

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
**«БЕЛГОРОДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**  
( Н И У « Б е л Г У » )

ИНСТИТУТ ИНЖЕНЕРНЫХ И ЦИФРОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ  
КАФЕДРА МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЯ И НАНОТЕХНОЛОГИЙ

**ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ И ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЙ  
ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА  
СПЛАВА НА ОСНОВЕ ГАММА АЛЮМИНИДА ТИТАНА  
ЛЕГИРОВАННОГО РЗМ**

Выпускная квалификационная работа

обучающегося по направлению подготовки  
28.03.03 Наноматериалы  
очной формы обучения,  
группы 12001517  
Волокитиной Елены Ивановны

Научный руководитель  
д.т.н., проф. Салищев Г.А.

БЕЛГОРОД 2019

## СОДЕРЖАНИЕ

ВЕДЕНИЕ.....	3
ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ .....	4
1.1 Общие сведения об интерметаллидных сплавах на основе фаз $\gamma$ -TiAl и $\alpha_2$ -Ti <sub>3</sub> Al.....	4
1.2 Принципы легирования гамма сплавов .....	7
1.3 Влияние термической обработки на микроструктуру сплава.....	9
1.4 Механические свойства сплавов на основе гамма алюминида титана .....	10
2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ .....	13
2.1 Материал исследования .....	13
2.2 Пробоподготовка .....	13
2.3 Термическая обработка и горячая деформация .....	14
2.5 Растровая электронная микроскопия.....	16
2.6 Просвечивающая электронная микроскопия.....	17
3. ПРАКТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ .....	18
3.1 Анализ изменения фазового состава и количества фаз от температуры нагрева сплава.....	18
3.2 Исследование фазовых превращений и критических точек в сплаве с помощью экспериментальных методов исследования.....	20
3.3 Микроструктура и механические свойства литого сплава Ti-43,2Al-2V-1Nb-1Zr-0,2Gd-0,2B .....	23
3.3 Исследование механических свойств сплава при испытании на растяжение .....	26
3.3 Исследование механических свойств сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B при испытании на сжатие .....	39
3.4 Анализ экономической целесообразности проведения работ .....	49
ВЫВОДЫ .....	52
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	53

## ВЕДЕНИЕ

Современные передовые авиа и двигателестроительные корпорации уделяют пристальное внимание поиску новых конструкционных сплавов на основе гамма алюминидов титана, которые бы сочетали в себе низкую плотность, стойкость к окислению, высокую удельную прочность и жаропрочность. Одними из наиболее перспективных материалов для практического применения, являются  $\beta$ -затвердевающие сплавы на основе гамма алюминидов титана. Они представляют собой многокомпонентные системы, которые помимо титана и алюминия могут содержать такие легирующие элементы, как Cr, Nb, Zr, Mo, V, Mn, W, Ta, B, C, S и PЗМ. Однако несмотря на то, что сплавы на основе  $\gamma$ -TiAl обладают уникальным комплексом механических свойств в сочетании с низким удельным весом [1]. Проблемой применения этих сплавов остаются их низкая пластичность в широком интервале температур. Для повышения механических свойств и сохранения, при этом, требуемой жаропрочности необходимо решить вопросы, связанные с выбором конкретных композиций сплавов и структурных состояний, а также оптимизировать технологический процесс получения заготовки и режимы термической обработки.

Цель работы: исследование влияния термической и термомеханической обработки на микроструктуру и механические свойства сплава на основе  $\gamma$ -TiAl легированного редкоземельным металлом

Для достижения поставленных целей в работе решались следующие задачи:

1. Смоделировать фазовую диаграмму сплава
2. Исследование влияния параметров микроструктуры на механические свойства сплава
3. Исследование деформационного рельефа после испытаний на сжатие сплава с различным межпластинчатым расстоянием

## ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

### 1.1 Общие сведения об интерметаллидных сплавах на основе фаз $\gamma$ -TiAl и $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al

На рисунке 1.1 представлена центральная часть диаграммы титан-алюминий характеризующаяся наличием широких областей твердых растворов на основе  $\alpha$ -,  $\beta$ -Ti и интерметаллида TiAl( $\gamma$ ). В твердом состоянии протекают процессы упорядочения, связанные с образованием, таких фаз как Ti<sub>3</sub>Al( $\alpha_2$ ) и TiAl( $\gamma$ ) [1]. Анализируя диаграмму также можно видеть, что кристаллизация сплавов зависит от содержания алюминия и они могут затвердевать либо через перитектические реакции  $\text{Ж}+\beta\rightarrow\alpha$  и/или  $\text{Ж}+\alpha\rightarrow\gamma$  при содержании Al>45%, либо через  $\beta$ -фазу при содержании Al<45% ( $\text{Ж}+\beta\rightarrow\beta$ ).

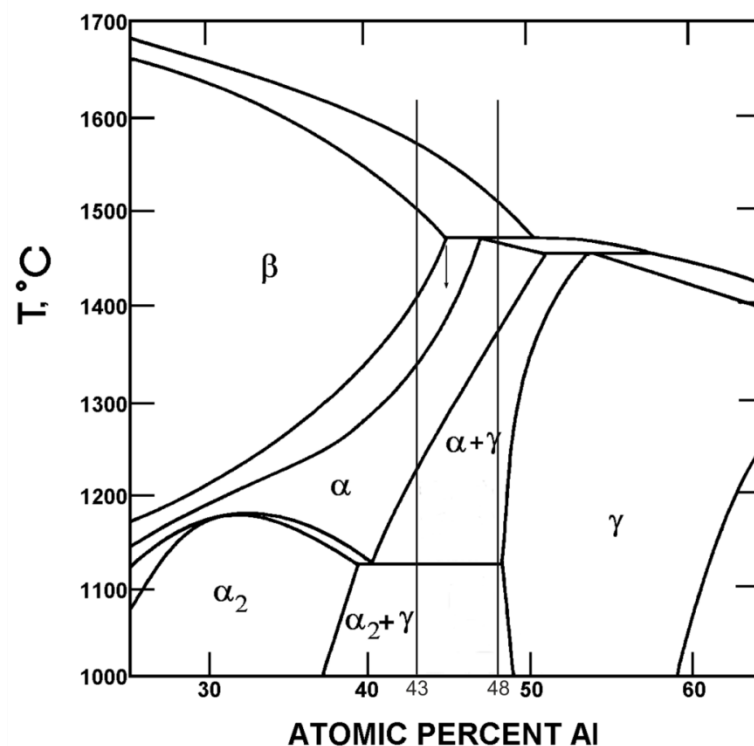


Рис. 1.1 Центральная часть диаграммы состояния Ti-Al.

Сплавы, затвердевающие через перитектические реакции, в частности сплав с содержанием алюминия 48%, кристаллизующийся в следующей последовательности:  $\text{Ж}\rightarrow\text{Ж}+\beta\rightarrow\text{Ж}+\alpha\rightarrow\alpha\rightarrow\alpha+\gamma\rightarrow\alpha_2+\gamma$ , (Рис.1.1)

характеризуются острой текстурой, крупным размером колоний, сильной химической неоднородностью. Затвердевание же полностью через  $\beta$ -фазу (43% Al), характеризуется химически однородной мелкозернистой структурой, отсутствием текстуры. Кристаллизация в последовательности:  $\text{Ж} \rightarrow \text{Ж} + \beta \rightarrow \beta + \alpha \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$ . При  $\beta \rightarrow \alpha$  превращении реализуется множество ориентационных вариантов  $\alpha$ -зерен, повышается скорость гетерогенного зарождения  $\alpha$ -фазы, а также снижается линейной скорости роста фаз.

В целом, анализируя диаграмму состояния можно видеть, что в сплавах на основе  $\gamma$ -TiAl могут быть получены разные типы структурных состояний. В зависимости от технологии получения заготовок (слиток или компактированные гранулы), режимов горячей деформации (температура, степень, схема) и режимов термообработки (температура, время выдержки). В литературе выделяют главным образом три типа структур (рис. 1.1) [1].

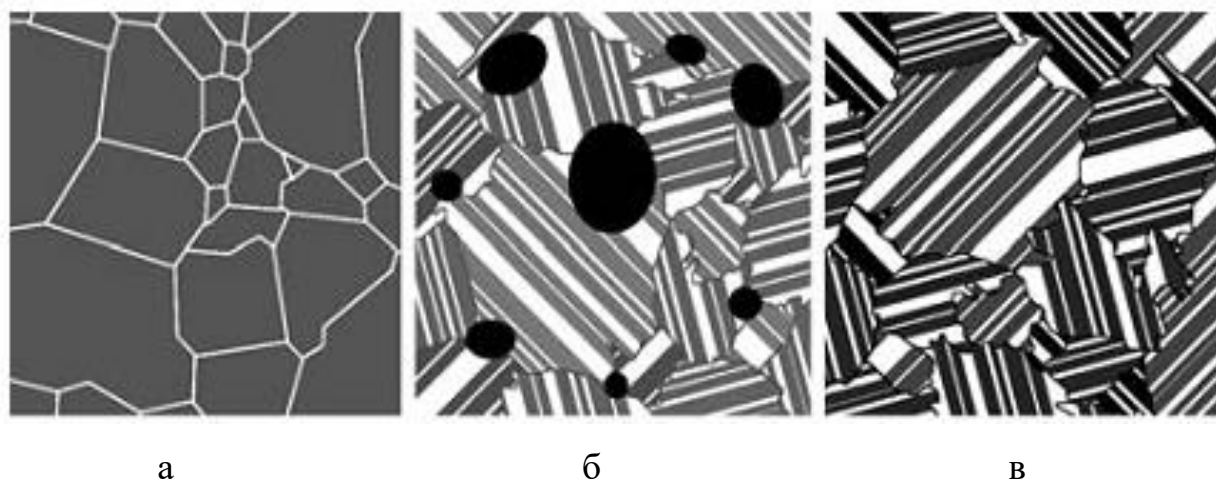


Рис. 1. 2 Схематическое изображение основных типов микроструктур в TiAl: а – гамма (зеренная), б – дулексная, в – пластинчатая [1]

Первый тип – зеренная структура ( $\gamma$ -структура). Она состоит из рекристаллизованных зерен  $\gamma$ -фазы и частиц  $\alpha_2$ -фазы различной морфологии.

Размеры и объемные доли  $\alpha_2$  и  $\gamma$ -фаз, можно регулировать содержанием алюминия и температурой обработки.

Второй тип – дуплексная структура, состоящая из пластинчатых колоний и частиц  $\gamma$ -фазы по их границам. Такая структура является промежуточной между полностью пластинчатой и равноосной. Этот тип структуры можно получить с помощью термической обработки в двухфазной ( $\alpha+\gamma$ ) фазовой области деформированного сплава. При термической обработке в ( $\alpha+\gamma$ ) фазовой области микроструктура представлена  $\alpha$ -зернами и частицами  $\gamma$ -фазы, с увеличением температуры доля  $\gamma$ -фазы снижается. Такая зависимость позволяет варьировать объемной долей  $\gamma$ -фазы при термической обработке. Следует отметить, что сплавы с дуплексной структурой, в которых объемная доля равноосных зерен  $\sim 50\%$ , заметно уступают по жаропрочности и вязкости разрушения сплавам с полностью пластинчатой структурой [1].

