструмент. – 1996. – № 5. – С. 26.

Одержано 27.09.11

**П. И. Лобода, Е. Г. Быба, М. А. Сысоев**

### **Структура и свойства спеченных титановых заготовок, полученных с использованием $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ фазового перехода**

#### **Резюме**

Установлено влияние термоциклирования на активацию процесса уплотнения при спекании титановых пресовок. Повышение температуры спекания, времени выдержки и количества циклов активует процесс уплотнения и уменьшения количества и размера пор, укрепления межчастичных контактов и материала пресовки в целом. С увеличением времени изотермической

выдержки и количества циклов спекания зерна становятся более вытянутыми и их размер увеличивается в 2 – 3 раза.

P. I. Loboda, E. G. Byba, M. A. Susoev

The structure and properties of sintered titanium blanks obtained  
by using  $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$  phase transition

Summary

For the first time the influence of thermo cycling on the activation process of compaction during sintering of titanium blanks is established. Increasing sintering temperature, exposure time and number of cycles activate the process of compaction and reduce the number and size of pores, strengthening interparticle contacts and compress the material in general. It is found that with increasing time of isothermal exposure and increasing the number of cycles of sintering, grains become more elongated and their size increases by 2 – 3 times.

УДК 669.141.3:537.525.1

*Вплив плазми імпульсних низьковольтних розрядів та зміцнення матриці нанорозмірними нітридними фазами на структуру цементованого шару сталей*

С. Я. Шипицин, доктор технічних наук  
В. В. Михайлов\*, доктор технічних наук  
Е. А. Пасінковські\*, доктор технічних наук  
Н. Я. Золотар, Д. М. Короленко

Фізико-технологічний інститут металів та сплавів НАН України, Київ  
\*Інститут прикладної фізики АН Молдови, Кишинів

*Встановлено можливість за рахунок одночасного застосування двох технологій – дисперсійного зміцнення матриці нанорозмірними некогерентними нітридними частинками та попередньої обробки плазмою імпульсних низьковольтних розрядів – суттєво підвищити дисперсність структури і твердість цементованого шару сталей, що дозволяє прогнозувати підвищення їх експлуатаційних властивостей\*\*.*

Для підвищення експлуатаційної надійності і довговічності деталей і вузлів у машинобудуванні найбільш масово застосовується хіміко-термічне поверхневе зміцнення (ХТО) сталей, в основному цементування і азотування. У сучасній практиці корегування структури і властивостей дифузійного шару досягається головним чином оптимізацією технологічних параметрів процесу і легуванням сталей елементами, що впливають на дифузію вуглецю та азоту і формування карбідних і нітридних фаз у шарі.

\*\*Робота виконана за українсько-молдавським проектом програми «Реалізація науково-технічного співробітництва з країнами СНД» (договір № М/389-2011).