

УДК 621.762.4:54-19

Белоконь Юрій Олександрович, доцент, кандидат технічних наук

ДОСЛІДЖЕННЯ ПРОЦЕСІВ СТРУКТУРОУТВОРЕННЯ ІНТЕРМЕТАЛІДНИХ СПЛАВІВ У СИСТЕМІ TI-AL-NB

Запорізька державна інженерна академія

В роботі подано результати металографічного, рентгеноструктурного та мікрорентгеноспектрального аналізу дослідження структури γ -TiAl сплаву в умовах термохімічного пресування. Результати аналізу дозволили довести, що під час високотемпературного синтезу в γ -TiAl сплаві формується двофазна структура з інтерметалідними фазами γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al. За умов термохімічного пресування та додаткового легування сплаву ніобієм одержано інтерметалідний продукт синтезу із середнім розміром зерна 10...12 мкм.

Ключевые слова: термохімічне пресування, інтерметаліди, γ -TiAl сплави, структура, фазовий склад

Вступ. Головну увагу розробників інтерметалідних γ -TiAl сплавів в останні два десятиліття було сконцентровано на досягненні оптимальної комбінації механічних властивостей за допомогою варіювання мікроструктури від повністю пластинчастої до дуплексної з різним розміром зерен і товщиною пластин. Залежно від вмісту алюмінію сплави на основі γ -TiAl прийнято розділяти на дві групи: однофазні – γ -сплави (50...52 % Al) і двофазні γ + α_2 сплави (44...49 % Al). Залежно від технології одержання заготовок, режимів гарячої деформації та термічної обробки двофазних сплавів виділяють три основні типи структури інтерметаліду на основі алюмінідів титану: ламельну (пластинчасту), рекристалізовану (глобулярну) та бімодальну (дуплексну). У зарубіжній літературі зустрічається класифікація на чотири типи структури: near-gamma, duplex, nearly-lamellar, fullylamellar. Нині розроблено три покоління промислових інтерметалідних сплавів на основі алюмініду γ -TiAl з різним типом структури таких сплавів [1].

Останнім часом з'явилася значна кількість наукових робіт [2-6], де наведено результати щодо високотемпературного синтезу інтерметалідних сплавів за умов термохімічного пресування. Для більшості цих робіт, присвячених синтезу інтерметалідних систем у режимі теплового вибуху, особливу увагу приділено складу, процесам структуроутворення та властивостям продуктів синтезу, що одержують.

Так, у роботах [2-4] на підставі термодинамічного аналізу, встановлена послідовність протікання термохімічних реакцій, що ведуть до створення γ -TiAl сплавів. Оцінка змінювання вільної енергії Гіббса ΔG_T під час утворення різних алюмінідів з алюмінію та титану показала, що у всьому температурному діапазоні най-

меншу енергію із стабільних інтерметалідів має фаза TiAl₃, що дозволило припустити наступну послідовність утворення інтерметалідних сполук: TiAl₃ \Rightarrow Ti₃Al \Rightarrow TiAl.

Такі результати підтверджують запропоновану раніше у роботі [5] модель структуроутворення алюмініду титану за умов саморозповсюджувального високотемпературного синтезу (СВС), результати яких показують, що екзотермічний ефект та процеси структуроутворення визначаються процесами змішування компонентів у рідкій фазі і появою фаз на границі твердих частинок. Встановлено, що під час синтезу у системі Ti-Al розвиваються наступні процеси: утворення рідкої фази завдяки контактному плавленню та плавленню рідкого компонента; змочування частинок твердого компонента й розтікання рідкої фази в об'ємі брикету; розчин частинок твердого компонента в рідкій фазі та появою перших кристалів інтерметаліду TiAl₃; виникнення нових інтерметалідних фаз (Ti₃Al і TiAl) шляхом реакційної дифузії й кристалізації сплаву.

