

УДК 621.762

Ю.О. Белоконь

Запорізька державна інженерна академія

ДОСЛІДЖЕННЯ СТРУКТУРИ ТА ФАЗОВОГО СКЛАДУ СИНТЕЗОВАНОГО АЛЮМІНІДУ ТИТАНУ

В роботі представлені результати металографічного, рентгеноструктурного та мікрорентгеноспектрального аналізу дослідження структури γ -TiAl сплаву в умовах саморосповсюджувального високотемпературного синтезу. Результати аналізу дозволили довести, що в процесі високотемпературного синтезу в γ -TiAl сплаві формується двофазна структура з інтерметалідними фазами γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al. В умовах СВС-пресування при тепловому вибуху отримано інтерметалідний продукт синтезу із середнім розміром зерна 20-30 мкм.

Ключові слова: СВС, інтерметаліди, γ -TiAl сплави, структура, фазовий склад

Ю.А. Белоконь

ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА СИНТЕЗИРОВАННОГО АЛЮМИНИДА ТИТАНА

В работе представлены результаты металлографического, рентгеноструктурного и микрорентгеноспектрального анализа исследования структуры γ -TiAl сплава в условиях самороспространяющегося высокотемпературного синтеза. 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 СВС-прессования при тепловом взрыве получен интерметаллидный продукт синтеза со средним размером зерна 20-30 мкм.

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

Y. Belokon'

THE RESEARCH OF STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION SYNTHESIZED OF TITANIUM ALUMINIDE

The paper presents the results of the metallographic, X-ray diffraction and micro-X-ray analysis of the investigation of the structure of γ -TiAl alloy under self-propagating high-temperature synthesis conditions. The results of the analysis made it possible to prove that in the high-temperature synthesis in the γ -TiAl alloy, a two-phase structure is formed with intermetallic phases γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al. Under conditions of SHS-pressing, thermal intermixture produced an intermetallic synthesis product with an average grain size of 20-30 μ m.

Keywords: SHS, intermetallics, γ -TiAl alloys, structure, phase composition

Постановка проблеми. Підвищення ефективності авіадвигунів і наземних енергетичних установок в даний час неможливо без впровадження нових конструкційних матеріалів, наприклад, таких як інтерметалідні γ -TiAl сплави, які володіють високою питомою міцністю, жорсткістю, опором повзучості і жаростійкістю при підвищених температурах ($T = 600 \dots 850$ °C). Питомий модуль пружності цих сплавів вище, ніж титанових і нікелевих сплавів на 50-70%, і ця різниця зберігається при підвищених температурах [1]. Передбачається, що інтерметалідні сплави частково замінять жароміцні нікелеві сплави в газотурбінному двигуні, що дозволить якісно збільшити співвідношення «тяга-вага» літального пристрою. З інтерметалідних сплавів можуть виготовлятися лопатки, диски, елементи сопла та інші деталі. Тому розробка нових технологій для одержання інтерметалідних сплавів з підвищеними фізичними властивостями, що працюють в агресивних середовищах є актуальною темою досліджень.

Основну 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 $\gamma + \alpha_2$ сплави (44-49% Al). Залежно від технології отримання заготовок, режимів гарячої деформації і термічної обробки двофазних сплавів виділяють три основних типи структури інтерметаліду на основі алюмінідів титану: ламельні (пластинчасту), рекристалізовану (глобулярну) і бімодальну (дуплексну). У зарубіжній літературі зустрічається класифікація на чотири типи структури: near-gamma, duplex, nearly-lamellar, fullylamellar. В даний час розроблено три покоління промислових інтерметалідних сплавів на основі алюмініду γ -TiAl з різним типом структури цих сплавів [2].

Аналіз останніх досліджень і публікацій. Останнім часом з'явилася значна кількість наукових робіт [3-5], в яких наводяться результати по високотемпературного синтезу

інтерметалідних сплавів в умовах саморозповсюджувального високотемпературна синтезу (СВС). У більшості цих робіт, присвячених синтезу інтерметалідних систем в режимі теплового вибуху, особливу увагу приділено складу, процесам структуроутворення і властивостей одержуваних продуктів синтезу.