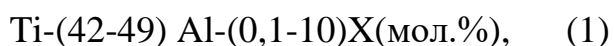
Третий тип – пластинчатая структура: первичная пластинчатая микроструктура  $\gamma/\alpha_2$  формируется из метастабильной  $\alpha$  посредством реакции по типу образования зародышей пластин  $\gamma$ -фазы и их роста. В этой реакции ориентационное соотношение между  $\alpha_2$  матрицей и выделениями  $\gamma$  строго подчиняется соотношению, введенному Блэкберном [6],  $\{111\}\gamma//\{0001\}\alpha_2$ ,  $[110]\gamma//\langle 11\bar{2}0\rangle\alpha_2$ . Поэтому ориентационному соотношению плотно упакованные плоскости и направления двух фаз параллельны друг другу. Однако, другие плотно упакованные направления  $[101]\gamma$  не совсем строго параллельны  $\langle 11\bar{2}0\rangle\alpha_2$ , из-за тетрагональности структуры  $\gamma$ -фазы. Габитусная плоскость  $\gamma$  пластин является плотноупакованной плоскостью  $\alpha_2$  матрицы. Так как имеется только одна габитусная плоскость в одном предшествующем  $\alpha$  зерне, все пластины выстраиваются параллельно, не зависимо от участков их зарождения. Это приводит к образованию пластинчатой структуры с совершенным выравниванием чередующихся пластин, хотя механизмом образования является зарождение и рост.

Таким образом, механизмом образования  $\gamma/\alpha_2$  пластинчатой структуры является выделение  $\gamma$ -пластин в  $\alpha$ -матрице. Этот механизм вовлекает два процесса превращения: выделение  $\gamma$ -фазы в  $\alpha$ - или  $\alpha_2$ -матрице и упорядочение  $\alpha$  в  $\alpha_2$ . Доказательством является то, что выделения  $\gamma$  могут подавляться с помощью быстрого охлаждения, тогда как упорядочение  $\alpha_2$  – нет [7].

Пластинчатая структура формируется в слитках кристаллизующихся со скоростью  $\sim 1^\circ\text{C}/\text{с}$  и  $\sim 10^3^\circ\text{C}/\text{с}$  [8] и в процессе термической обработки при температуре нагрева выше температуры  $T_\gamma$ , которая соответствует переходу из двухфазной ( $\alpha+\gamma$ ) области в однофазную  $\alpha$  область. В зависимости от скоростей кристаллизации и охлаждения размер пластинчатых колоний, толщина  $\gamma$  пластин и  $\alpha_2$  прослоек изменяется в широком диапазоне [8-9].

## 1.2 Принципы легирования гамма сплавов

В общем виде состав гамма сплавов может быть описан следующей формулой:



где X- Cr, Nb, Mo, V, Mn, W, Ta, B, C, S и PЗМ

Влияние легирующих элементов очень разнообразно. Одни элементы образуют твердый раствор в  $\gamma$ -TiAl, при их введении может изменяться свойства  $\gamma$  фазы, за счет изменения энергии дефекта упаковки или коэффициента диффузии. Другие элементы вводят в целях получения фаз, которые могут действовать в качестве упрочняющих выделений, способствовать измельчению структуры во время кристаллизации, повышать стабильность структуры и препятствовать росту зерен. Кроме того, легирующие элементы можно классифицировать как  $\alpha(\alpha_2)$ -,  $\beta$ - и  $\gamma$ -стабилизирующие, введение которых расширяют соответствующие области на диаграмме. Отметим, что некоторые элементы могут быть одновременно стабилизаторами двух фаз. Например, Nb, Mo, W, V являются  $\beta$ -

стабилизаторами, Mn, Fe, Cr – одновременно  $\beta$ - и  $\gamma$ -стабилизаторами, Si, C –  $\alpha$ -стабилизаторами. Расширение  $\beta$ -области при введении  $\beta$ -стабилизирующих добавок приводит к снижению температуры  $\beta \rightarrow \alpha$  превращения. [] Введение тугоплавких добавок приводит к повышению температуры плавления сплава, что ведет за собой смещение линий ликвидус и солидус в сторону повышенных температур [1].

В настоящее время уделяется большое внимание изучению влияния редкоземельных металлов (РЗМ) на структуру и свойства интерметаллидных сплавов [13-22]. Редкоземельные элементы, обладая большим сродством к кислороду, являются внутренними геттерами, в значительной мере снижают концентрацию растворенного кислорода и других вредных примесей. В работе [13] при исследовании влияния РЗМ на структуру и содержание растворенного кислорода в сплавах на основе гамма алюминидов титана показано, что при легировании лантаном в количестве 0,17 ат.% содержание кислорода, в результате образования оксидов, было снижено в четыре раза [14]. Кроме того в работе [15] показано, что образующиеся оксиды способствуют уменьшению размера зерна и снижению межпластинчатого расстояния. Также в работах [13,15,16] показано, что частицы, содержащие РЗМ, оказывают тормозящее действие на рост зерен альфа фазы при высокотемпературной термической обработке, тем самым являясь эффективным модификатором измельчения структуры сплавов не только после литья, но и после термической обработки. Авторы в работе [17] на примере бинарного сплава Ti-44Al показали, что с увеличением содержания РЗМ размер пластинчатых колоний уменьшается. Также сделали вывод, что Gd является оптимальным легирующим элементом. Во-первых, размер пластинчатых колоний при легировании Gd оказался минимальным. Во-вторых при увеличении содержания в сплаве гадолиния по сравнению с другими элементами (лантала, церия и неодима) размер колоний растет не так быстро с увеличением содержания РЗМ.



В работах [18-19] были проведены исследования сплавов Ti-43Al, Ti-48Al, Ti-40Al-16Nb микролегированных (Sc и La), результаты показали значительный прирост прочности при повышенных температурах, а также положительное влияние микролегирования РЗМ на сопротивление окислению сплавов при температурах 800-1000°C. При исследовании механического поведения сплава Ti-47Al легированного Y, авторы показывают, что максимум прочности и пластичности при комнатной температуре соответствуют содержанию Y 0,3-0,5 ат.%, с увеличением же содержания Y обе характеристики снижаются. В работе [20] отмечено, что добавка 0,3 ат.% Y в сплавы Ti-43Al-9V и Ti-45Al-5Nb, обеспечила более мелкозернистую структуру после горячей деформации. Авторами [21] при исследовании бинарного сплава Ti-48Al, легированного 0,25 ат.% Nd, установлено, что легирование Nd приводит к образованию оксидов при кристаллизации и последующей термической обработке, образующиеся частицы привели к повышению сопротивления ползучести и прочности сплава. Следует отметить также, что практически все РЗМ являются сильными гомофильными элементами [22-23], т.е. снижающими уровень граничной свободной энергии, снимая какую-то часть упругих искажений решетки. Это может влиять на замедление процессов собирательной рекристаллизации и сфероидизации в сплавах, микролегированных поверхностно-активными элементами.

### 1.3 Влияние термической обработки на микроструктуру сплава

Для повышения технологических и эксплуатационных свойств литых заготовок из ( $\alpha_2+\gamma$ )-сплавов обычно используют термическую и/или термомеханическую обработку. Такая обработка в сочетании с определенным легированием направлена на получение однородной полностью пластинчатой, или дуплексной структуры, состоящей из колоний  $\alpha_2/\gamma$  пластин и равноосных  $\gamma$ -зерен.

Известно, что условия кристаллизации заметно влияют на структуру слитка. Скорость охлаждения слитка влияет на форму и размеры пластинчатых колоний, размеры фаз по границам колоний и на межпластинчатое расстояние. Однако существует возможность изменять параметры пластинчатой структуры в слитке и после кристаллизации [24]. Это может быть осуществлено несколькими путями.

Первым путем является термическая обработка в однофазной  $\alpha$  области, позволяющая получить полностью пластинчатую структуру. Положительной стороной данного метода является относительная дешевизна обработки. Минусом данного метода является сложность контролирования роста зерен при выдержке в  $\alpha$  фазовой области, что приводит к большим размерам ( $\gamma+\alpha_2$ ) колоний. Эффективным способом снижения скорости роста зерен является введение легирующих элементов, которые приводят к образованию боридов, силицидов, оксидов, снижающих рост  $\alpha$ -зерен. [17]

Еще одним методом позволяющим устранить указанный выше недостаток является деформационная обработка в защитной оболочке при температуре выше  $T_\alpha$  (экструзия, горячая деформация) [25-26]. Минимальный размер колоний, полученный данными способами, составляет  $\sim 20$  (9) мкм после горячей экструзии [27-28]. При этом данный метод является значительной степени дорогостоящим и технологически сложным. Более того данный метод неизбежно ведет к анизотропии механических свойств по причине возникновения кристаллографической текстуры [ ].

Наиболее эффективным способом получения структуры с мелким размером колоний является комбинированная обработка, заключающаяся в деформации при более низких температурах в ( $\alpha_2+\gamma$ ) фазовой области, с последующей термической обработкой в  $\alpha$  области. [28]

#### 1.4 Механические свойства сплавов на основе гамма алюминидов титана

Известно, что параметры структуры влияют на механические свойства материала. Так на рисунке 1.3 представлена зависимость механических свойств при растяжении от температуры для разных структурных состояний сплавов на основе гамма алюминидов титана [11].

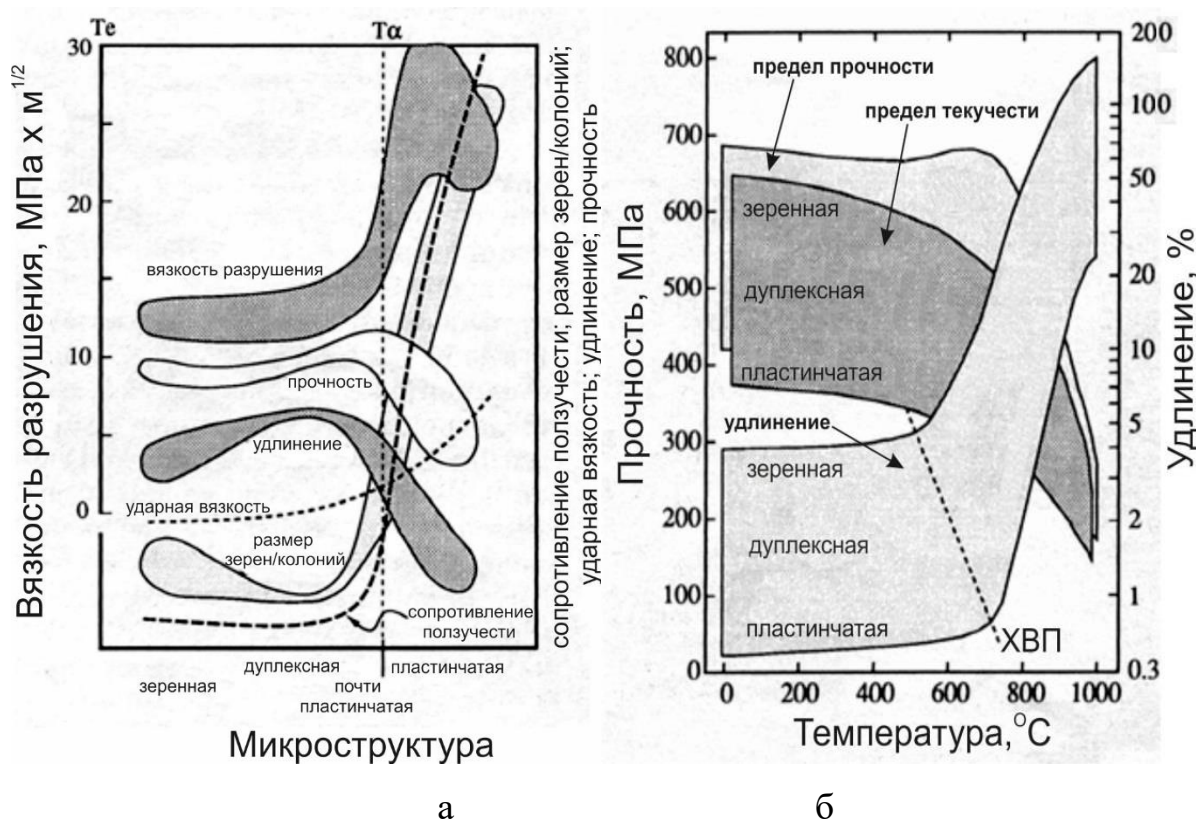


Рис. 1.3 Зависимость механических свойств от температуры для сплавов на основе гамма алюминидов титана с разными микроструктурными состояниями [11].

