

## Синтез високоміцного сплаву Ti-10V-2Fe-3Al методом порошкової металургії

Д.Г. Саввакін, кандидат технічних наук  
М.В. Матвійчук

Інститут металофізики ім. Г.В. Курдюмова НАН України, Київ

*Вивчено закономірності перерозподілу елементів, еволюції мікроструктури та пористості в процесі синтезу сплаву Ti-10V-2Fe-3Al з сумішшю порошкових компонентів на основі гідрованого титану. Структурні характеристики і механічні властивості синтезованого сплаву не поступаються за показниками властивостям сплаву, отриманого за стандартними технологіями.*

Високолеговані титанові сплави, зокрема сплав Ti-10V-2Fe-3Al (% мас. частка), характеризуються високою питомою міцністю та можливістю регулювати в широких межах механічні властивості термообробкою, завдяки чому вони знайшли широке використання в сучасному літакобудуванні [1]. Однак, відносно висока вартість обмежує їх використання в інших сферах. Знизити вартість титанових сплавів дозволяють методи порошкової металургії, зокрема, метод пресування і спікання сумішшю порошкових компонентів на основі гідрованого титану, яким були успішно синтезовані сплави  $\alpha+\beta$  класу Ti-6Al-4V та Ti-5Al-2,5Fe [2 – 5].

Проте, синтез високолегованих композицій має ряд особливостей у порівнянні зі сплавами  $\alpha+\beta$  класу. Високий вміст легуючих елементів приводить до ускладнення гомогенізаційних процесів у порошковій системі, що вимагає тривалого часу для одержання мікроструктурно однорідного сплаву, а також до підвищеного рівня залишкової пористості, зокрема, пористості, зумовленої ефектом Френкеля. Попередні роботи свідчать, що хімічна гомогенізація порошкової суміші та заліковування пористості залежать не тільки від сумарної кількості легуючих елементів, але й від їхнього типу. Наприклад, при одночасній наявності в порошковій суміші елементів, що стабілізують  $\alpha$  і  $\beta$  фази титану, вони здатні гальмувати дифузійний перерозподіл один одного [5], необхідний для отримання хімічно однорідного сплаву. Негативний вплив може мати і утворення рідких фаз при синтезі сплавів титану з елементами, що утворюють із ним легкоплавкі евтектики [3, 4]. Синтез сплаву Ti-10V-2Fe-3Al повною мірою ускладнений дією всіх наведених факторів. Сплав містить велику кількість як  $\alpha$  (алюміній), так і  $\beta$  (ванадій, залізо) стабілізуючих елементів; залізо утворює з титаном евтектику з температурою плавлення 1085 °С, тобто значно нижче загальноприйнятих температур спікання. Тому викликає значний інтерес вивчення закономірностей синтезу цієї складної композиції методом холодного пресування і спікання сумішшю порошкових компонентів на основі гідрованого титану з метою отримання хімічно й мікроструктурно однорідного сплаву з механічними властивостями, достатніми для його практичного використання.

**Матеріали і методики дослідження** Як основу порошкових сумішей використовували порошок гідриду титану  $TiH_2$  (3,5 % H, < 100 мкм). Для досягнення складу Ti-10V-2Fe-3Al легуючі елементи вводили у вигляді порошку комплексної лігатури 66,7 % V – 13,3 % Fe – 20 % Al. Суміш пресували при кімнатній температурі й тиску 750 МПа в зразки 10x10x70 мм, які нагрівали у вакуумній печі зі швидкістю 20 °C/хв до температур в інтервалі 1020 – 1350 °C, а також витримували при 1250 і 1350 °C протягом 15 хв, 1, 2 і 4 годин. Після завершення синтезу матеріал охолоджували разом з піччю.

Густина зразків визначали методом гідростатичного зважування і порівнювали з теоретичним значенням, яке дорівнює 4,63 г/см<sup>3</sup>. Об'ємний вміст пор додатково контролювали чисельним аналізом зображень поверхні шліфів. Мікроструктуру термооброблених матеріалів досліджували за допомогою оптичної (Olympus IX-70) і растрової (JSM6700) електронної мікроскопії. Механічні випробування на розтяг проводили при кімнатній температурі з використанням розривної машини Instron 3376 на циліндричних зразках з діаметром робочої частини 4 мм відповідно до стандарту ASTM E8-79a.