Так у роботі [6] на підставі термодинамічного аналізу, встановлено послідовність протікання СВС-реакцій, які ведуть до створення γ -TiAl сплавів. Оцінка зміни вільної енергії Гіббса ΔG_T під час утворення різних алюмінідів з алюмінію та титану показала, що у всьому температурному діапазоні найменшою енергією із стабільних інтерметалідів володіє фаза TiAl₃, що дозволило припустити наступну послідовність утворення інтерметалідних сполучень TiAl₃→Ti₃Al→TiAl.

Ці результати підтверджуються запропоновану раніше в роботах [7-8] модуль структуроутворення алюмініду титану в умовах СВС. Результати яких показують, що екзотермічний ефект та процеси структуроутворення визначаються процесами змішування компонентів у рідкій фазі й появою фаз на границі твердих часток. Встановлено, що під час синтезу у системі Ti-Al розвиваються наступні процеси: утворення рідкої фази завдяки контактному плавленню та плавленню рідкого компонента; змочування часток твердого компоненту й розтікання рідкої фази в об'ємі брикету; розчин часток твердого компоненту у рідкій фазі і появою перших кристалів інтерметаліду TiAl₃; виникнення нових інтерметалідних фаз (Ti₃Al і TiAl) шляхом реакційної дифузії й кристалізації сплаву.

В роботі [9] розглянуто вплив напружено-деформованого стану на формування структури γ -TiAl сплавів, отриманих в умовах СВС-пресування, за допомогою комп'ютерного моделювання. Показано, що високотемпературний синтез інтерметалідних сполук γ -TiAl в порошковій суміші чистих елементів в умовах СВС-пресування дозволяє отримати 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 в умовах СВС.

Постановка завдань. Сформульована вище проблема вивчення процесів структуроутворення інтерметалідних сплавів дозволило сформулювати мету роботи і завдання, вирішенню яких і присвячена дана робота. Мета роботи – встановлення закономірностей формування структури γ -TiAl сплавів в процесі високотемпературного синтезу та визначення шляхів і способів її управління.

Для досягнення поставленої мети вирішували наступні завдання:

- виконати металографічний та рентгеноструктурний аналіз інтерметалідних фаз в синтезованому алюмініду титану, що був одержаний у режимі теплового самозапалюванні;
- виконати мікрорентгеноспектральний аналіз структурних складових отриманого алюмініду титану та дослідити розподіл хімічних елементів між зазначеними структурними складовими.

Викладення основного матеріалу. В якості вихідних матеріалів застосовували металеві порошки титану і алюмінію дисперсністю до 100 мкм. Перед змішуванням порошки просували при температурі 75-120 °С протягом 3 годин. Змішування порошоків проводили в сталевих кульових млинах протягом 2 годин. Співвідношення компонентів вибиралося з стехіометричних розрахунків для отримання інтерметалідних фази γ -TiAl. Підготовлену таким чином, змішання реакційну суміш зважували на електронних вагах і засипали в ректор. Для компактування початкових заготовок використовували гідравлічний прес, що розвиває зусилля до 1,25 МН.

Процес пресування складався з двох стадій. Перша стадія – початкова, де з суміші вихідних порошоків в окремій прес-формі виготовляли шихтовий брикет. Тиск пресування складав 50 МПа, швидкість навантаження контролювали вручну і підтримували в діапазоні 1-5 кН/с. З метою більш рівномірного розподілу тиску пресування за об'ємом заготівлі була проведена витримка під тиском до 20 с. Щільність шихтової заготівлі склала 75-80%. При проведенні другої стадії брикет поміщали в реакційну прес-форму (матрицю гарячого пресування). Реакцію синтезу продукту проводили в режимі теплового самозаймання. У підігрітою заготівлі ініціювалася реакція синтезу, а по закінченню синтезу проводилося доущільнення (до щільності 0,99 від теоретичної і вище). У процесі отримання заготівель були оптимізовані параметри пресування гарячих продуктів синтезу: час витримки перед початком пресування, після закінчення синтезу, час витримки при максимальному тиску і зусилля пресування. По закінченню пресування проводилася ізотермічна витримка при температурі 1100 °С протягом 1,5-2 годин для регулювання співвідношенням структурних складових інтерметалідних сплаву.