Можно видеть, что диапазоне 550-750°С все типы микроструктур характеризуются наличием хрупко-вязкого перехода (рис. 1.3). При пониженных температурах пластинчатая структура обладает низкими свойствами, а зеренная наоборот – высокими пластичностью и прочностью. При повышенных же температурах пластинчатая структура характеризуется значительно большей вязкостью разрушения. А сопротивление ползучести такой структуры в разы выше, чем для остальных типов структур.

Исследование [12] показало, что пластинчатая структура с малым размером колоний, может обладать наилучшим сочетанием механических свойств в широком интервале температур. Так получение мелкозернистой пластинчатой структуры с размером 22 мкм демонстрирует удлинение при комнатной температуре 4,7%,  $\sigma_B = 1010$  МПа. Авторы [12], основываясь на этих данных, предполагают, что можно достичь удовлетворительную пластичность при комнатной температуре, посредством получения пластинчатые структуры с размером  $\leq 40$  мкм. Деформационное поведение сплавов на основе  $\gamma$ -TiAl значительно зависит от температуры. С увеличением температуры активизируется больше систем скольжения и дислокации [13].

Для каждого конкретного случая, деформационное поведение сплавов может отличаться так как существенное влияние на него оказывают такие величины как: размер и объемная доля  $\gamma/\alpha_2$  колоний; межпластинчатое расстояние между  $\gamma$  и  $\alpha_2$  пластинами; размер, объемная доля и морфология фаз по границам колоний.

## 2. МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКИ

### 2.1 Материал исследования

В качестве исходного материала для экспериментального исследования был использован интерметаллидный сплав на основе гамма алюминида титана с номинальным составом Ti-43,2Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr-0,2Gd-0,2B. Химический состав исследуемого сплава представлен в таблице 2.1.

Таблица 2.1

Химический состав исследуемого сплава в атомных %

Ti	Al	Nb	V	Zr	Gd	B
ост.	43,20	1,10	1,91	1,03	0,20	0,2

### 2.1 Расчет фазового состава сплава

Расчет фазового состава проводился с помощью программы ThermoCalc с использованием базы данных TTTIAL1. Данная база предназначена для расчета фазового состава многокомпонентных гамма-сплавов.

### 2.2 Пробоподготовка

Подготовка образцов для исследования структуры методами сканирующей электронной микроскопии осуществлялась на шлифовально-полировальных станках LaboPol-5 фирмы StruersA/S следующим образом:

1. Механической шлифовка образцов на наждачной бумаге с последовательным уменьшением зернистости (#320-#2500) и сменой направления шлифования (на 90°);
2. Полировка образцов на полировочных дисках, покрытыми тонким сукном с использованием суспензия DiaDue Struers( 3 и 1 мкм);

3. Окончательный этап полировки образцов с использованием суспензии на основе SiC (0,05 мкм), которая одновременно травит поверхность образца и не требуется дальнейшее использование химических реактивов.

4. Образцы для испытаний на механические свойства после механической шлифовки дополнительно подвергались электролитической полировке на установке LectroPol – 5.

При работе на шлифовально-полировальных станках для надёжного крепления обрабатываемого образца, использовались зажимы и струбцины. Подготовка образцов осуществлялась с использованием средств индивидуальной защиты: (халат, защитные очки, респиратор, резиновые перчатки, нескользящие ботинки).

### 2.3 Термическая обработка и горячая деформация

Для горячей деформации из слитка были вырезаны заготовки размером 20×20×30 мм, которые были продеформированы с при температуре 1050°C и начальной скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  суммарная степень деформации составила 300%. Деформацию проводили с помощью испытательной машины Instron 300LX, оснащенной печью для нагрева до температуры 1200°C. Объемная доля рекристаллизованных зерен в образцах составила 98%, средний размер зерен 1,3 мкм. С целью получения набора микроструктурных состояний с различными микроструктурными параметрами, а именно размером колоний и межпластинчатый расстоянием, проводились отжиги в  $\alpha$ -фазовой области ( $T=1200^\circ\text{C}$ ) различной продолжительности (10, 20 минут) с дальнейшим охлаждением на воздухе и старение в  $\alpha_2+\gamma$ -фазовой области (800-1000°C) продолжительностью 6-96 часов и охлаждением с печью.

Работы, проводимые на потенциально опасном оборудовании, проводились со строгим соблюдением правил техники безопасности согласно ГОСТ 12.2.003 и 12.3.019.

1. Использование защитной одежды и тары;
2. Проведение испытаний на расстоянии не менее одного метра от машины с использованием заградительных щитков;
3. Избегание контакта с элементами нагретых до высоких температур;
4. Строгий контроль температур выбранных для испытания;

#### 2.4 Методика проведения механических испытаний

Механические испытания на растяжение образцов сплавов проводили согласно ГОСТ 1497-84 «Металлы. Метод испытания на растяжение». Для испытания были использованы плоские образцы с длиной рабочей части 16 мм и поперечным сечением 1,5x3 мм. Деформацию осуществляли по схеме одноосного растяжения с помощью универсальной испытательной машины Instron 5882, оборудованной печью с максимальной температурой нагрева 1200°C. Испытания проводились в интервале температур от 25°C до 1000 °C, с начальной скоростью деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ . Для проведения испытаний на сжатие из заготовок на электроэрозионном станке Sodick AQ300L вырезали образцы размером 4x4x6 мм<sup>2</sup>. Изотермическую осадку образцов проводили при температуре 25°C в испытательной машине Instron 300LX, оснащенной печью для нагрева до 1200°C, до разрушения с начальной скоростью деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$ .

В ходе проведения механических испытаний были соблюдены меры по технике безопасности.

1. Подготовка образцов и испытательной машины перед началом работ;
2. Использование средств индивидуальной защиты;
3. Проведение испытаний на расстоянии не менее одного метра от машины;

4. Избегание контакта с образцом, установленным в захват испытательной установки и находящегося под нагрузкой.

## 2.5 Растровая электронная микроскопия

Для получения информации о структуре поверхности был использован сканирующий электронный микроскоп FEI Quanta 600. Съёмку проводили в режиме дифракции обратно отраженных электронов при ускоряющем напряжении 30kV. Перед проведением исследований фазового контраста в сканирующем электронном микроскопе, на объектив устанавливается детектор обратных электронов, который определяет распределения фаз в исследуемом образце. Исследуемый образец помещается в вакуумную камеру и закрепляется в держателе. Далее создается вакуум ( $\sim 10^{-3} \div 10^{-4}$  Па) в камере, и выбираются режимы съёмки. Затем выбирается рабочее напряжение и ток пучка. После чего, осуществляется выбор места съёмки и производится съёмка микроструктуры. Проведение детального анализа структурных составляющих сплава проводилось при больших увеличениях.

При проведении исследований на РЭМ руководствовались нормами радиационной безопасности НРБ-76, основными санитарными правилами ОСП-2/80.



## 2.6 Просвечивающая электронная микроскопия

Для проведения исследований на просвечивающем электронном микроскопе (JEM-2100 с ускоряющим напряжением 200 кВ) из образцов были вырезаны тонкие пластины толщиной 300 мкм, после чего при помощи шлифовально-полировальной установки LaboPol-5 доводились до толщины 90-100 мкм. Из тонких пластин были вырезаны диски диаметром 3 мм, которые подвергались струйной электролитической полировке прибором «TenuPol-5». В качестве электролита использовался раствор из соляной кислоты 60 мл, бутанола 360 мл и 660 мл метилового спирта при напряжении 27 В и температуре -32°C. Готовые фольги промывали в дистиллированной воде и тщательно просушивали.

Работы проводились с включенными вытяжными шкафами в специально оборудованном помещении с хорошей вентиляцией и постоянным доступом к воде. При работе с реактивами использовалась специальная одежда, перчатки и защитные очки.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1 Анализ изменения фазового состава и количества фаз от температуры нагрева сплава

На рисунке 3.1 представлена смоделированная диаграмма состояния для  $\beta$ -затвердевающего сплава Ti-43,2Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr-0,2Gd-0,2B. Рассмотрим превращения, протекающие в сплаве в процессе охлаждения. Наблюдается простой характер кристаллизации: после образования первичных кристаллов  $\beta$ -фазы затвердевание заканчивается в однофазной  $\beta$ -области. При 1487°C начинается полиморфное превращение  $\beta \rightarrow \alpha$  и сплав становится двухфазным  $\beta + \alpha$  до температуры 1435°C. Ниже этой температуры сплав содержит лишь одну  $\alpha$ -фазу, вплоть до 1246°C, когда начинается выделение вторичной  $\gamma$ -фазы, после чего обнаруживаются две фазы:  $\alpha$  и  $\gamma$ . На смоделированной диаграмме наблюдается расщепление эвтектоидной горизонтали и наличие трехфазной  $\alpha + \alpha_2 + \gamma$ -области в узком диапазоне 1046°C-1036°C. После окончания эвтектоидного превращения  $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$  сплав содержит  $\alpha_2$ - и  $\gamma$ -фазы.