**Результати і їх обговорення** Механічні властивості титанових сплавів, отриманих методами порошкової металургії, визначаються не тільки їх фазовим складом і мікроструктурою, але й параметрами системи пор – об'ємним вмістом, розмірами й формою. Всі ці характеристики піддаються складній еволюції в процесі синтезу. Попередні роботи [2 – 4] показали, що для забезпечення прийняттого рівня механічних властивостей об'ємний вміст пор не повинен перевищувати 1 – 2 %.

Зміна густини досліджуваних порошкових пресовок складу Ti-10V-2Fe-3Al при нагріванні у вакуумі визначається двома процесами: виділенням водню із кристалічної ґратки гідрованого титану, що супроводжується значним об'ємним ефектом (усадкою), і спіканням порошкових часток. Зниження концентрації водню в титановій матриці визначає підвищення відносної густини від вихідного значення 72 % до 79 % при нагріванні до 1020 °C. На наступних стадіях нагрівання та ізотермічної витримки активізуються дифузійні процеси, що обумовлюють спікання часток. Густина досягає максимально можливих значень після ізотермічної витримки протягом 4-х годин і практично не змінюється при більш тривалих витримках. На завершальних стадіях ізотермічної витримки переважаючим стає процес коалесценції пор, тобто збільшення їх середнього розміру без помітного зниження об'ємної долі. Витримкою при 1250 °C не вдалося знизити об'ємну частку пор нижче 4 %, при 1350 °C вона зменшилась до 2,8 %. Обидва значення, проте, значно нижчі, ніж раніше досягнуті для сплаву Ti-6Al-4V [2 – 4], що підтверджує складність синтезу високолегованих сплавів.

Контрольними експериментами з нагріванням до температур нижче і вище евтектичного перетворення в системі Ti-Fe було встановлено, що підвищений об'ємний вміст пор не пов'язаний з утворенням і плавленням відповідних евтектик.

Підвищення густини пресовок супроводжується еволюцією морфології пор (рис. 1). Щілоподібні пустоти між вихідними порошковими частками в процесі спікання зменшуються в об'ємі, розділяючись на окремі пори, форма яких поступово наближається до сферичної. Подібна трансформація форми пор є важливою умовою для досягнення задовільного комплексу механічних властивостей, оскільки зменшує їх негативний вплив як концентраторів напружень.

Паралельно з еволюцією системи пор розвивається хімічна гомогенізація. Цей процес починається після нагрівання до 1020 °C (рис. 1 а, 2 а) із проникнення алюмінію з легуючих часток в титанову матрицю, у той час як ванадій і залізо лишаються в межах часток лігатури. Перерозподіл  $\beta$  стабілізаторів на цій стадії стримується тим, що проникнення алюмінію в титанову матрицю зберігає кристалічну структуру