В роботі [6] розглянуто вплив напружено-деформованого стану на формування структури γ -TiAl сплавів, одержаних в умовах термохімічного пресування, за допомогою комп'ютерного моделювання. Показано, що високотемпературний синтез інтерметалідних сполук γ -TiAl у порошковій суміші чистих елементів за умов термохімічного пресування дозволяє одержати інтерметалідний сплав із середнім розміром зерна ~30 мкм. Тому дослідження структури, розподілу елементів у структурних складових алюмініду титану та його фазового складу буде сприяти підтвердженню цієї гіпотези і встановленню дійсного механізму формування інтерметалідних сплавів за умов СВС.

Мета роботи. Встановлення закономірностей формування структури γ -TiAl сплавів у про-

цесі високотемпературного синтезу та визначення шляхів і способів її управління.

Методика дослідження. Як вихідні матеріали застосовували металеві порошки титану, алюмінію та ніобію дисперсністю до 100 мкм. Перед змішуванням порошки просували за температури 75...120 °С протягом трьох годин. Змішування порошоків виконували в сталевих кульових млинах протягом 2 год. Співвідношення компонентів вибирали із стехіометричних розрахунків для одержання інтерметалідної фази γ -TiAl. Підготовлену реакційну суміш зважували на електронних вагах і засипали у реактор. Для компактування початкових заготовок використовували гідравлічний прес із зусиллям до 1,25 МН.

Процес пресування складався з двох стадій. Перша стадія – початкова, де із суміші вихідних порошоків в окремій прес-формі виготовляли шихтовий брикет. Тиск пресування складав 50 МПа, швидкість навантаження контролювали вручну та підтримували в діапазоні 1...5 кН/с. З метою більш рівномірного розподілу тиску пресування за об'ємом заготовки було виконано витримку під тиском до 20 с. Щільність шихтової заготовки складала 75...80 %. Під час виконання другої стадії брикет розташовували у реакційній прес-формі (матриці гарячого пресування). Реакцію синтезу продукту здійснювали у режимі теплового самозаймання. У підігрітій заготівці ініціювали реакцію синтезу, а по закінченні синтезу виконували підвищення ущільнення до щільності 0,99 від теоретичної і вище. У процесі одержання заготовок було оптимізовано параметри пресування гарячих продуктів синтезу: час витримки перед початком пресування, після закінчення синтезу, час витримки за максимальним тиском і зусилля пресування. По закінченні пресування виконували ізотермічну витримку за температури 1100 °С протягом 1,5...2,0 год. для регулювання співвідношення структурних складових інтерметалідного сплаву.

Структуру зразків вивчали за допомогою оптичного та електронного растрового мікроскопів у відображених електронах на зразках, вирізаних з різних частин брикету електроерозійним способом. Фазовий склад зразків досліджували методом рентгенівського фазового аналізу на установці ДРОН-3. Хімічний мікроаналіз головних структурних складових матеріалу виконували на растровому електронному мікроскопі «SUPRA 40WDS». Дослідження здійсню-

вали за прискореної напруги 19 кВ і роздільної здатності 1,0 нм. Мікроаналіз виконували з поверхні травленого шліфа методом запису інтенсивності характеристичного рентгенівського випромінювання аналізованих хімічних елементів у певних точках і вздовж траєкторії сканування.

Результати досліджень. Результати рентгеноструктурного аналізу показали, що в синтезованому стані до складу сплаву γ -TiAl входять дві фази – TiAl (γ -фаза) і Ti_3Al (α_2 -фаза). Для зазначеного сплаву об'ємна частка α_2 -фази у відношенні до γ -фази становить близько 20 %. Дифрактограма синтезованого сплаву γ -TiAl наведена на рис. 1. Методом рентгеноструктурного аналізу встановлено, що на дифрактограмах зразків після синтезу є присутніми піки γ -TiAl (міжплощинні відстані $d = 2,2063, 1,9120, 1,2811, 1,1777, 1,1468$ Å) і слабкі відображення піків Ti_3Al ($d = 2,1036, 1,3902$ Å), тобто фазовий склад досліджених синтезованих γ -TiAl сплавів є аналогічним встановленому раніше в роботах [7,8].