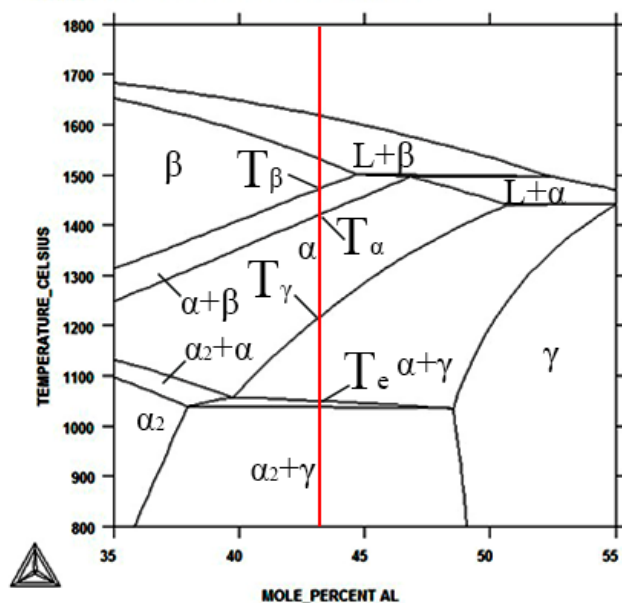


Рис. 3.1 Политермическое сечение центральной части диаграммы Ti-Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr. Вертикальная линия соответствует содержанию алюминия 43,2 ат.%

С помощью программы Thermo-Calc возможен расчет изменения фазового состава и количества фаз от температуры нагрева для определенного сплава. На рисунке 3.2 представлена зависимость изменения массовой доли фаз сплава Ti-43,2Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr (ат.%). После кристаллизации через  $\beta$ -фазу сплав претерпевает полиморфное превращение  $\beta \rightarrow \alpha$  при температуре 1482°C. Ниже температуры 1435°C доля  $\alpha$  фазы достигает 100%. Образование  $\gamma$ -фазы наблюдается при температуре 1219°C, с понижением температуры её объемная доля непрерывно растет и достигает 63% при 500°C. В интервале температур 1054-1044°C наблюдается эвтектоидное превращение в результате которого происходит упорядочение  $\alpha$  фазы.

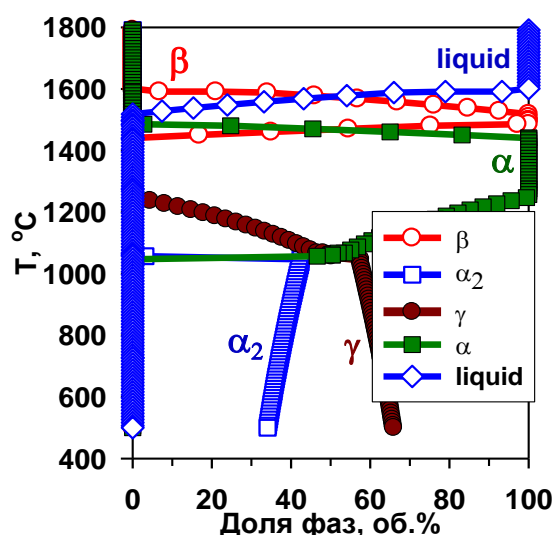


Рис.3.2 Расчетные зависимости объемных долей фаз в сплаве Ti-43,2Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr (ат.%) от температуры

### 3.2 Исследование фазовых превращений и критических точек в сплаве с помощью экспериментальных методов исследования

Для определения температур фазовых превращений была выполнена дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) и дилатометрия. В таблице 3.1 сопоставлены температуры критических точек, определенные теоретически и экспериментально.

Таблица 3.1

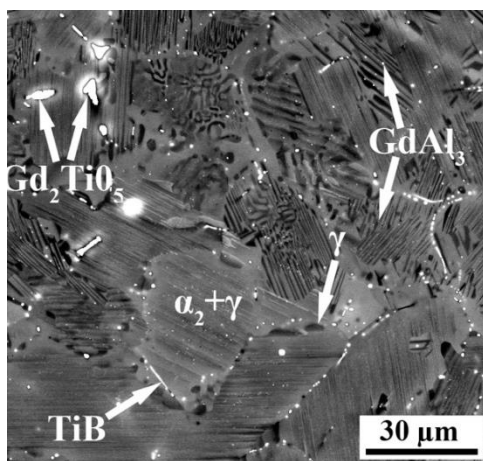
Температуры фазовых превращений сплава Ti-43,2Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr-0,2Gd-0,2B определенные расчетным методом и экспериментально

Метод	Температура фазовых превращений, °C				
	$T_{\omega}$	$T_e$	$T_{\gamma}$	$T_{\alpha}$	$T_{\beta}$
Расчетный	-	1044-1054	1219	1435	1482
ДСК	830	1115-1125	1182	1220	1420
Дилатометрия	770	1109-1132	1180	1201	1435

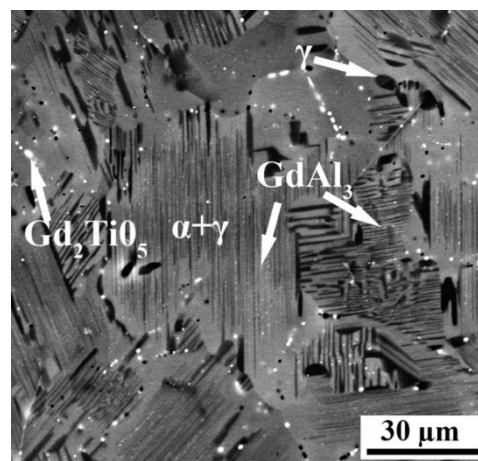
Выявлено различие теоретических и экспериментальных значений критических точек. В целом расхождения температур критических точек не

очень велико за исключением температуры перехода сплава в двухфазную  $\alpha+\beta$  область при нагреве. По всей вероятности, причиной является несовершенство существующих термодинамических баз. В силу чего необходимо дальнейшее исследование температур критических точек и последовательности фазовых превращений с помощью анализа изменений микроструктуры при нагреве. Стоит отметить, что в связи с ограниченными возможностями термодинамического моделирования на смоделированной диаграмме состояния отсутствуют  $\omega$ -фаза, фазы обогащенные гадолинием и бориды. Температура растворения  $\omega$ -фазы была определена экспериментально ( $T_\omega$ ).

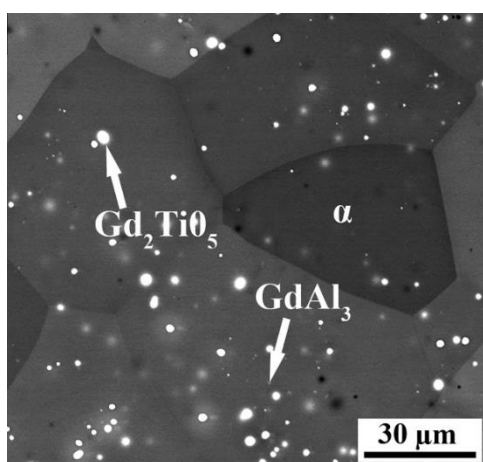
Из-за расхождения в значениях критических точек (Таблица 3.1) было проведено уточнение положения фазовых областей с помощью пробных закалок. Образцы нагревали до температур 1100°C, 1150°C, 1200°C и 1250°C с временем выдержки 2 часа с последующей закалкой в воду для фиксации высокотемпературной микроструктуры (рис. 3.3). После нагрева при температуре 1100°C ( $\alpha_2+\gamma$ - фазовая область) наблюдается растворение смеси ( $\beta+\omega$ ) фаз и в отдельных колониях видно увеличение расстояния между пластинами. Нагрев при  $T=1150^\circ\text{C}$  ( $\alpha+\gamma$ - фазовая область) приводит к росту их объемной доли. После нагрева при 1200°C наблюдаются равноосные  $\alpha$ -зерна со средним размером  $\sim 50$  мкм. Нагрев при температуре 1250°C приводит к формированию прослоек  $\beta$ -фазы по границам колоний. Средний размер  $\alpha$ -зерен после нагрева и закалки составил  $\sim 35$  мкм. Стоит отметить, что морфология и размер фаз  $\text{GdAl}_3$ ,  $\text{Gd}_2\text{TiO}_5$ ,  $\text{TiB}$  и  $\text{TiB}_2$  не изменяются после термической обработки в исследованном интервале температур (1100-1250°C).



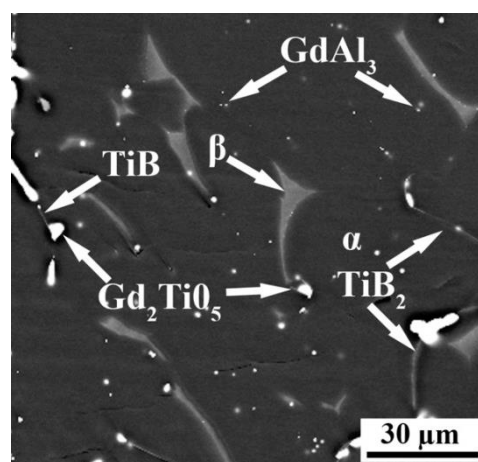
а



б



в



г

Рис.3.3 Микроструктура сплава Ti-43,2Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr-0,2Gd-0,2V после нагрева продолжительностью 2 часа при различных температурах и закалки в воду: а) 1100 °С, б) 1150 °С, в) 1200 °С, г) 1250 °С.

Таким образом, представленные результаты подтверждают, что использование программного обеспечения Thermo-Calc позволяет строить диаграммы состояния, которые дают лишь качественную картину конфигурации фазовых областей и последовательности фазовых превращений. Программный продукт не предсказывает точно фазовый состав в низкотемпературной области диаграммы. Наблюдаемые изменения микроструктуры в процессе нагрева и выдержки, а именно изменение объемных долей фаз и нелинейное изменение размера  $\alpha$ -зерен с увеличением

температуры нагрева указывают на необходимость исследования кинетики и механизмов роста зерен/частиц фаз при нагреве в различных фазовых областях.

### 3.3 Микроструктура и механические свойства литого сплава Ti-43,2Al-2V-1Nb-1Zr-0,2Gd-0,2B

На рисунке 3.4 а представлена микроструктура литого сплава Ti-43,2Al-2V-1Nb-1Zr-0,2Gd-0,2B. Микроструктура сплава в основном состоит из ( $\alpha_2+\gamma$ ) пластинчатых колоний, окруженных частицами  $\gamma$ -фазы,  $\beta$ -фазы, двух типов фаз обогащенных Gd ( $Gd_2TiO_5$  или  $GdAl_3$ ) и двух типов боридов (TiB и TiB<sub>2</sub>). Размер колоний ( $\alpha_2+\gamma$ ) составил приблизительно 20 мкм, межпластинчатое расстояние составило в среднем 70 нм. Фазы  $\gamma$  и  $\beta$  представлены, в основном, как тонкие прослойки между пластинчатыми колониями. Общая объемная доля  $\gamma$ - и  $\beta$ -фаз составила 1%. Частицы фаз обогащенных Gd распределены неравномерно, в микроструктуре присутствует два типа таких частиц: первый представляет собой сферические частицы с размером от 10 нм до 1-2 мкм, второй тип частиц представлен в виде прослоек по границам зерен с толщиной до нескольких микрометров, такие прослойки могут создавать локальную метку по границам колоний (рис. 3.4 а, б). Частицы боридов присутствуют в виде усов и лент, расположенных по границам колоний, их толщина не превышает 100 нм (рис. 3.4 б). Суммарная объемная доля частиц обогащенных Gd и боридов не превышает 2%. Стоит отметить, что в структуре литого сплава присутствуют поры с размером от 0,5 до 200 мкм, их распределение не равномерно, основное скопление пор наблюдается в центре слитка (рис. 3.4 б).