Структуру зразків вивчали за допомогою оптичного та електронного растрового мікроскопів в відображених електронах на зразках, вирізаних з різних частин брикету електроерозійним способом. Фазовий склад зразків досліджувався методом рентгенівського фазового аналізу на установці ДРОН-3. Хімічний мікроаналіз основних структурних складових матеріалу виконували на растровому електронному мікроскопі SUPRA 40WDS. Дослідження проводили при прискореній напрузі 19 кВ, роздільної здатності 1 нм. Мікроаналіз виконували з поверхні труєного шліфа методом запису інтенсивності характеристичного рентгенівського випромінювання аналізованих хімічних елементів в певних точках і вздовж траєкторії сканування.

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). У зазначеному сплаві об'ємна частка α_2 -фази по відношенню 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 присутні 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 аналогічний встановленому раніше в роботах [7, 8].

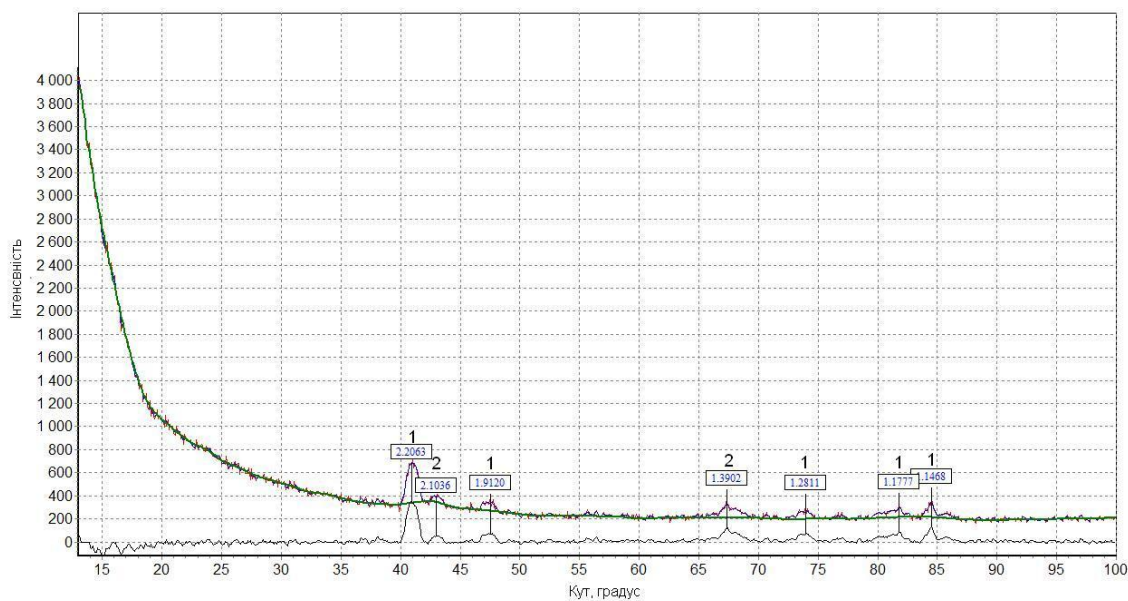


Рис. 1. - Дифрактограма синтезованого γ -TiAl сплаву: 1 – фаза γ -TiAl; 2 – α_2 - Ti_3Al

Металографічні дослідження показали, що в синтезуванні сплаві сформувалася двофазна структура. У сплаві зустрічаються поодинокі мікропори, наявність великих пор і тріщин не виявлено. Мікротвердість сплаву становить HV 3000-4000 МПа. Результати мікроаналізу виявило рівномірний і дрібнодисперсний розподіл алюмініду 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. Крім того, в структурі сплаву на тлі двофазної структури утворюються дисперсні світлі включення різної форми, які рівномірно розподілені в об'ємі матриці і мають підвищений вміст титану.