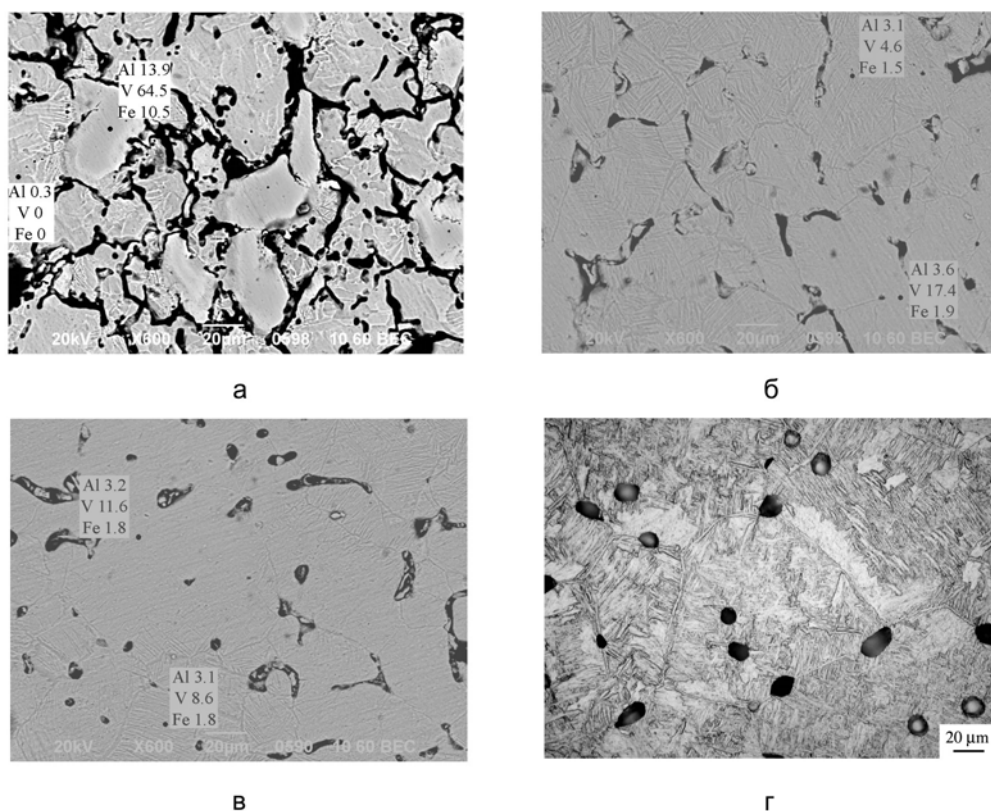
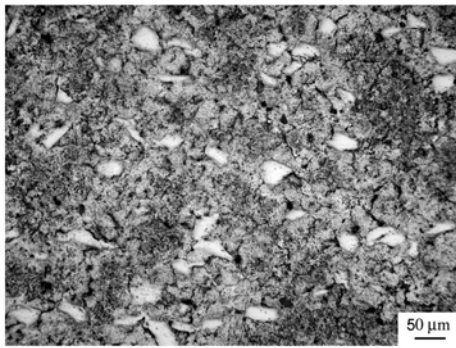


Рис. 1. Еволюція пористої структури пресовок і концентрація легуючих елементів поблизу легуючих часток після нагрівання до температури 1020 °C (а), 1250 °C (б), 1250 °C, 15 хв (в) і 1250 °C, 4 години (г).

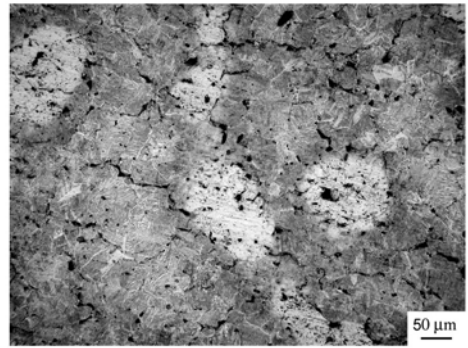
$\alpha$ -фази при температурах, що перевищують температуру поліморфного перетворення чистого титану, а низька розчинність  $\beta$  стабілізаторів в  $\alpha$ -фазі утрудняє їхнє проникнення в титанову матрицю [5]. Фазова будова матриці обумовлює той факт, що дифузія саме алюмінію, а не заліза, що має навіть більшу дифузійну рухливість, ніж алюміній [6], є провідною ланкою в розвитку гомогенізації. Підвищення температури знімає фазовий бар'єр, що перешкоджає проникненню в матрицю  $\beta$  стабілізаторів, при цьому швидше дифундує залізо завдяки більшій дифузійній рухливості в порівнянні з ванадієм [6]. Вміст заліза стає практично однорідним вже після витримки 15 хв при 1250 °C (рис. 1 в), у той час як для повного вирівнювання концентрації ванадію необхідно 2 години.

Гradient концентрацій легуючих елементів навколо часток лігатури сприяє утворенню мікроструктурної неоднорідності при наступному охолодженні (рис. 1 б – в, 2 б). На ранніх стадіях гомогенізації існують зони неперетвореної  $\beta$ -фази в центрі кожної частки лігатури, поряд з морфологічно неоднорідною  $\alpha + \beta$  пластинчастою структурою. Після 2-х годин витримки спостерігається повна мікроструктурна однорідність, що свідчить про завершення хімічної гомогенізації.