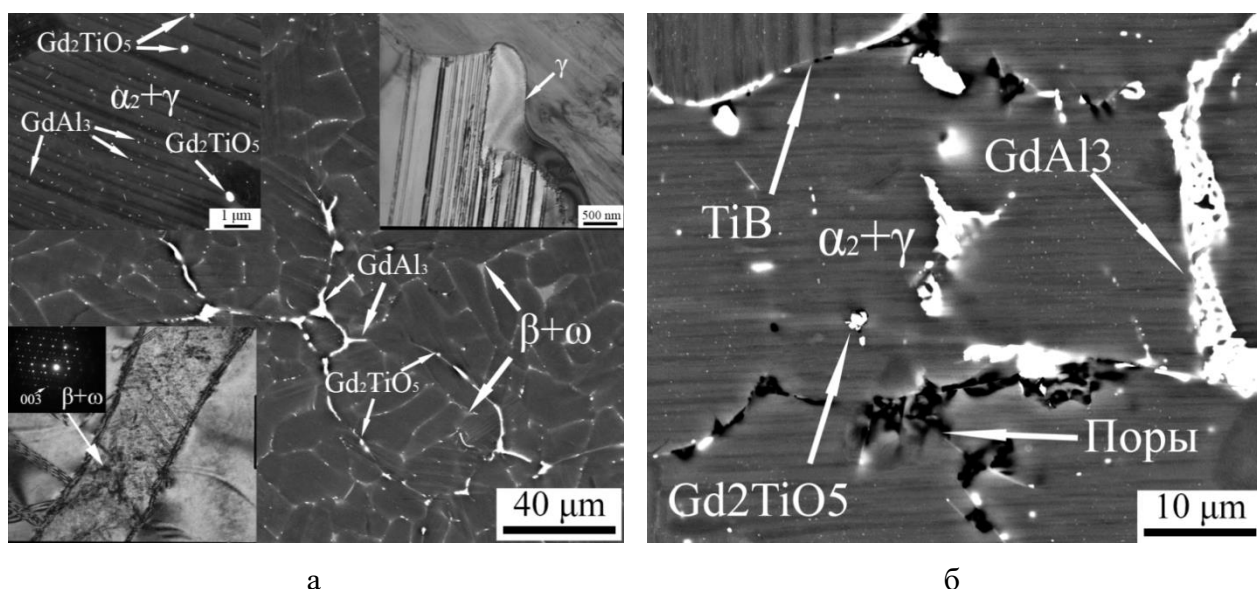


Рис. 3.4 Микроструктура литого сплава Ti-43,2Al-2V-1Nb-1Zr-0,2Gd-0,2B

Механические испытания на растяжение образцов сплава в литом состоянии были проведены в области температур от 25°C до 1000°C (таблица 3.2). Видно, что при комнатной температуре и вплоть до  $T=900^{\circ}\text{C}$  относительное удлинение не достигает и 1%, при этом его прочность монотонно снижается с ростом температуры. При  $T=950^{\circ}\text{C}$  наблюдается заметный рост пластичности до 6,9%, которая при 1000°C уже равна 68,6%. Таким образом, хрупко-вязкий переход в сплаве распространяется вплоть до  $T=950^{\circ}\text{C}$ . Это отчетливо видно на рис. 3.5, демонстрирующем зависимость прочности и относительного удлинения от температуры деформации. Результаты показывают, что разупрочнение сплава связано с деградацией пластинчатой микроструктуры, обусловленной как ускорением диффузионных процессов с ростом температуры, так и протеканием фазового превращения  $\gamma \rightarrow \alpha_2$  [19]. Низкая пластичность в литом состоянии обусловлена не только присутствием хрупких  $\gamma$  и  $\alpha_2$  фаз, но и их пластинчатой морфологией. Очевидно, наличие боридов, алюминидов и оксидов гадолиния, которые располагаются по границам колоний, а также пор негативно сказывается на этой характеристике.



Таблица 3.2.

Механические свойства литого сплава Ti-43,2Al-2V-1Nb-1Zr-0,2Gd-0,2B в зависимости от температуры

Температура, °С	25	800	900	950	1000
$\sigma_{0,2}$ , МПа	-	380	305	165	110
$\sigma_B$ , МПа	483*	387	374	297	188
$\delta$ , %	0,1	0,2	0,6	6,9	68,6

\*- предельное напряжение.

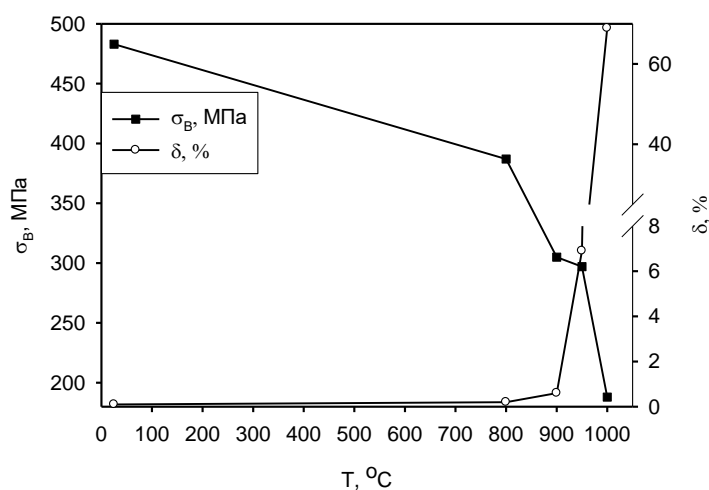


Рис. 3.5 Зависимость предела прочности и пластичности литого сплава Ti-43,2Al-1,9V-1,1Nb-1,0Zr-0,2Gd-0,2B от температуры деформации.

На рисунке 3.6 представлены кривые напряжение - деформация. Видно, что форма кривых существенно зависит от температуры испытаний. Вплоть до 800°С разрушение образцов происходит при небольшой пластической деформации – не более 0,2%, поэтому основная часть кривой – прямолинейная - соответствует упругой деформации. С температуры 950°С характер кривой деформации резко меняется: после стадии упрочнения наступает быстрое разупрочнение, а при нагреве до 1000°С добавляется протяженная стадия разупрочнения.

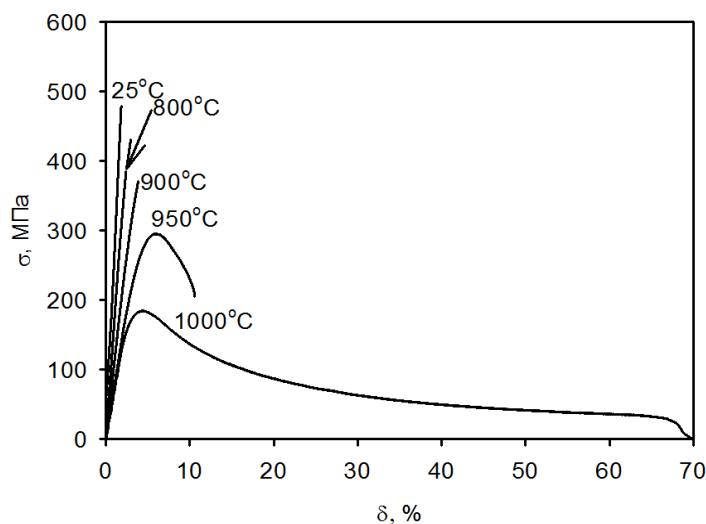


Рис. 3.6 Кривые напряжение-деформация, полученные при испытаниях литого сплава на растяжение в интервале температур 25-1000°C ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ )

Таким образом, проведенное исследование механического поведения литого сплава на основе гамма алюминидов титана, легированного гадолинием и бором показывает, что образцы сплава претерпевают хрупкое разрушение в широком интервале температур от комнатной температуры вплоть до 900°C, а при более высоких температурах наблюдается переход к вязкому разрушению. Сплав показывает невысокие значения прочности при комнатной температуре, несмотря на довольно малый размер колоний 20 мкм. Сравнивая полученные значения прочности с имеющимися в литературе [19], можно утверждать, что, вероятно, дефекты структуры, а именно поры, грубые частицы оксидов и алюминидов гадолиния, боридов приводят к заметной потере в значениях этой характеристики.

### 3.3 Исследование механических свойств сплава при испытании на растяжение

Термомеханической обработкой с последующей термической обработкой, были получены состояния со следующими микроструктурными параметрами: 1.  $D_{\text{кол}}=19 \text{ мкм}$ ,  $\lambda=11\text{нм}$ ; 2.  $D_{\text{кол}}=22 \text{ мкм}$ ,  $\lambda=100\text{нм}$ ; 3.  $D_{\text{кол}}=30 \text{ мкм}$ ,  $\lambda=100\text{нм}$ ; 4.  $D_{\text{кол}}=50 \text{ мкм}$ ,  $\lambda=100\text{нм}$ ; 5.  $D_{\text{кол}}=24 \text{ мкм}$ ,  $\lambda=800\text{нм}$ ;

Механические испытания на растяжение сплава после термомеханической обработки и старения были проведены в области температур от 25°C до 900°C с начальной скоростью деформации  $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ , образцы для испытаний были вырезаны перпендикулярно направлению оси деформации на последнем этапе термомеханической обработки. Результаты испытаний представлены ниже.

На рисунке 3.7 представлена микроструктура сплава после изотермическойковки 1050°C, отжига  $T=1200^\circ\text{C}$   $\tau=10$  минут, и старения  $T=800^\circ\text{C}$   $\tau=6$  часов со средним размером пластинчатых колоний 19 мкм и межпластинчатым расстоянием 11 нм. Видно, что в микроструктуре отсутствуют прослойки алюминидов гадолиния по границам колоний, объемная доля пор также значительно снижена по сравнению с литым состоянием (рис. 3.6). В микроструктуре можно выделить частицы оксидов и алюминидов сферической формы, расположенных вдоль направления пластического течения.

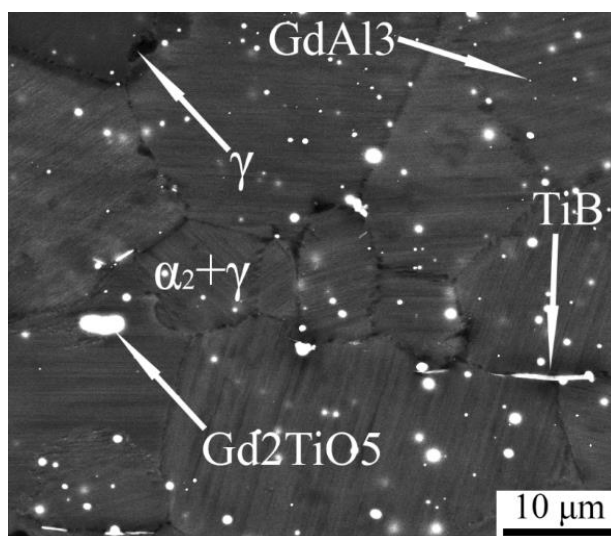


Рис.3.7 Микроструктура литого сплава после изотермическойковки 1050°C, отжига  $T=1200^\circ\text{C}$   $\tau=10$  минут, и старения  $T=800^\circ\text{C}$   $\tau=6$  часов с  $D_{\text{кол}}=19$  мкм и  $\lambda=11$  нм

Из таблицы (3.2) видно, что при комнатной температуре и вплоть до  $T=800^\circ\text{C}$  пластичности образцы не имеют, при этом прочность монотонно снижается с ростом температуры. Стоит отметить, что прочность и

пластичность сплава при повышенных температурах значительно выше, чем в литом и термически обработанном состояниях.