Металографічні дослідження показали, що у синтезованому сплаві сформувалася двофазна структура. У сплаві зустрічаються поодинокі мікропори, наявність значних пор і тріщин не виявлено. Мікротвердість сплаву становить HV 3000...4000 МПа. Результати мікроаналізу виявили рівномірний і дрібнодисперсний розподіл алюмінію титану TiAl (рис. 1). Відповідно до рисунків мікроструктур система TiAl як и було передбачено є двофазною: TiAl (γ -фаза) сірого кольору та Ti_3Al (α_2 -фаза) білого кольору. Окрім того, в структурі сплаву на тлі двофазної структури утворюються дисперсні світлі вclusions різної форми, які рівномірно розподілено в об'ємі матриці та мають підвищений вміст титану.

Таким чином, високотемпературний синтез інтерметалідної сполуки γ -TiAl у порошковій суміші чистих елементів за умов СВС-пресування під час теплового вибуху, та мінімальним зовнішнім тиском на суміш, дозволив одержати інтерметалідний продукт синтезу із середнім розміром зерна 20...30 мкм. Збільшення ступеня пластичної деформації синтезованого під тиском інтерметалідного продукту за умов СВС-екструзії дозволить на порядок понизити розмір зерна у кінцевому продукті (до 0,2...0,3 мкм) та сформувати в інтерметалідному сплаві субмікроструктурну зернисту структуру.

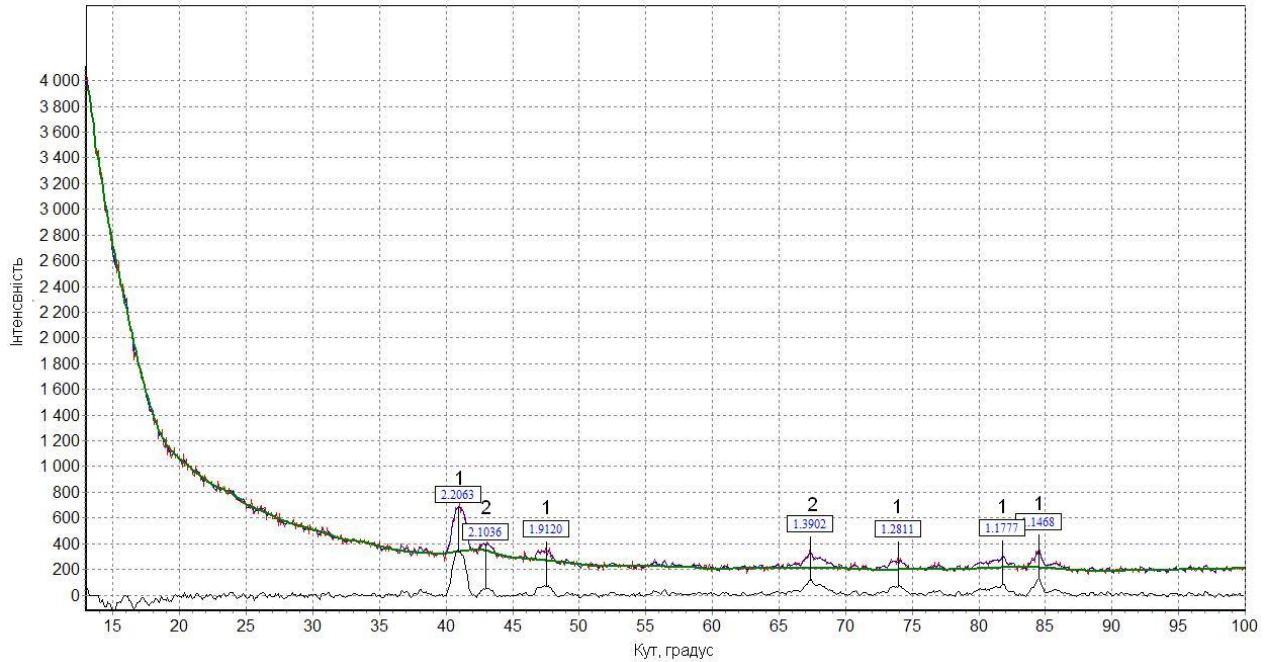


Рисунок 1 – Дифрактограма синтезованого γ -TiAl сплаву: 1 - фаза γ -TiAl; 2 - α_2 -Ti₃Al