Таким чином високотемпературний синтез інтерметалідного з'єднання γ -TiAl в порошковій суміші чистих елементів в умовах СВС-пресування при тепловому вибуху, при мінімальному зовнішньому тиску на суміш, дозволив отримати інтерметалідний продукт синтезу із середнім розміром зерна 20-30 мкм. Збільшення ступеня пластичної деформації синтезованого під тиском інтерметалідного продукту в умовах СВС-екструзії дозволить на порядок знизити розмір зерна в кінцевому продукті (до 0,2-0,3 мкм) і сформувати в інтерметалідному сплаві субмікроструктурну зернисту структуру.

Із застосуванням мікрорентгеноспектрального аналізу визначали хімічний склад γ -TiAl сплаву в різних ділянках мікрошліфа 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 в масових відсотках: 42,13% Al і 57,52% Ti, що відповідає інтерметалідних фазі TiAl (γ -фаза) (рис. 3 а, спектр 3). Витягнуті, білі за кольором області, за результатами

мікрорентгеноспектрального аналізу (рис. 3 а, спектр 7) представляють собою інтерметаліди складу $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$, з вмістом елементів в масових відсотках: 22,62% Al і 77,38%.

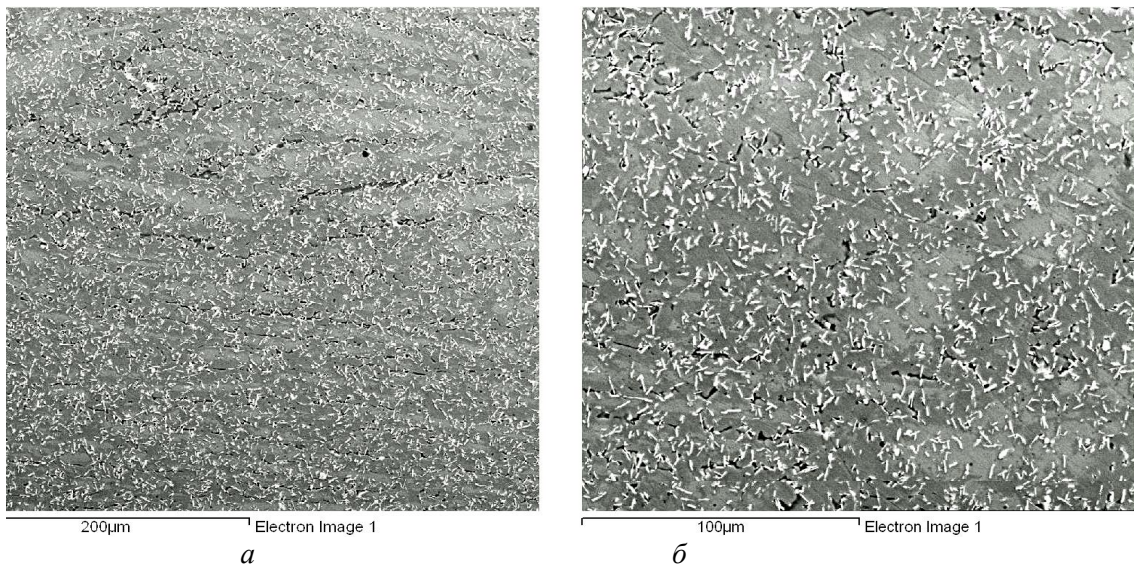


Рис. 2. - Мікроструктура сплаву системи TiAl: а - збільшення x100; б - x200

Поблизу цих включень, а в деяких випадках і всередині їх виявлені дисперсні фази. Показання локального хімічного аналізу (рис. 3 а, спектр 1) дозволили ідентифікувати їх як інтерметаліди $\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$, що містять в масових відсотках – 28,77% Al і 71,23% Ti. Це узгоджується з результатами, отриманими в роботі [10].