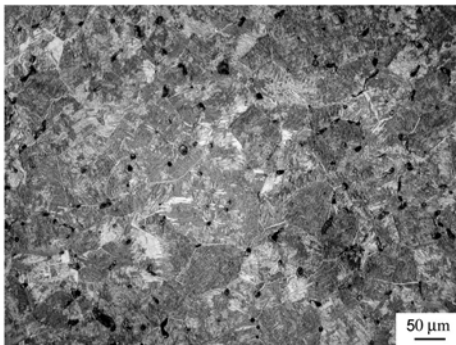
Еволюція пористості й мікроструктури взаємозв'язані в тому розумінні, що більша частина пор локалізована на границях зерен (рис. 1 г, 2). Границі зеренної структури, яка поступово формується в синтезованому сплаві, є стоками для вакансій, рух яких визначає заліковування пор [7]. У свою чергу, пори грають роль стопорів, гальмуючи переміщення границь зерен, що є позитивним ефектом і сприяє збереженню



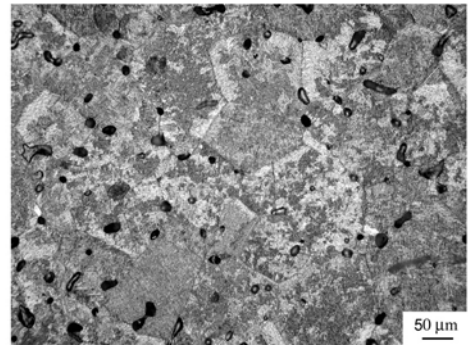
а



б



в



г

Рис. 2. Еволюція мікроструктури на різних стадіях синтезу сплаву Ti-10V-2Fe-3Al. Температура нагрівання: 1020 °С (а), 1250 °С (б), 1250 °С, 1 година (в) і 1250 °С, 4 години (г).

достатньо дисперсних зерен навіть після тривалих витримок істотно вище границі однофазної  $\beta$  області.

Підвищення температури синтезу, а також збільшення часу витримки сприяє зниженню залишкової пористості, але одночасно знижує дію пор як стопорів у силу їхньої коалесценції. В результаті, при підвищенні температури синтезу від 1250 до 1350 °С не тільки істотно зростає середній розмір зерен (таблиця, п. 1 – 2), але і спостерігається «аномальний» ріст окремих зерен, розмір яких (до 400 мкм) значно перевищує середній (рис. 3). Наявність крупних зерен може бути критичним фактором, який спричиняє істотне зниження механічних властивостей, у першу чергу, пластичності.

Можна зробити висновок, що для формування сплаву з високим комплексом механічних властивостей необхідно досягти гомогенного стану (що, як видно з наведеного вище, легко досягається при синтезі сплаву Ti-10V-2Fe-3Al), мінімізувати об'ємний вміст пор, забезпечити їх сферичність і, у той же час, не допустити розвитку коалесценції пор,

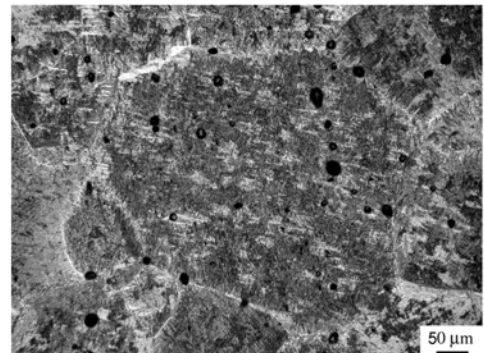


Рис. 3. Аномально крупне зерно в мікроструктурі сплаву, синтезованого протягом 4 годин при 1350 °С.