Із застосуванням мікрорентгеноспектрального аналізу визначали хімічний склад γ -TiAl сплаву в різних ділянках мікروشліфа поверхні (рис. 3). Вміст компонентів визначали в атомних і масових відсотках. В результаті кількісного аналізу встановлено, що матриця (сіра область) γ -TiAl сплаву має склад у масових відсотках:

42,13 % Al і 57,52 % Ti, що відповідає інтерметалідній фазі TiAl (γ -фаза) (рис. 3а, спектр 3). Витягнуті, білі за кольором області, за результатами мікрорентгеноспектрального аналізу (рис. 3а, спектр 7) представляють собою інтерметаліди складу α_2 -Ti₃Al, із вмістом елементів у масових відсотках: 22,62 % Al і 77,38 % Ti.

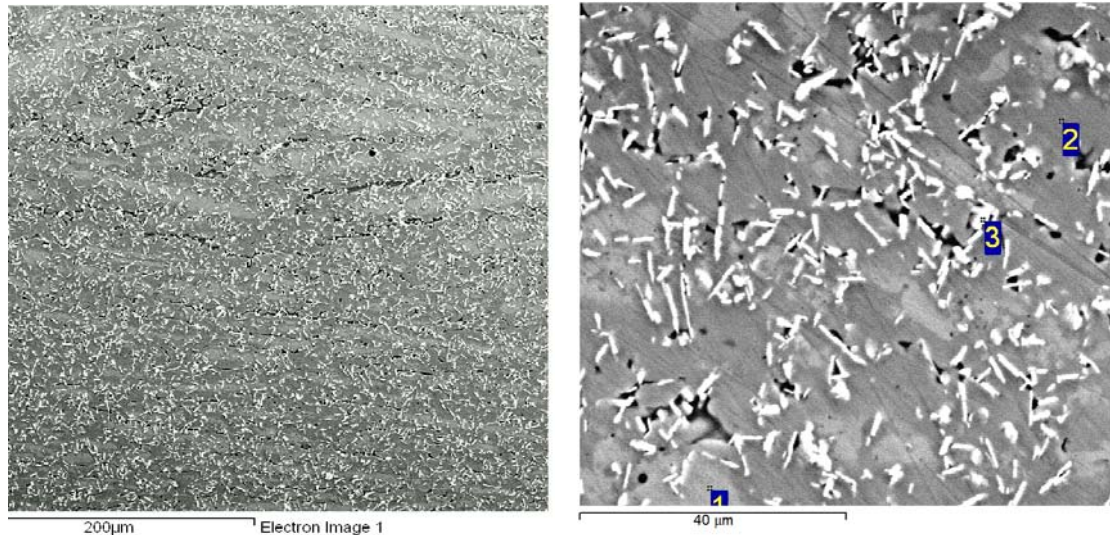


Рисунок 2 – Мікроструктура сплаву системи TiAl

Поблизу цих включень, а в деяких випадках і всередині них, виявлено дисперсні фази. Показання локального хімічного аналізу (рис. 3а, спектр 1) дозволили ідентифікувати їх як інтерметаліди α_2 -Ti₃Al, що містять у масових відсотках – 28,77 % Al і 71,23 % Ti. Це узгоджується з результатами, одержаними у роботі [9].