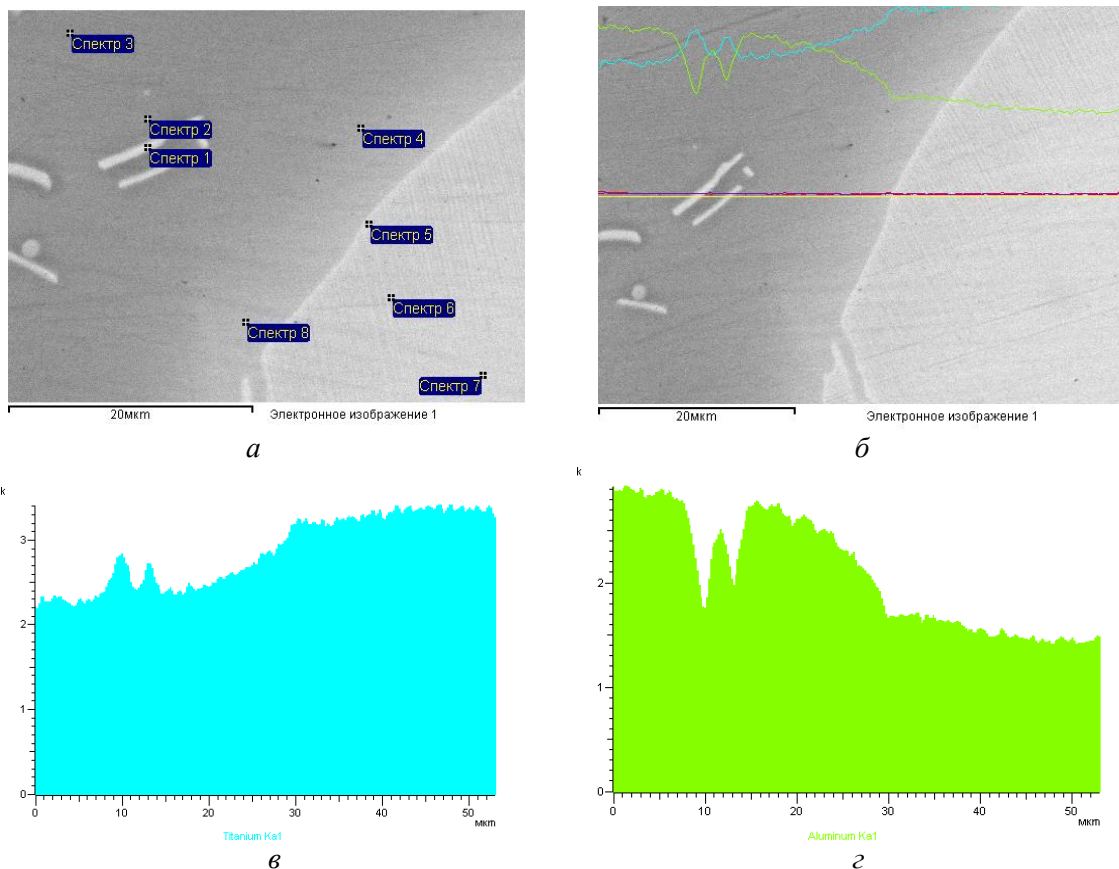


Рис. 3. - Результати мікрорентгеноспектрального аналізу $\gamma\text{-TiAl}$ сплаву: а - місця визначення локального хімічного аналізу сплаву; б - зміна інтенсивності випромінювання при русі по лінії; в - розподіл титану; г - розподіл алюмінію

Для уточнення отриманих даних проводили мікрорентгеноспектральний аналіз по лінії (рис. 3, б). У лівій частині траєкторії сканування відзначені піки алюмінію, що підтверджує кристалізацію інтерметалідних фази в сплаві в вигляді моноалюмініду титану γ -TiAl. Подальший рух по траєкторії сканування (рис. 3, в) в область фази витягнутої форми показує зростання вмісту титану і зменшення вмісту алюмінію (рис. 3, з). Це узгоджується з результатами локального аналізу і вказує на утворення інтерметалідної фази α_2 -Ti₃Al.

