

Визначення ефективних режимів сходинкового старіння штампового сплаву для гарячого деформування

В. Я. Грабовський, кандидат технічних наук, доцент, vladimirgr45@ukr.net

В. І. Канюка*, завідувач лабораторією

О. В. Лисиця, старший викладач, ov_li@i.ua, ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9588-2450>

Національний університет «Запорізька політехніка», Запоріжжя

*Інститут «УкрНДІспецсталь», Запоріжжя

З використанням методики математичного планування експерименту досліджено вплив двосходинкового (низькотемпературне + високотемпературне) старіння на твердість та високотемпературну (750 °C) ударну в'язкість штампового сплаву марки ХН35ВТЮ (ЭК39) для гарячого пресування металів. Необхідність підвищення високотемпературної ударної в'язкості сплаву зумовлена значним її зниженням при зростанні температури випробувань від кімнатної до 700–750 °C.

Для виділення при старінні частинок зміцнювальної γ' -фази типу $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ сплав попередньо піддавали гартуванню в маслі від температури 1150 °C. Визначення найбільш ефективних режимів двосходинкового старіння виконували з використанням дрібної репліки ортогонального плану другого порядку типу 24-1. Перша (низькотемпературна) сходинка відповідає початку спінодального розпаду пересиченого твердого розчину на стадії утворення зон Гін'є-Престона, а друга (високотемпературна) – формуванню частинок стабільної γ' -фази типу $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$. Варіювались температура та час старіння на кожній сходинці. За даними матриці планування одержано рівняння регресії, а також проведено додаткове визначення режимів сходинкового старіння, які забезпечують сплаву більш високий рівень обраних властивостей порівняно з рекомендованим одинарним старінням (780 °C, 10 годин). Встановлено, що зміна температури старіння на другій сходинці старіння не впливає на твердість сплаву в межах її варіювання (750 °C – 800 °C). Незначним є також вплив на ударну в'язкість зміни температури (650 °C – 700 °C) та часу витримки (2 – 6 годин) на першій сходинці старіння.

Підвищення високотемпературної ударної в'язкості від 38 до 120 Дж/см² (при збереженні твердості та високотемпературної міцності на тому ж рівні) досягається після сходинкового старіння 700 °C, 20 годин + 750 °C, 2 години. Зростання твердості з 29 до 33 HRC при одночасному підвищенні значень ударної в'язкості до 55 Дж/см² забезпечується сходинковим старінням 725 °C, 10 годин + 775 °C, 6 годин. За результатами електронно-мікроскопічного дослідження мікроструктури встановлено, що досягнутий рівень ударної в'язкості після сходинкового старіння забезпечується підвищенням дисперсності сферичних частинок γ' -фази типу $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$. Зростання твердості зумовлено більш рівномірним розподілом їх в об'ємі та меншим розкидом розмірів по перерізу інструмента.

Ключові слова: старіння, дисперсійне твердіння, ударна в'язкість, мікроструктура, штамповий інструмент.

Для виготовлення інструмента гарячого пресування, що розігріваються в процесі експлуатації до температур понад 700 °С розроблено (УкрНДІспецсталь) сплав марки ХН35ВТЮ (ЭК39). Сплав має ГЦК кристалічну ґратку та зміцнюється дисперсійним твердінням за рахунок виділення частинок γ' -фази типу $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$. Сплав рекомендовано піддавати наступній термічній обробці: гартуванню від 1150 °С (витримка 2 години) в маслі + старіння 780 °С, 10 годин. Після гартування (обробки на пересичений твердий розчин) сплав має твердість близько 75 HRB (нижче мінімальних значень при вимірюванні за шкалою HRC), а після старіння твердість зростає до 29 HRC.

Структура і зміна механічних властивостей сплаву від температури випробувань після вказаної термічної обробки наведені на рис. 1.