Таблица 3.3

Механические свойства сплава после термомеханической обработки и нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения  $T=800^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=6$  часов в интервале температур  $25-950^{\circ}\text{C}$  с  $D_{\text{кол.}}=19$  мкм и  $\lambda=11$  нм

$T, ^{\circ}\text{C}$	25	600	700	800	900	950
$\sigma_{0,2}, \text{МПа}$	825	-	-	-	225	155
$\sigma_{\text{В}}, \text{МПа}$	840	620	580	485	495	315
$\delta, \%$	0,4	0,0	0,0	0,0	7,5	60,1

На рисунке 3.8 представлены кривые напряжение – деформация сплава с  $D_{\text{кол.}}=19$  мкм и  $\lambda=11$  нм. Видно, что форма кривых не зависит от температуры испытаний вплоть до  $800^{\circ}\text{C}$ . С дальнейшим повышением температуры испытания после стадии упрочнения на кривых обнаруживается стадия разупрочнения, а при  $T=950^{\circ}\text{C}$  наблюдается протяженная стадия разупрочнения.

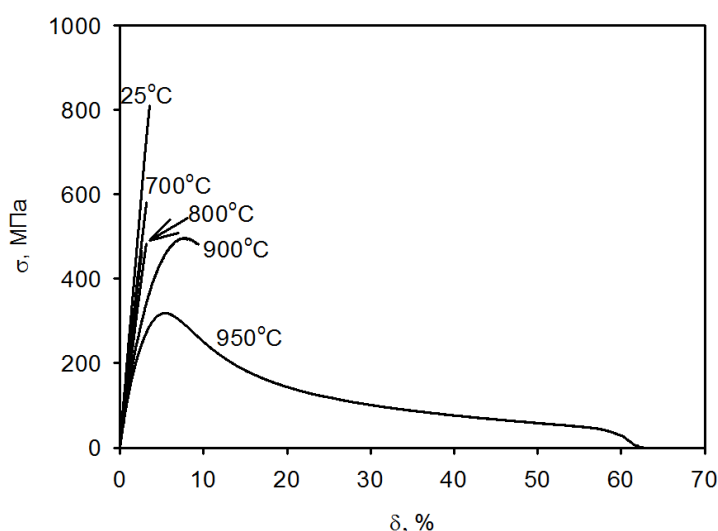


Рис.3.8 Кривые напряжение-деформация сплава после термомеханической обработки и нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения

$T=800^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=6$  часов в интервале температур  $25-950^{\circ}\text{C}$  с  $D_{\text{кол.}}=19$  мкм и  $\lambda=11\text{нм}$

Из рисунка 3.9 видно, что прочность и относительное удлинение существенно зависят от температуры. Прочность монотонно снижается с ростом температуры, относительное удлинение находится на низком уровне вплоть до  $900^{\circ}\text{C}$ , после чего наблюдается резкий рост пластичности.

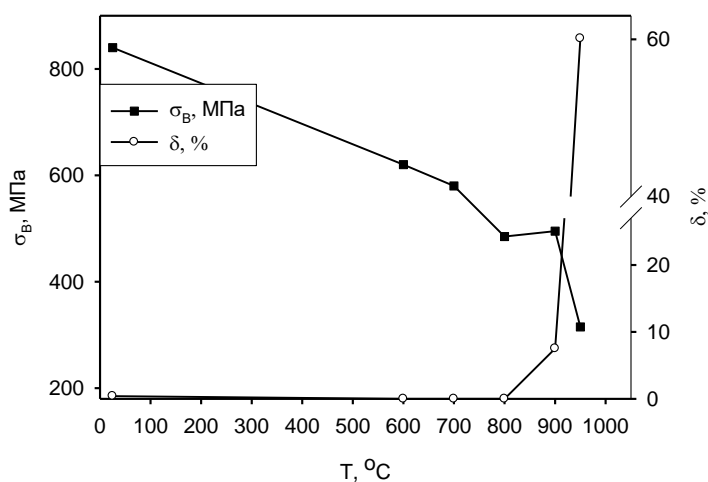


Рис.3.9 Зависимость предела прочности и пластичности сплава после термомеханической обработки и нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения  $T=800^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=6$  часов в интервале температур  $25-950^{\circ}\text{C}$  с  $D_{\text{кол.}}=19$  мкм и  $\lambda=11\text{нм}$  от температуры.

После термомеханической обработки, отжига  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов, получена пластинчатая микроструктура со средним размером  $(\alpha_2+\gamma)$  колоний  $22\text{мкм}$  и межпластинчатым расстоянием  $\sim 100\text{нм}$ , микроструктура сплава представлена на рисунке 3.9

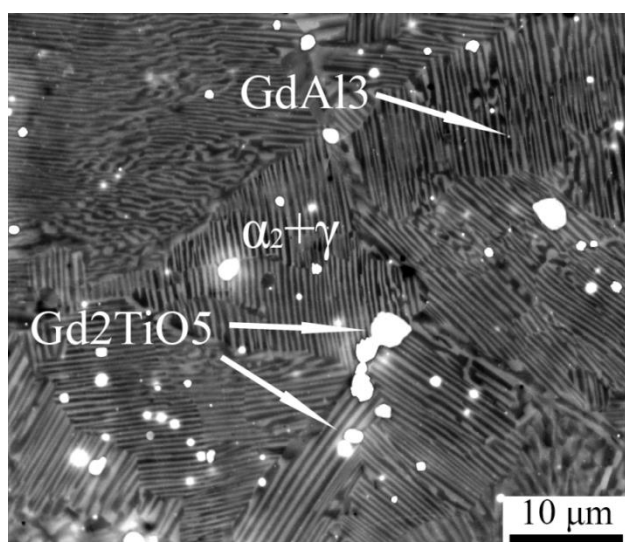


Рис.3.10 Микроструктура сплава после термомеханической обработки, нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов с  $D_{\text{кол.}}=22$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$

Результаты испытаний представлены в таблице 3.3. Прочность сплава при комнатной температуре достигает 860МПа и снижается с ростом температуры, значительное падение прочности наблюдается при  $T=900^{\circ}\text{C}$  ( $\sigma_{\text{в}}= 275$  МПа). Относительное удлинение при комнатной температуре достигает 2,9%, с ростом температуры до  $800^{\circ}\text{C}$  наблюдается его снижение. Заметное повышение относительного удлинения до 73%, наблюдается при температуре  $900^{\circ}\text{C}$ .

Таблица 3.4

Механические свойства сплава после термомеханической обработки, нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов в интервале температур  $25-900^{\circ}\text{C}$  с  $D_{\text{кол.}}=22$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$

T, °C	25°C	600°C	700°C	800°C	900°C
$\sigma_{0,2}$ , МПа	780	640	650	510	220
$\sigma_{\text{в}}$ , МПа	860	800	690	630	275
$\delta$ , %	2,9	1,1	0,6	2,5	73,0

Из рисунка 3.11 видно, что с ростом температуры вплоть до 800°C, тип кривых напряжение-деформация не меняется, происходит хрупкое разрушение и кривые обрываются на стадии упрочнения. Повышение температуры до 900°C приводит к падению прочности сплава и наличию протяженной стадии разупрочнения.

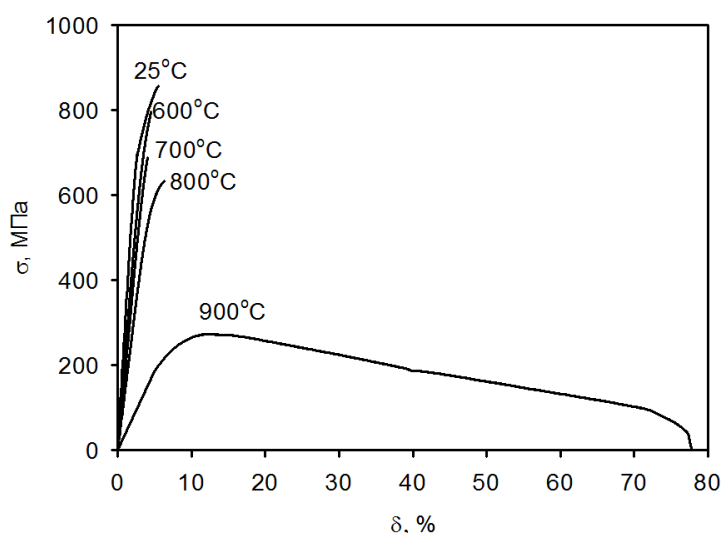


Рис.3.11 Кривые напряжение-деформация сплава с  $D_{\text{кол.}}=22$  мкм и  $\lambda=100$  нм в интервале температур 25-900°C

На рисунке 3.12 представлены зависимости предела прочности и относительного удлинения от температуры. Видно, что уже при комнатной температуре прочность сплава составляет  $\sigma_B=860$  МПа и остается на достаточно высоком уровне вплоть до 800 °С. После чего наблюдается падение прочности до 275 МПа. Относительное удлинение при  $T=25$  °С достигает 2,9% с увеличением температуры до  $T=600-700$ °С пластичность сплава несколько снижается. Такое поведение сплава может быть связано с окислением образцов и структурной неоднородностью. При повышении температуры до  $T=900$ °С относительное удлинение достигает 73%.

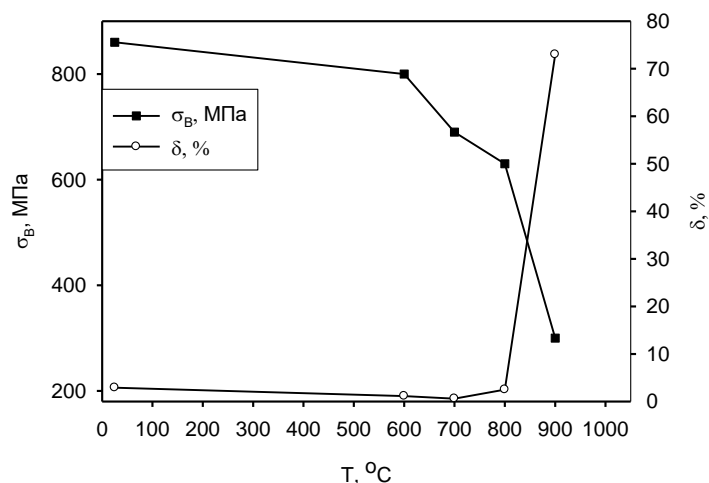


Рис.3.12 Зависимость предела прочности и пластичности сплава после термомеханической обработки и нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов в интервале температур  $25-900^{\circ}\text{C}$  ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ )  $D_{\text{кол.}}=22$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$  от температуры.

Для оценки влияния размера колоний на механические свойства сплава в широком интервале температур была получена пластинчатая микроструктура со средним размером  $\alpha_2+\gamma$  колоний 30 мкм и межпластинчатым расстоянием  $\sim 100\text{нм}$  (рис. 3.13).