Для уточнення одержаних даних виконували мікрорентгеноспектральний аналіз щодо лінії (рис. 3,б). У лівій частині траєкторії сканування відзначено піки алюмінію, що підтверджує кристалізацію інтерметалідних фаз у сплаві в вигляді моноалюмініду титану γ -TiAl. Подальший рух щодо траєкторії сканування (рис. 3,в) в об-

ласть фази витягнутої форми показує зростання вмісту титану та зменшення вмісту алюмінію (рис. 3г). Це узгоджується з результатами лока-

льного аналізу та вказує на утворення інтерметалідної фази $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$.

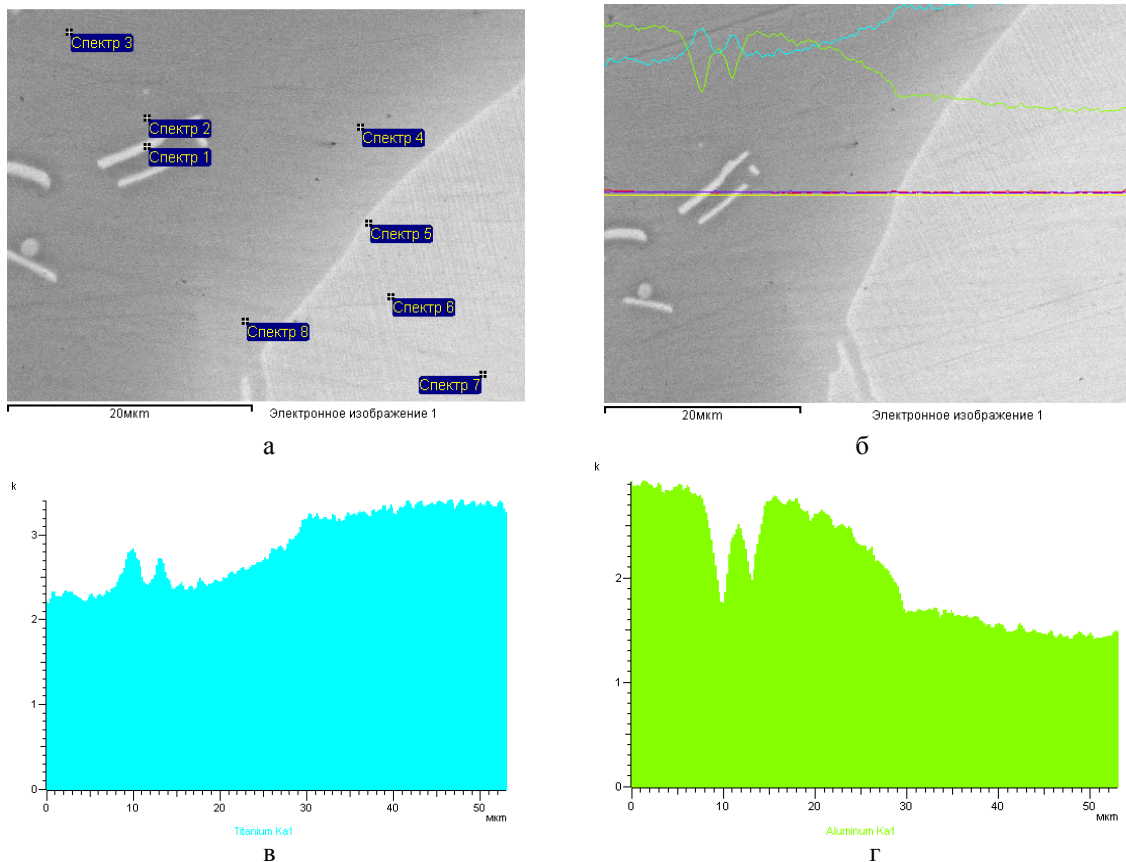


Рисунок 3 – Результати мікрорентгеноспектрального аналізу $\gamma\text{-TiAl}$ сплаву: а - місця визначення локального хімічного аналізу сплаву; б - змінювання інтенсивності випромінювання за рухом щодо лінії; в - розподіл титану; г - розподіл алюмінію