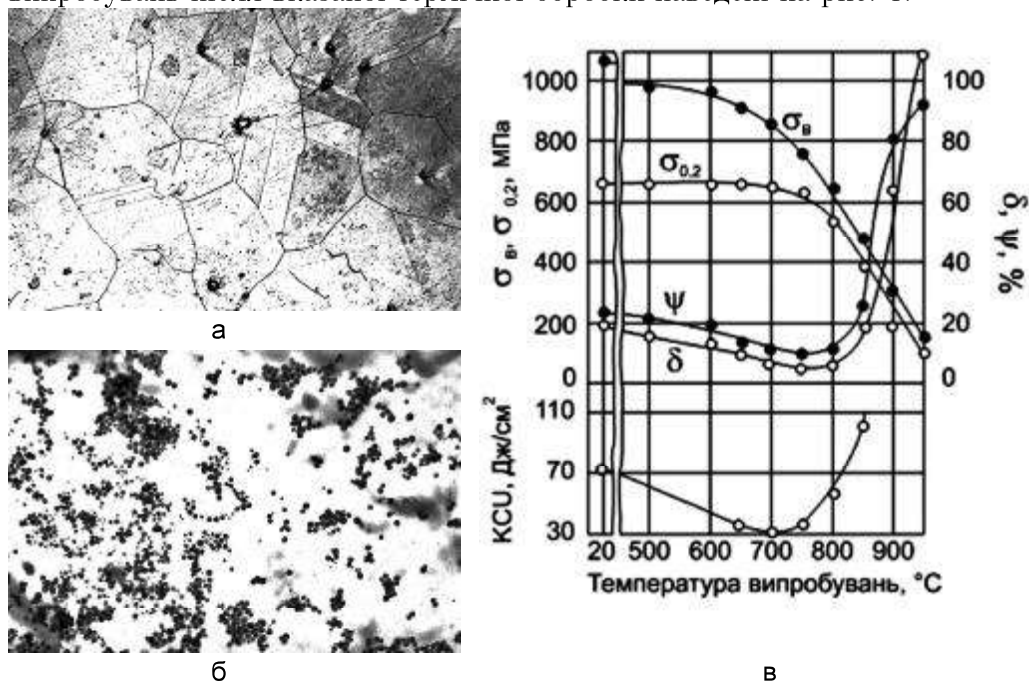


Рис. 1. Структура та механічні властивості сплаву ХН35ВТЮ після одинарного старіння: а – вихідна структура, х200; б – зміцнювальна фаза в сплаві після одинарного старіння, х30000; в – механічні властивості залежно від температури випробувань.

Важливо, що при температурах вище 700 °С сплав за міцністю суттєво переважає навіть таку серійну високотеплостійку сталь, як 5Х3ВЗМФС [1]: границя текучості 520 МПа проти 170 МПа, а границя міцності 620 МПа проти 220 МПа при температурі випробувань 800 °С. Це зумовлює ефективність використання сплаву для високих температур експлуатації замість серійних штампових сталей мартенситного класу. Водночас фактором, що обмежує працездатність сплаву є, як видно з рис.1, значне зниження (провал) ударної в'язкості при зростанні температури випробувань від кімнатної до 700 °С (з 71 до 30 Дж/см²). Пояснення такого зниження

ударної в'язкості сплавів, що зміцнюються γ' -фазою типу $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$, наведено в роботі [2]. Низькі значення ударної в'язкості в області більш високих температур експлуатації робить сплав схильним до утворення тріщин, що потребує підвищення цієї характеристики. Важливим також є підвищення твердості сплаву ХН35ВТЮ, оскільки за цією характеристикою він поступається серійним штамповим сталям мартенситного класу. Водночас, згідно досліджень [3-5], підвищення пластичності та міцності для сплавів із дисперсійним твердінням можна досягти при використанні певного режиму старіння.

Враховуючи викладене, поставлена мета пошуку ефективних режимів сходящого старіння сплаву ХН35ВТЮ для підвищення комплексу його властивостей, зокрема ударної в'язкості при температурі 750 °С та твердості. Для досліджень використовували ковані прутки діаметром 90 мм сплаву ХН35ВТЮ наступного хімічного складу (масова частка елементів, %): С 0,07; Cr 13,0; Ni 35,0; W 6,0; Ti 2,0; Al 1,1; Si 0,4; Mn 0,6; Fe – решта. Перед старінням зразки піддавали гартуванню за режимом (1150 °С, витримка 2 години, охолодження в маслі). Обрано схему двосходящого старіння з послідовністю: спочатку низькотемпературне, потім високотемпературне (НТ + ВТ). Для визначення найбільш ефективних режимів сходящого старіння застосовано метод математичного планування експерименту з використанням дрібної репліки ортогонального плану другого порядку типу 2^{4-1} з генеруючим співвідношенням $X_4 = X_1X_2X_3$. Чотирма незалежними змінними обрані температури та тривалість старіння на першій та другій сходящій старіння. Обрані значення температур та тривалостей старіння на базовому (нульовому), нижньому, верхньому рівнях і відповідні інтервали їх варіювання наведені в табл. 1.