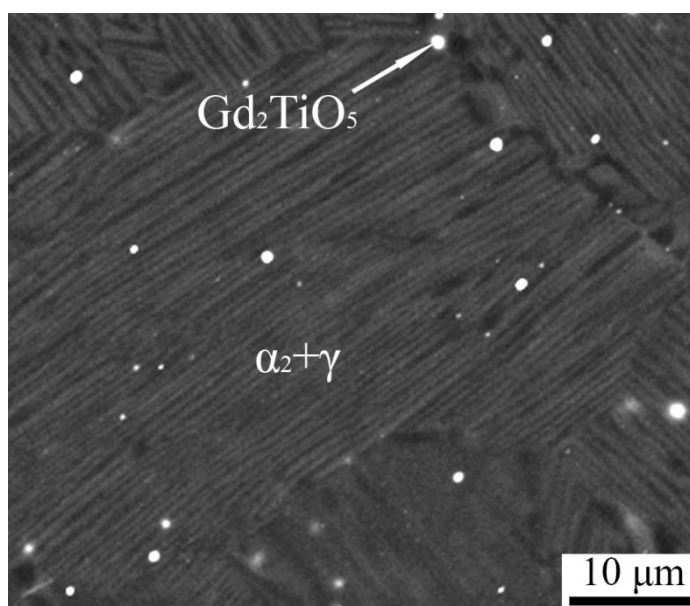


Рис.3.13 Микроструктура сплава после термомеханической обработки и нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 20 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов.  $D_{\text{кол.}}=30$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$



Из таблицы 3.4 видно, что прочность сплава при комнатной температуре достигает 780МПа и снижается с ростом температуры, значительное падение прочности наблюдается при T=900°C. Относительное удлинение при комнатной температуре достигает 0,9%, с ростом температуры до 800°C происходит увеличение  $\delta$  до 1,5%. При температуре 900°C наблюдается рост относительного удлинения до 51%.

Таблица 3.45

Механические свойства сплава после термомеханической обработки и нагрева T=1200°C выдержки 20 минут и последующего старения T=900°C,  $\tau=48$  часов в интервале температур 25-900°C ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ )  $D_{\text{кол.}}=30$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$

T, °C	25°C	700°C	800°C	900°C
$\sigma_{0,2}$ , МПа	740	630	540	170
$\sigma_B$ , МПа	780	710	640	350
$\delta$ , %	0,9	0,6	1,5	51,0

На рисунке 3.14 представлены кривые напряжение – деформация. Видно, что форма кривых существенно зависит от температуры испытаний, на кривых присутствует стадия упрочнения, с ростом температуры до 900°C наблюдается падение прочности сплава и протяженная стадия разупрочнения.

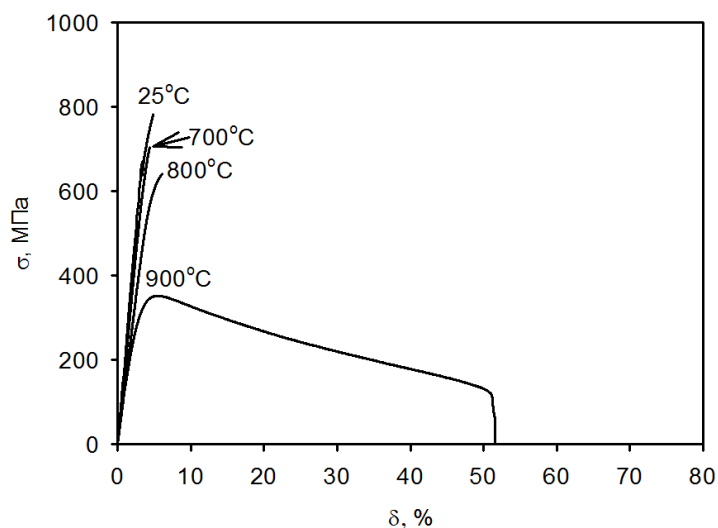


Рис. 3.14 Кривые напряжение-деформация полученные при испытаниях на растяжение сплава после термомеханической обработки и нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 20 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов в интервале температур  $25-900^{\circ}\text{C}$  ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ )  $D_{\text{кол.}}=30$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$

На рисунке 3.15 представлены зависимости предела прочности и относительного удлинения от температуры. Видно, что при  $T=25^{\circ}\text{C}$  предел прочности сплава составляет  $\sigma_B=780\text{МПа}$ , с повышением температуры снижается, но остается в пределах 700 МПа вплоть до  $T=800^{\circ}\text{C}$ , при  $T=900^{\circ}\text{C}$  достигает  $\sigma_B=350\text{МПа}$ . комнатной температуре относительное удлинение достигает 0,9%, с увеличением температуры Пластичность сплава с увеличением температуры до  $T=700^{\circ}\text{C}$ . При  $T=900^{\circ}\text{C}$  наблюдается скачек, относительное удлинение достигает  $\delta=51\%$ .

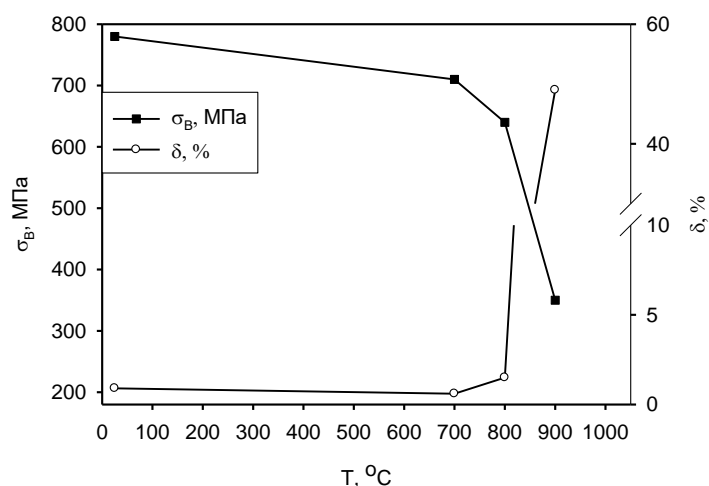


Рис.3.15 Зависимость предела прочности и пластичности сплава после термомеханической обработки и нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 20 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов в интервале температур 25-900°C с  $D_{\text{кол.}}=30$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$  от температуры.

После термомеханической обработки сплава, нагрева до  $T=1200^{\circ}\text{C}$  с выдержкой 10 минут и последующего старения  $T=1100^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=96$  часов была получена микроструктура со средним размером пластинчатых колоний 24 мкм и межпластинчатым расстоянием 800 нм. (Рис.3.16)

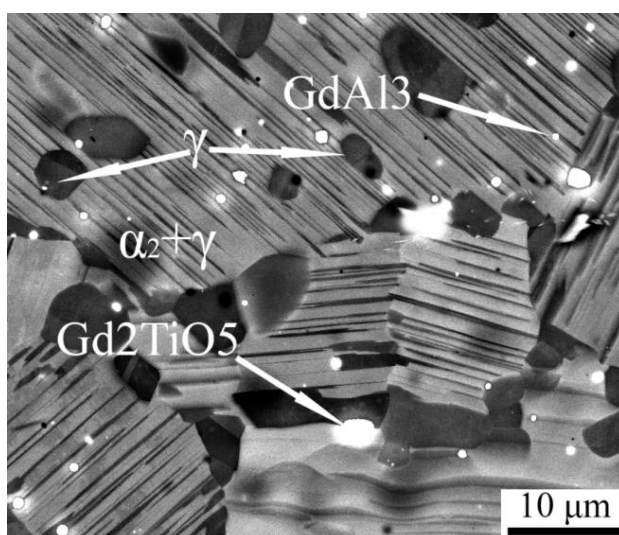


Рис. 3.16 Микроструктура сплава после термомеханической обработки, нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  с выдержкой 10 минут и последующего старения  $T=1100^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=96$  часов с  $D_{\text{кол.}}=24$  мкм и  $\lambda=800\text{нм}$

Из таблицы 3.5 видно ,что прочность сплава при комнатной температуре достигает 680МПа и снижается с ростом температуры, значительное падение прочности наблюдается при T=900°C. Относительное удлинение при комнатной температуре достигает 0,9%, с ростом температуры до 700°C происходит увеличение  $\delta$  до 1,9%. При температуре 800°C наблюдается рост относительного удлинения до 10,3%.

Таблица 3.6

Механические свойства сплава после термомеханической обработки и нагрева T=1200°C выдержки 10 минут и последующего старения T=1100°C,  $\tau=96$  часов в при температуре 25°C с  $D_{\text{кол.}}=24$  мкм и  $\lambda=800$ нм

T, °C	25°C	600°C	700°C	800°C	900°C
$\sigma_{0,2}$ , МПа	640	540	480	455	330
$\sigma_B$ , МПа	680	780	690	620	420
$\delta$ , %	0,9	1,9	1,9	10,3	36,8

На рисунке 3.17 представлены кривые напряжение – деформация. Видно, что форма кривых существенно зависит от температуры испытания, на кривых присутствует стадия упрочнения, с ростом температуры до 600°C наблюдается увеличение прочности сплава и ее дальнейшее снижение с ростом температуры. В интервале температур 800-900°C на кривых наблюдается стадия разупрочнения.

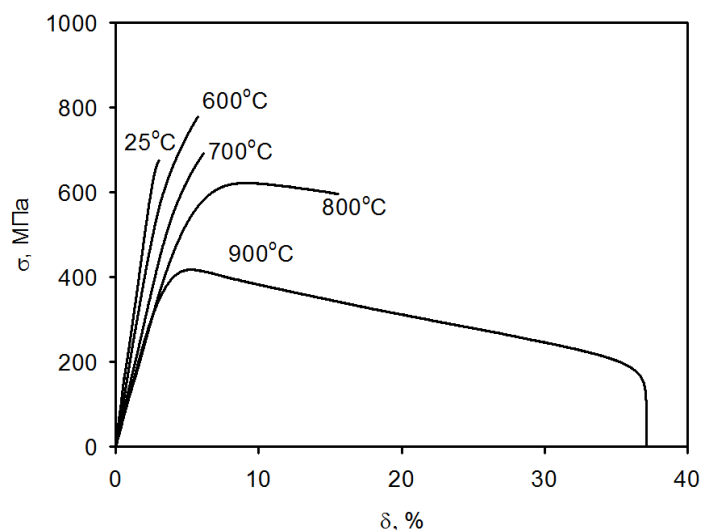


Рис. 3.17 Кривые напряжение-деформация сплава после термомеханической обработки, нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и последующего старения  $T=1100^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=96$  часов в интервале температур 25- $900^{\circ}\text{C}$  с  $D_{\text{кол.}}=24$  мкм и  $\lambda=800$  нм

На рисунке 3.18 представлены зависимости предела прочности и относительного удлинения от температуры. Видно, с увеличением температуры до  $T=600^{\circ}\text{C}$  предел прочности сплава повышается, достигает пика и с ростом температуры до  $T=900^{\circ}\text{C}$  понижается, в то время как относительное удлинение растет.