Виконані дослідження дозволили встановити, що під час високотемпературного синтезу формується двофазна структура з інтерметалідними фазами $\gamma\text{-TiAl}$ + $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$. В умовах СВС-пресування за тепловим вибухом і мінімальним зовнішнім тиском на суміш, одержано інтерметалідний продукт синтезу із середнім розміром зерна 20...30 мкм. Для надання виробу з TiAl сплаву кінцевих властивостей слід піддати пластичній деформації у високотемпературній фазовій області для одержання пластинчастої структури, оскільки вважається, що саме вона забезпечує оптимальне поєднання високотемпературних властивостей (міцності, опору повзучості), з кімнатними (пластичністю та в'язкістю руйнування). Пластична деформація, мабуть, може бути ефективною не тільки для одержання дрібнозернистих напівфабрикатів, а й для управління параметрами пластинчастої структури в TiAl сплавах, зокрема, під час одержання пластинчастих мікроструктур з малим розміром колоній і нанокристалічною межпластинчастою відстанню,

що представляють, як свідчать літературні дані, найбільший практичний інтерес.

Легування тугоплавкою домішкою ніобію (Nb) найбільш важливе для застосування виробів за умов, де критичними властивостями є максимально можлива високотемпературна міцність і стійкість до окиснення, а також пластичність за кімнатної температури [10]. Додавання Nb надає значний ефект на вміст об'ємної фракції α_2 -фази та середнє значення міжламельної відстані. Таким чином, легування $\gamma\text{-TiAl}$ сплавів ніобієм (7...8 % мас.) та збільшення ступеня деформації синтезованого під тиском інтерметалідного продукту під час навантаження 100 МПа дозволяє на порядок понизити розмір зерна у кінцевому продукті (до 10...12 мкм).

Аналіз мікроструктури синтезованих алюмінідів титану показав, що особливістю формування більш тонких структур під час високотемпературного синтезу композицій на основі Ti-Al-Nb є підвищений вміст β -стабілізуючого елемента. В результаті формується тонка композитна текстура, що складається з паралельних ламе-

лей, які чергуються, двох різних кристалічних фаз: тетрагональної γ -фази ($TiAl$) і гексагональної α_2 -фази (Ti_3Al) (рис. 4). Таким чином, утворюється дворівнева структура: кожне полікрис-

талічне α -зерно формує обмежену ламельну колонію, яка складається з тонких ламелей з між-ламельною відстанню 500 нм [11].