Таблиця 1

Умови побудови факторного плану 24-1

Найменування	Перша сходящій старіння		Друга сходящій старіння	
	Температура витримки, °С	Час витримки, години	Температура витримки, °С	Час витримки, години
Кодове позначення	X_1	X_2	X_3	X_4
Середній рівень	675	15	775	4
Інтервал варіювання	25	5	25	2
Нижній рівень	650	10	750	2
Верхній рівень	700	20	800	6

Перша (низькотемпературна) сходинка обрана для реалізації початку спінодального розпаду пересиченого твердого розчину на стадії утворення зон Гін'є-Престона, а друга (високотемпературна) сходинка відповідала формуванню частинок стабільної γ' -фази типу $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$.

Функціями відгуку слугували твердість при кімнатній температурі та ударна в'язкість при температурі 750 °С. Дані експерименту наведені в табл. 2 (на кожну точку випробовували по 4 зразка). Досліди з номерами 9, 10, 11 відповідали нульовому рівню матриці планування і використовувались для визначення значущості коефіцієнтів регресії (довірча вірогідність при розрахунках складала 95 %).

Таблиця 2

Режими сходинкового старіння та значення характеристик матриці планування

Номер досліджу	Перша сходинка		Друга сходинка		Характеристики	
	t, °C	t, години	t, °C	t, години	HRC	KCU, Дж/см ²
	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄		
1	650	10	750	2	25,7	127
2	650	10	800	6	29,7	38,6
3	650	20	750	6	29,4	94,1
4	700	10	750	6	31,2	80,9
5	700	20	750	2	29,3	119,8
6	650	20	800	2	28,8	96,1
7	700	10	800	2	26,4	103,6
8	700	20	800	6	31,2	42
9	675	15	775	4	29,4	44,2
10	675	15	775	4	31,0	44,8
11	675	15	775	4	31,5	45,4

За результатами розрахунків отримані наступні рівняння регресії:

$$\text{HRC} = 28,9 + 0,6X_1 + 0,7X_2 + 1,4X_4 - 0,8X_2X_4 + 0,3X_1X_4; \quad (1)$$

$$\text{KCU, Дж/см}^2 = 87,8 - 17,7X_3 - 23,9X_4. \quad (2)$$

З наведених рівнянь видно, що зміна температури старіння на другій сходинці старіння (X_3) не впливає на твердість сплаву в межах її варіювання (750 – 800 °С). Незначущим є також вплив на ударну в'язкість зміни температури (650 – 700 °С) та часу витримки (2 – 6 годин) на першій сходинці старіння (X_1 та X_2 відповідно).

Нелінійність рівняння для HRC ускладнює аналіз впливу сходинкового старіння на цю характеристику, а для ударної в'язкості видно її зменшення при зростанні температури та тривалості витримки на високотемпературній (другій) сходинці.

З аналізу даних табл. 2 видно, що ударна в'язкість найбільш суттєво (більш ніж в 3 рази порівняно з одинарним старінням) зросла для дослідів

1 та 5. Однак перевагою дослід 5 є зростання ударної в'язкості до 120 Дж/см² без зменшення твердості. Найбільшому зростанню твердості (на 2 одиниці порівняно з одинарним старінням) при одночасному суттєвому (в 2 рази) збільшенні ударної в'язкості відповідав дослід 4. Для дослідів 4 та 5, як для найбільш ефективних, додатково визначені механічні властивості при випробуванні на розтяг при температурі 750 °С. Отримані дані наведені в табл. 3 у порівнянні із значеннями після вихідного (одинарного) старіння. Видно, що при зростанні ударної в'язкості сплаву після сходинкового старіння за дослідом 4 та 5 не відбувається суттєвого зменшення високотемпературної міцності.

Таблиця 3

Зміна механічних властивостей сплаву ХН35В6ТЮ після сходинкового старіння

Назва, або номер дослід	Режим старіння	HRC	Температура випробувань 750 °С				
			$\sigma_{0,2}$, МПа	s_B , МПа	δ , %	ψ , %	KCU, Дж/см ²
Вихідний стан	780 °С, 10 годин (одинарний)	29,5	647	752	6	10	38
№4	700 °С, 10 годин + 750 °С, 6 годин	31,2	620	775	5	9	81
№5	700 °С, 20 годин + 750 °С, 2 години	29,3	597	729	5,3	9,6	120
Оптимізований	700 °С, 5 годин + 775 °С, 2 години	33	642	777	4,9	7,3	55

Надалі дослід 4 обрано, як базовий, при пошуку режиму сходинкового старіння для подальшого збільшення твердості сплаву зі збереженням ударної в'язкості вище, ніж після одинарного старіння. Для цього виконали розрахунки твердості за рівнянням регресії (1) при зміні значень параметрів X_1 та X_2 від ± 1 до ± 2 , тобто з виходом за межі їх варіювання в матриці планування (враховуючи, що ці параметри не впливають на ударну в'язкість). Проведення реальних експериментів в обраній області дозволило визначити, що підвищення твердості до 33 HRC забезпечується сходинковим старінням за режимом, який в табл. 3 вказано як «Оптимізований». Дещо менше в цьому випадку значення ударної в'язкості порівняно з дослідом 4 (55 Дж/см² порівняно з 81 Дж/см²) може бути зумовлено розширенням меж варіювання параметрів X_1 та X_2 порівняно з матрицею планування.