Характеристики синтезованого сплаву Ti-10V-2Fe-3Al

Стан	Об'ємний вміст пор, %	Розмір зерен, $\mu\text{m}$	$\sigma_T$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %
1. Синтез 1250 °С, 4 години	4	105	944	1033	8,0	13,5
2. Синтез 1350 °С, 4 години	2,8	159	939	1033	12,0	19,5
3. Властивості сплаву у відпаленому стані згідно стандарту AMS 4987	-	-	896	965	8	20
4. Синтез 1350 °С, 4 години + зміцнююча ТО	2,8	159	1166	1205	0,5	4,2
5. Оптимізований, синтез 1200 °С, 4 години + зміцнююча ТО в $\alpha + \beta$ області	2,0	82	1157	1240	2,1	4,0
6. Оптимізований, синтез 1200 °С, 4 години + зміцнююча ТО (гартування з $\beta$ області + старіння)	2,0	82	1115	1250	5,2	11,0
7. Властивості сплаву в зміцненому стані згідно стандарту AMS 4984	-	-	1103	1193	4	-

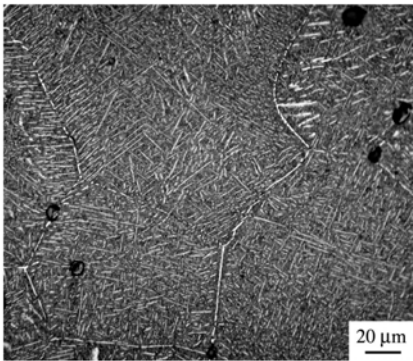
однозначно пов'язаної з ростом зерен, у тому числі, з появою зерен «аномального» розміру.

Результати механічних випробувань сплавів після різних режимів синтезу наведені в таблиці. Незалежно від температури синтезу сплави мають однакову міцність (таблиця, п. 1 – 2), що не поступається рівню міцності даного сплаву у відпаленому стані. Пластичність сплаву, синтезованого при 1250 °С, помітно нижче, що зумовлено більшим відсотком залишкових пор. Термічне зміцнення відповідно до рекомендованих режимів [8] сплаву, синтезованого при 1350 °С, істотно підвищило міцність (таблиця, п. 4), однак у зміцненому стані чітко проявилася негативна роль аномально крупних зерен і залишкових пор як концентраторів напружень, що призвело до практично повної крихкості.

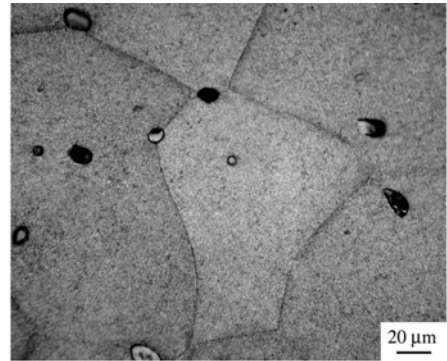
Очевидно, що основною перешкодою для досягнення високого комплексу властивостей синтезованого сплаву даного складу є розвиток процесу коалесценції пор і пов'язаного із цим росту зерен до того, як об'ємний вміст пор зменшиться до прийнятного рівня 1 – 2 %.

Було висловлене припущення, що фізичною причиною цього є неоднорідність у просторовому розподілі відносно великих легуючих часток у гідридній матриці. Оскільки міцність легуючих часток істотно вище, ніж часток гідрованого титана, то це перешкоджає дробленню гідриду в процесі пресування й формуванню просторово й морфологічно однорідної системи пор в пресовці, що, у свою чергу, не сприяє їхньому рівномірному заліковуванню при спіканні. Більше того, неоднорідний розподіл легуючих часток створює передумови для настільки ж нерівномірного розподілу дифузійних потоків, що також може бути однією із причин високої залишкової

пористості. Тому в заключній частині роботи була внесена корекція в процес підготовки вихідної порошкової суміші шляхом зменшення середнього розміру часток лігатури й збільшення часу змішування, що мало своєю метою підвищення фазової і структурної однорідності пресовки. Така оптимізація вихідного стану дозволила знизити пористість до 2 % при зниженні температури синтезу до 1200 °С, що запобігло значному росту зерна. Додаткова зміцнююча термообробка такого матеріалу в  $\alpha+\beta$  області за рекомендованими для даного сплаву режимами суттєво підвищила міцність, проте його пластичність залишалася незадовільною (таблиця, п. 5). Оскільки основною причиною недостатньої пластичності термозміцнених сплавів є сітка  $\alpha$ -фази по границях зерен (рис. 4 а), то було запропоновано проводити гартування з однофазної  $\beta$ -області, після якого така сітка зникає (рис. 4 б). Механічні властивості після корекції термообробки (таблиця, п. 6) повністю відповідають вимогам стандарту AMS для даного сплаву у високоміцному стані.