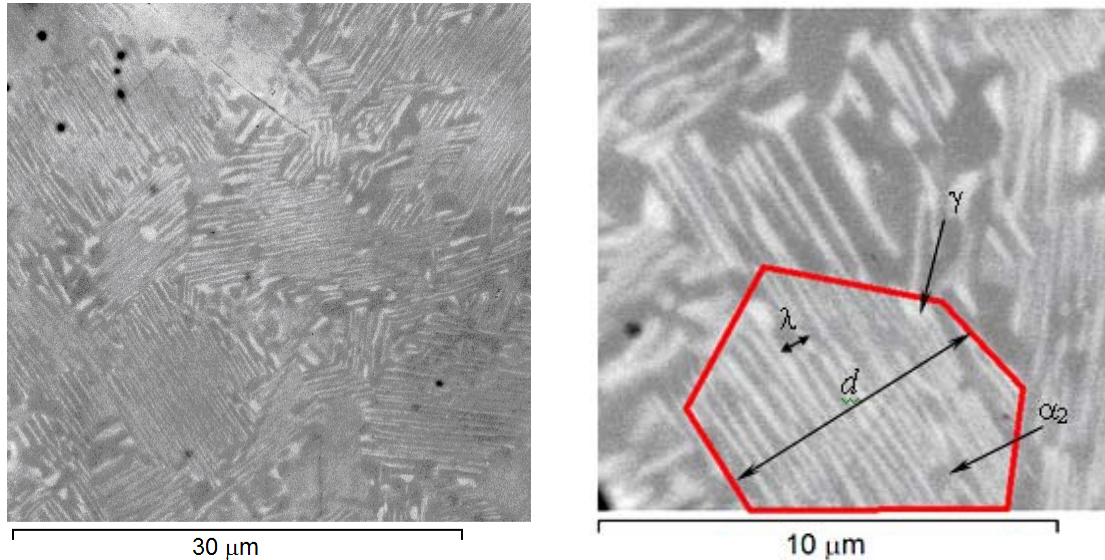


Рисунок 4 – Мікроструктура одержаного $Ti-Al-Nb$ сплаву

Сплав, легований ніобієм, має більш однорідний розподіл α_2 -ламелей, ширина γ -ламелей у сплаві становить 0,5...2,0 мкм. Однорідність розподілу та мала товщина α_2 -ламелей безпосередньо пов'язана з внеском пластичної деформації (деформація у площинах ковзання, що перетинають границі ламелей) у міцність ламельної структури та з пластичністю, оскільки тріщини часто зароджуються у товстих α_2 -ламелях. Теоретичні розрахунки, що виконано у роботі [12] за допомогою моделі Холла-Петча, показали, що одержання сплаву $Ti-Al-Nb$ з наноструктурами ламелей має граничну міцність до 1800 МПа, що у три рази більше, ніж у сплаві $Ti-Al$.

Висновки. Встановлено, що легування сплавів $\gamma-TiAl$ з ніобієм (7...8 % за масою) і збіль-

шенням ступеня пластичної деформації в умовах екструзії за навантаженням 100 МПа дозволяє суттєво зменшити розмір зерна кінцевого продукту (до 10...12 мкм) та утворює дворівневу структуру з наноламельними колоніями з відстанню до 500 нм. Пластична деформація може бути ефективною не тільки для одержання дрібнозернистих напівпродуктів, а й для управління параметрами пластинчастої структури в інтерметалідних сплавах, зокрема, під час одержання пластинчастих мікроструктур з малим розміром колоній і нанокристалічною міжпластинчастою відстанню, що представляють, згідно з літературними даними, найбільший практичний інтерес.

Бібліографічний список

1. **Ильин, А. А.** Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: Справочник [Текст] / А. А. Ильин, Б. А. Колачев, И. С. Полькин. – М. : ВИЛС-МАТИ, 2009. – 520 с.
2. **Белоконь, Ю. О.** Термодинамічний аналіз протікання СВС-реакцій у системі «титан-алюміній» [Текст] / Ю. О. Белоконь // *Металургія : наукові праці Запорізької державної інженерної академії.* – 2016. – Вип. 2 (36). – С. 66-71.
3. **Belokon', Y.** The investigation of interaction conditions in intermetallide systems under non-stationary temperature processes [Text] / Y. Belokon', A. Zherebtsov, K. Belokon', A. Cheylitko // *Construction, materials science, mechanical engineering.* – 2017. – Vol. 95. – P. 35-39.
4. **Белоконь, Ю. О.** Теоретичне та експериментальне визначення енергії активації утворення інтерметалідів у системах нікель-алюміній та титан-алюміній [Текст] / Ю. О. Белоконь, Й. К. Огинський, К. В. Белоконь, О. А. Жеребцов // *Металургія : наукові праці Запорізької державної інженерної академії.* – 2017. – Вип. 1(37). – С. 81-85.