Електронно-мікроскопічне дослідження мікроструктури показало, що більш високим значенням ударної в'язкості після сходинкового старіння за режимом 5 відповідає високодисперсний стан частинок зміцнювальної γ' -фази типу $Ni_3(Ti,Al)$. Після одинарного старіння середній розмір частинок складав близько 20 нм, а після старіння за режимом 5 він був вдвічі меншим при більш рівномірному розподілі частинок в об'ємі (рис. 2). Вказане зумовлює

більш рівномірний розподіл напружень та збереження множинного ковзання дислокацій при пластичній деформації сплаву після такого сходинкового старіння [2].

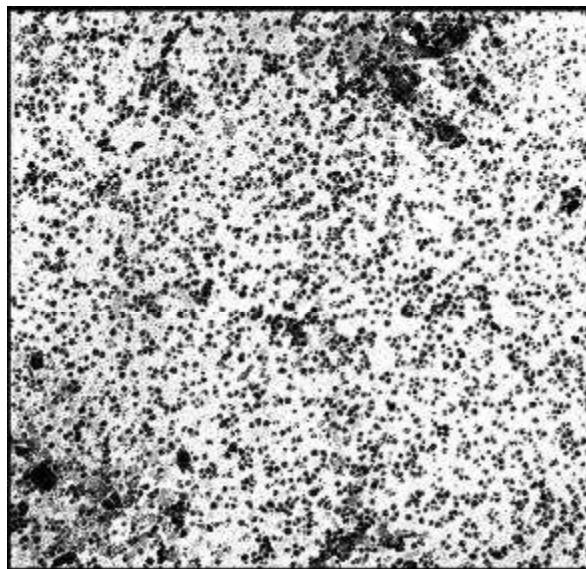


Рис. 2. Зміцнювальна фаза в сплаві ХН35ВТіЮ після сходинкового старіння за режимом 700 °С, 20 годин + 750 °С, 2 години. $\times 30000$.

В разі сходинкового старіння за режимом, що забезпечує найбільшу твердість («Оптимізований» в табл. 3) середній розмір частинок γ' -фази був практично таким же, як і після одинарного старіння. Однак, як показано на рис. 3, розкид частинок за розміром був меншим. Тобто зростає відносна частка частинок такого розміру, який, вочевидь, здатен найбільш ефективно зміцнювати сплав.

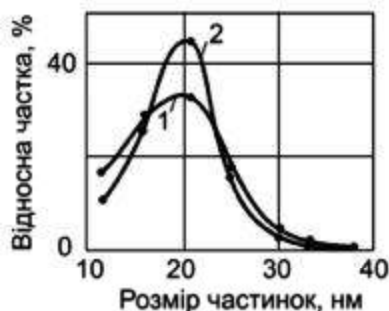


Рис. 3. Розподіл за розміром частинок γ' -фази після одинарного (крива 1) та сходинкового (крива 2) старіння за режимом 725 °С, 5 годин + 775 °С, 6 годин.

Таким чином, за результатами виконаних досліджень встановлено режими сходинкового старіння, які порівняно з одинарним забезпечують сплав ХН35ВТіЮ або суттєве (в три рази) підвищення високотемпературної ударної в'язкості без зниження твердості та міцності, або підвищують твердість при одночасному збереженні ударної в'язкості на більш високому

рівні. Підвищення ударної в'язкості забезпечує кращу стійкість проти утворення тріщин, а зростання твердості збільшує опір пластичній деформації інструментів для гарячого пресування металів. Досягнуте зростання комплексу механічних властивостей сплаву зумовлено більш дисперсним станом, рівномірним розподілом та меншим розкидом за розміром частинок зміцнювальної γ' -фази типу $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$ порівняно з одинарним старінням. В результаті сплав ХН35ВТЮ набуває кращої працездатності, як матеріал для гарячештампових інструментів.