а



б

Рис. 4. Мікроструктура сплаву в оптимізованому стані, синтезованого при 1200 °С, після зміцнюючої термообробки в  $\alpha+\beta$  області (а) та обробки, що включає гартування з  $\beta$  області (б).

Високі механічні властивості синтезованого порошкового сплаву та його економічна ефективність відкривають широкі можливості для використання запропонованого методу синтезу.

**Висновки** Хімічно гомогенний сплав Ti-10V-2Fe-3Al був синтезований методом холодного пресування й вакуумного спікання сумішей порошкових компонентів на основі гідрованого титану.

Взаємозв'язаний розвиток системи пор і структури при синтезі даного сплаву є таким, що досягнення відносної густини, близької до 98 %, при збереженні рівномірної дрібнозернистої структури виявилось можливим тільки після оптимізації вихідного стану пресовок, що забезпечує просторово й морфологічно однорідний розподіл вихідних пор і рівномірний розподіл дифузійних потоків у процесі синтезу.

Фазовий склад і мікроструктурні параметри синтезованого сплаву забезпечили показники міцності й пластичності, що відповідають стандарту AMS 4984 для даного сплаву, отриманого традиційними технологіями.

## Література

1. Boyer R., Slattery K. Recent titanium developments and applications in the aerospace industry // Ti-2007 Science and technology: Proc. of 11<sup>th</sup> World Conf. on Titanium, Japan Institute of Metals. – Eds: M.Niinomi, S.Akiyama, 2007. – P. 1255 – 1262.

- Ивасишин О.М., Саввакин Д.Г., Фроес Ф. Синтез сплава Ti-6Al-4V с низкой остаточной пористостью методом порошковой металлургии // Порошк. металлургия. – 2002. – № 7/8. – С. 54 – 64.
- Ивасишин О.М., Саввакин Д.Г., Бондарева К.А. Производство титановых сплавов и деталей экономичным методом порошковой металлургии для широкомасштабного промышленного применения // Наука та інновації. – 2005. – № 2. – С. 45 – 57.
- Ivasishin O.M., Savvakin D.G., Bondareva X.O. Synthesis of PM Titanium Alloys Using Titanium Hydride Powder: Mechanism of Densification // Proceedings of 10<sup>th</sup> World Confer. on Titanium (Hamburg, 2003). – WILEY-VCH Verlag (Weinheim), 2004. – 1. – P. 495 – 502.
- Ivasishin O.M., Eylon D., Bondarchuk V.I. Diffusion during Powder Metallurgy Synthesis of Titanium Alloys // Defect and Diffusion Forum. – 2008. – 277. – P. 177 – 185.
- Lutjering G., Williams J.C. Titanium // Springer –Verlag Berlin Heidelberg, 2003. – 379 p.
- Гегузин Я.Е. Физика спекания. – М.: Наука, 1967. – 360 с.
- Titanium database. Developed by MATUS Databases Engineering Information Co Ltd, 1995.

Одержано 02.06.09

**Д.Г. Саввакин, М.В. Матвийчук**

### **Синтез высокопрочного сплава Ti-10V-2Fe-3Al методом порошковой металлургии**

#### **Резюме**

Изучены закономерности перераспределения элементов, эволюции микроструктуры и пористости в процессе синтеза сплава Ti-10V-2Fe-3Al методом смесей порошковых компонентов на основе гидрированного титана. Достигнуты механические свойства синтезированного сплава, сопоставимые со свойствами сплава, произведенного по стандартным технологиям.

**D.G. Savvakin, M.V. Matviychuk**

### **Synthesis of high-strength Ti-10V-2Fe-3Al alloy with powder metallurgy approach**

#### **Summary**

Ti-10V-2Fe-3Al alloy was synthesized with press-and-sinter approach using elemental powder blend based on hydrogenated titanium. General rules of alloying elements redistribution, evolution of microstructure and porosity upon synthesis were studied. Synthesized alloy possesses microstructure features providing mechanical properties close to those of the alloy, produced via known techniques.