Результати мікрорентгеноспектрального аналізу дозволили довести отримання в γ -TiAl сплаві двофазної структури з інтерметалідними фазами γ -TiAl і α_2 -Ti₃Al. Також, встановлено, що внаслідок високої температури синтезу, в процесах СВС має місце самоочищення продукту від домішок, що зводить до мінімуму ймовірність появи домішкових атомів. Визначення на мікроскопі SUPRA 40WDS в СВС-сплаві кисню, вуглецю та інших домішок показало, що вони відсутні або не перевищує тисячних відсотка.

Висновки. Виконані дослідження дозволили встановити, що в процесі високотемпературного синтезу формується двофазна структура з інтерметалідними фазами γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al. В умовах СВС-пресування при тепловому вибуху, при мінімальному зовнішньому тиску на суміш, отримано інтерметалідний продукт синтезу із середнім розміром зерна 20-30 мкм. Збільшення ступеня пластичної деформації синтезованого під тиском інтерметалідного продукту в умовах СВС-екструзії дозволить на порядок знизити розмір зерна в кінцевому продукті (до 0,2-0,3 мкм) і сформувати в інтерметалідному сплаві субмікrokристалічну зернисту структуру.

Список використаних джерел:

1. Имаев В.М. Современное состояние исследований и перспективы развития технологий интерметаллидных γ -TiAl сплавов / В.М. Имаев, Р.М. Имаев, Т.И. Оленева // Письма о материалах. – 2011. – Т.1. – С. 25-31.
2. Ильин А.А. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справочник / А.А. Ильин, Б.А. Колочев, И.С. Полькин – М.: ВИЛС – МАТИ, 2009. – 520 с.
3. Lagos M. Synthesis of γ -TiAl by thermal explosion + compaction route: Effect of process parameters and post-combustion treatment on product microstructure / M. Lagos, I. Agote, M. Gutierrez [et al.] // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2010. – Vol. 19. - № 1. – P. 23-27.
4. Andreev D.E. Reactive sintering of Ti–Al and Ti–Al–Nb consolidated elemental blocks for use as consumable electrodes in vacuum arc melting / D. E. Andreev, V. N. Sanin, V. I. Yukhvid, A. E. Sytshev // International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis. – 2008. – Vol. 17. - № 2. – P. 136-143.
5. Shi Q. Synthesis, microstructure and properties of TiAl porous intermetallic compounds prepared by thermal explosion reaction / Q. Shi, B. Qin, P. Feng [et al.] // Royal Society of Chemistry. – 2015. - № 5. – P. 46339-46347.
6. Белоконь Ю.О. Термодинамічний аналіз протікання СВС-реакцій у системі «Титан-Алюміній» / Ю.О. Белоконь // Металургія: наукові праці Запорізької державної інженерної академії. – 2016. - № 2 (36). – С. 66-71.
7. Sereda B. The Processes Research of Structurization of Titan Aluminides Received by SHS / B. Sereda, I. Kruglyak, A. Zherebtsov, Y. Belokon' // Material Science and Technology. – Pittsburg, USA. – 2009. – P. 2069-2073.
8. Sereda B. The Modeling and Processes Research of Titan Aluminides Structurization Received by SHS Technology / B. Sereda, A. Zherebtsov, Y. Belokon' // TMS 2010. – Seattle. Washington, USA. – 2010. – P. 99-108.
9. Белоконь Ю.О. Моделирование деформационных и реологических параметров синтеза интерметаллидных сплавов в условиях СВС-пресування / Ю.О. Белоконь // Міжвузівський збірник Луцького національного технічного університету «Наукові нотатки». – 2016. - № 54. – С. 44-48.
10. Белоконь, Ю.О. Получение интерметаллидных титановых сплавов для деталей компрессора газотурбинных двигателей на основе метода самораспространяющегося высокоскоростного синтеза / Ю.А. Белоконь, Д.В. Павленко, С.Н. Пахолка // Вестник двигателестроения. – № 1. – 2016. – С. 72-79.

Рецензент:

Критська Тетяна Володимирівна, завідувач кафедри електронних систем Запорізької державної інженерної академії, доктор технічних наук, професор.

Стаття надійшла до реакції 15.03.2017