Література

1. Канюка В.И., Терехов В.Н., Мороз А.Н. Справочник по инструментальным сталям. – Х.: Металлика, 2008. – 224 с.
2. Грабовский В.Я., Левитин В.В., Канюка В.И. О влиянии γ' -фазы на температурную зависимость работы разрушения жаропрочного сплава ХН35ВТЮ // АН СССР. Физика металлов и металловедение. – 1980. – Т. 49. – Вып. 4. – С. 880-883.
3. Романова Р.Р., Уксусников А.Н., Устюгов Ю.М. Структура и механические свойства сплавов, подвергнутых ступенчатому старению // Физика металлов и металловедение. – 1994 – Т. 78. – Вып. 5. – С. 5-18.
4. Перцовский Н.З., Коробов О.С., Рыбалов Л.Г. и др. Исследование кинетики старения жаропрочного сплава ЭИ698. // Технология легких сплавов, научно-технический бюллетень ВИЛСа. – 1975. – №9. – С. 52-56.
5. Грабовський В.Я., Шило Д.О. Ефективність ступінчастого старіння сплаву з інтерметалідно-карбідним зміцненням для інструментів гарячого деформування металів // Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні. – 2019. – № 2. – С. 14-18.

References

1. Kanyuka V.I., Terehov V.N., Moroz A.N. *Spravochnik po instrumentalnyim stalyam* (Tool steels reference), Harkov, Metallika, 2008, 224 p. [in Russian].
2. Grabovskiy V.Ya., Levitin V.V., Kanyuka V.I. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1980, Vol.49, Issue 4, pp.880-883 [in Russian].
3. Romanova P.P., Uksusnikov A.N., Ustyugov Yu.M., *Fizika metallov i metallovedenie*, 1994, Vol.78, Issue. 5, pp.5-18[in Russian].
4. Pertsovskiy N.Z., Korobov O.S., Ryibalov L.G., *Tehnologiya legkih splavov, nauchno-tehnicheskiiy byuleten VILSa*, 1975, No. 9, pp. 52-56 [in Russian].
5. Hrabovskiy V.Ia., Shylo D.O. *Novi materialy i tekhnolohii v metalurhii ta mashynobuduvanni*, 2019, No. 2, pp. 14-18[in Ukrainian].

Одержано 20.05.21

V. Ya. Grabovsky, V. I. Kanyuka, O. V. Lysytsia

Determination of step aging effective modes of a stamped alloy for hot deformation

Summary

Using the method of mathematical planning of the experiment, the influence of two-stage (low-temperature + high-temperature) aging on the hardness and high-temperature (750 °C) impact strength of a stamped alloy XH35BTЮ (EK39) for hot pressing of metals was investigated. The need to increase the high-temperature impact strength of the alloy is a significant decrease (failure) with increasing test temperature from room temperature to 700... 750 °C.

To isolate the particles of the reinforcing γ' -phase of the $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ type during aging, the alloy was previously hardened in oil from a temperature of 1150 °C. Determination of the most effective modes of two-stage aging was performed using a small replica of the orthogonal plan of the second order type 2^{4-1} . The first (low-temperature) stage corresponds to the beginning of spinodal decay of supersaturated solid solution at the stage of formation of Guinness-Preston zones, and the second (high-temperature) - to the formation of particles of stable γ' -phase type $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Al})$. Temperature and aging time on each step varied. According to the planning matrix, regression equations were calculated, and additional experiments were performed to determine the modes of step aging, which provide the alloy with a higher level of selected properties compared to the recommended single aging (780 °C, 10 hours). According to the obtained regression equations, the change in the aging temperature at the second stage of aging does not affect the hardness of the alloy within its variation (750 °C – 800 °C). The effect on impact strength of changes in temperature (650 °C – 700 °C) and holding time (2 – 6 hours) at the first stage of aging is also insignificant.

According to the results of processing and analysis of experimental data, it is established that the increase of high-temperature impact strength from 38 to 120 J / cm² (while maintaining hardness and high-temperature strength at the same level) is achieved after step aging 700 °C, 20 hours + 750 °C, 2 hours. The increase in hardness from 29 to 33 HRC with a simultaneous increase in impact strength to 55 J / cm² provides step aging of 725 °C, 10 hours + 775 °C, 6 hours. According to the results of electron microscopic study of the microstructure, it was found that the achieved level of impact strength after step aging is provided by increasing the dispersion of spherical particles of the γ' -phase of the type $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$. The increase in hardness is due to a more uniform volume distribution and a smaller cross-sectional scatter of γ' -phase particles.

Keywords: aging, dispersion hardening, impact strength, microstructure, stamping tool.