5. **Sereda, B.** Modelling deformation in material processing and laws of phasic by SHS pressing intermetallics alloys [Text] / B. Sereda, D. Sereda, Yu. Belokon // Materials Science and Technology. – Ohio : MS&T, 2015. – P. 611-617.
6. **Белоконь, Ю. О.** Термохімічне пресування інтерметалідних сплавів: монографія [Текст] / Ю. О. Белоконь. – Запоріжжя : ПВВ ЗДІА, 2018. – 220 с. – ISBN 978-617-7120-15-4.
7. **Lagos, M.** Synthesis of γ -TiAl by thermal explosion + compaction route : Effect of process parameters and post-combustion treatment on product microstructure [Text] / M. Lagos, I. Agote, M. Gutierrez etc. // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2010. – Vol. 19. No. 1. – P. 23-27.
8. **Sereda, B.** The influence of deformation process at titanium aluminides retrieving by SHS-compaction technologies [Text] / B. Sereda, I. Kruglyak, A. Zhrebtsov, Yu. Belokon' // Metallurgical and Mining Industry. – 2011. – No. 7. – P. 59-63.
9. **Appel, F.** Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology [Text] / F. Appel, J. D. Heaton Paul, M. Oehring. – Weinheim : Wiley-VCH Verlag GmbH, 2011. – 762 p. – ISBN 978-3-527-31525-3.
10. **Andreev, D. E.** Reactive sintering of Ti-Al and Ti-Al-Nb consolidated elemental blocks for use as consumable electrodes in vacuum arc melting [Text] / D. E. Andreev, V. N. Sanin, V. I. Yukhvid, A. E. Sytshev // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2008. – Vol. 17, No. 2. – P. 136-143.
11. **Belokon', Yu.** The investigation of nanostructure formation in intermetallic γ -TiAl alloys [Text] / Yu. Belokon', A. Zhrebtsov, K. Belokon' // 2017 IEEE International Young Scientists Forum on Applied Physics and Engineering (YSF-2017). – 2017. – P. 311-314.
12. **Белоконь, Ю. А.** Оптимизация состава интерметаллидного γ -TiAl сплава [Текст] / Ю. А. Белоконь, А. А. Жеребцов, А. А. Чейлитко, К. В. Белоконь // Строительство, материаловедение, машиностроение : Стародубовские чтения. – 2018. – № 104. – С. 48-53.

Белоконь Юрий Александрович, кандидат технических наук, доцент кафедры обработки металлов давлением, Запорожская государственная инженерная академия (Запорожье, Украина). E-mail: belokon@zpu.ua

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ СТРУКТУРООБРАЗОВАНИЯ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ СПЛАВОВ В СИСТЕМЕ TI-AL-NB

В работе представлены результаты металлографического, рентгеноструктурного и микрорентгеноспектрального анализа исследования структуры γ -TiAl сплава в условиях термохимического прессования. Результаты анализа позволили доказать, что в процессе высокотемпературного синтеза в γ -TiAl сплаве формируется двухфазная структура с интерметаллидными фазами γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al. В условиях термохимического прессования при дополнительном легировании сплава ниобием получен интерметаллидный продукт синтеза со средним размером зерна 10...12 мкм.

Ключевые слова: термохимическое прессование, интерметаллиды, γ -TiAl сплавы, структура, фазовый состав

Belokon' Yuriy, Candidate of Technical Science, Associate Professor of Department of Treatment of Metals Forming, Zaporizhzhia State Engineering Academy (Zaporizhzhia, Ukraine). E-mail: belokon@zpu.ua

STUDY OF STRUCTURIZATION OF PROCESSES FOR INTRMETALIDE ALLOYS IN SYSTEM Ti-Al-Nb

The paper presents the results of metallographic, X-ray diffraction and micro-X-ray spectrometry analysis of γ -TiAl alloy structure under thermochemical pressing. The results suggested the formation a two-phase structure γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al in the γ -TiAl alloy in the high-temperature synthesis. Under the conditions of thermochemical pressing at additional doping of Nb alloy, an intermetallic product with average grain size of 10–12 μ m was obtained.

Keywords: thermochemical pressing, intermetallics, γ -TiAl alloys, structure, phase composition

Публікація містить результати досліджень, виконаних за грантом Президента України та конкурним проектом (Ф75/29090) Державного фонду фундаментальних досліджень

Стаття надійшла до редакції 17.10.2018 р.
Рецензент, проф. Ю.Ф. Терновий