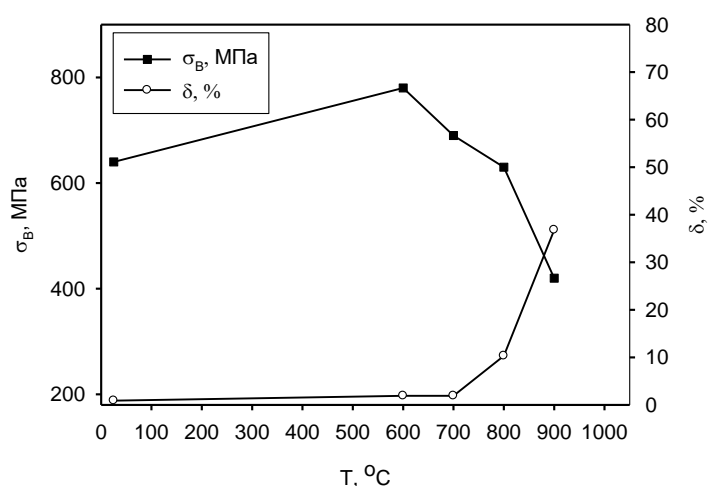


Рис. 3.18 Зависимость предела прочности и пластичности сплава после термомеханической обработки, нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 10 минут и

последующего старения  $T=1100^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=96$  часов в интервале температур 25-  
 $900^{\circ}\text{C}$  с  $D_{\text{кол.}}=24$  мкм и  $\lambda=800\text{нм}$  от температуры

На рисунке 3.19 приведена микроструктура сплава со средним  
 размером пластинчатых колоний 50 мкм.

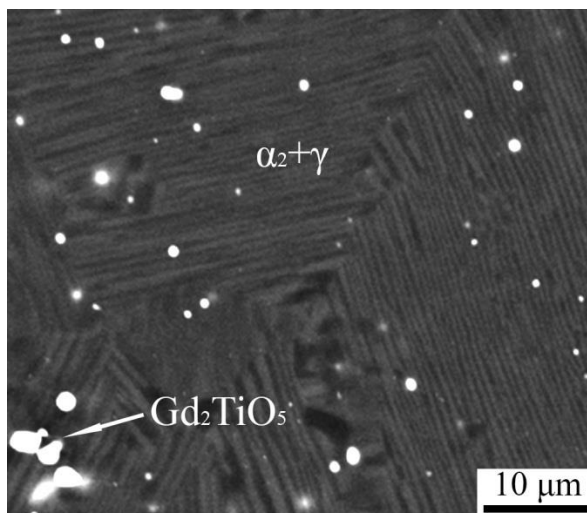


Рис.3.19 Микроструктура сплава после термомеханической обработки,  
 нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$ , выдержки 60 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  
 $\tau=48$  часов с  $D_{\text{кол.}}=50$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$

Механические испытания сплава были проведены при комнатной  
 температуре. Результаты испытаний представлены в таблице 3.6 . Видно, что  
 прочность сплава достигает 720МПа, а относительное удлинение лишь 0,3%.

Таблица 3.7

Механические свойства сплава после термомеханической обработки,  
 нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$  выдержки 60 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  
 $\tau=48$  часов с  $D_{\text{кол.}}=50$  мкм и  $\lambda=100\text{нм}$

Температура, $^{\circ}\text{C}$	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_{\text{в}}$ , МПа	$\delta$ ,%
25	700	720	0,3

На рисунке 3.20 представлена кривая напряжение – деформация.  
 Видно, что на кривой присутствует участок, отличающийся от

прямолинейного хода в упругой области, свидетельствующий о начале пластической деформации.

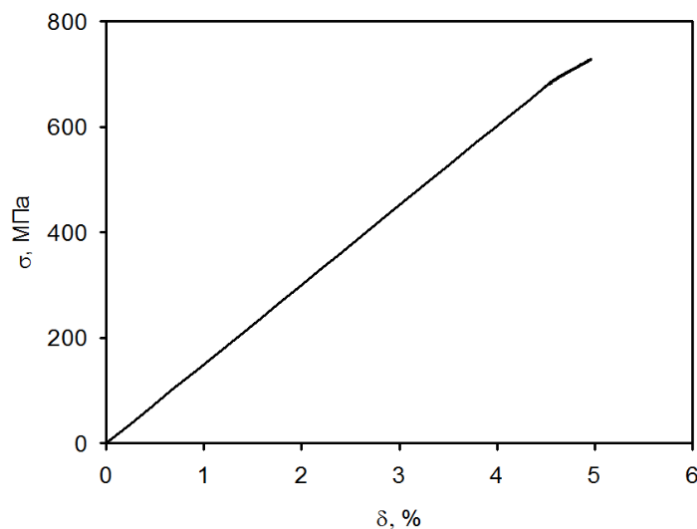


Рис.3.20 Кривая напряжение-деформация сплава после термохимической обработки, нагрева  $T=1200^{\circ}\text{C}$ , выдержки 60 минут и последующего старения  $T=900^{\circ}\text{C}$ ,  $\tau=48$  часов с  $D_{\text{кол.}}=50$  мкм и  $\lambda=100$  нм

### 3.3 Исследование механических свойств сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2V при испытании на сжатие

Для оценки влияния размера колоний и межпластинчатого расстояния на механические свойства сплава, также были проведены испытания на сжатие. Испытания проводились при комнатной температуре, образцы деформировали до разрушения, начальная скорость деформации составила ( $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ ). Ниже представлены результаты испытаний образцов со следующими микроструктурными параметрами: 1.  $D_{\text{кол.}} = 19$  мкм,  $\lambda = 11$  нм; 2.  $D_{\text{кол.}} = 22$  мкм,  $\lambda = 100$  нм; 3.  $D_{\text{кол.}} = 24$  мкм,  $\lambda = 800$  нм.

На рисунке 3.21 представлены кривые напряжение-деформация полученные при испытаниях сплава с различным межпластинчатым расстоянием. Видно, что идет непрерывное деформационное упрочнение и отсутствует стадия разупрочнения. При  $\lambda = 11$  нм предел прочности и максимальная степень деформации до разрушения достигают соответственно

1500 МПа и 7%. С увеличением до  $\lambda=100$  нм пиковое напряжение повышается до (~2850 МПа), при дальнейшем увеличении межпластинчатого расстояния до 800 нм наблюдается его снижение (~2400 МПа). Степень деформации до разрушения с увеличением  $\lambda$  также сначала растет до 38%, а затем снижается до 20%.

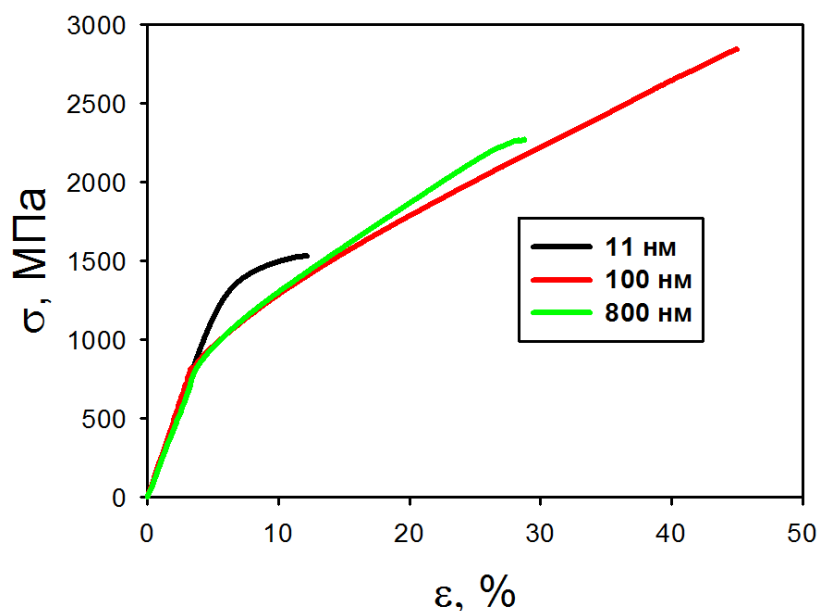


Рис. 3.21 Кривые напряжение-деформация полученные при испытаниях на сжатие сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2В в деформированном состоянии ( $\lambda=11$  нм,  $\lambda=100$  нм,  $\lambda=800$  нм)

Из рисунка 3.22 видно, что с увеличением межпластинчатого расстояния предел текучести снижается. При  $\lambda=100$  нм сплав демонстрирует относительно высокий предел прочности, с увеличением межпластинчатого расстояния до 800 нм наблюдается снижение  $\sigma_B$  и  $\varepsilon_{\max}$ .



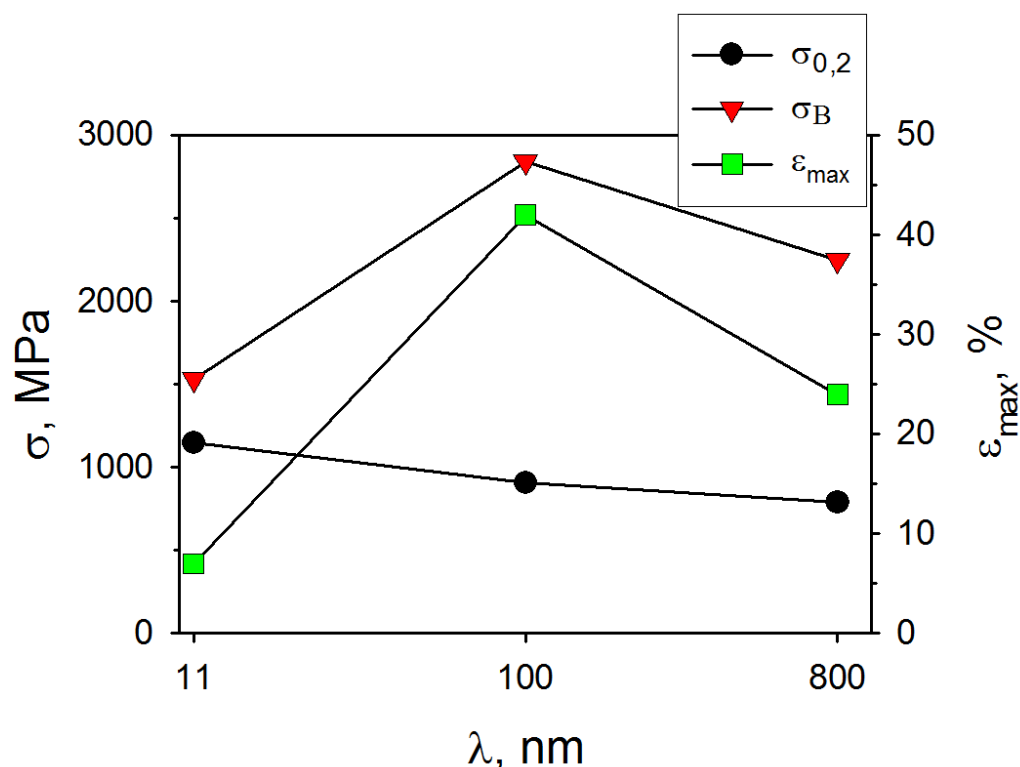


Рис.3.22 Зависимость напряжения и максимальной относительной деформации от межпластинчатого расстояния деформированного сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B

На рисунке 3.23 представлены кривые напряжение-деформация сплава со следующим размером пластинчатых колоний:  $D_{кол}=22$  мкм,  $D_{кол}=30$  мкм,  $D_{кол}=50$  мкм. Видно, что на кривых присутствует стадия упрочнения. С увеличением размера колоний наблюдается заметное снижение прочности и пластичности. При размере зерен 22 мкм сплав демонстрирует максимальное напряжение до разрушения ( $\sim 2900$  МПа) и максимальную степень деформации ( $\sim 40\%$ ). С дальнейшим увеличением размера колоний наблюдается падение, как предела прочности, так и степени деформации.

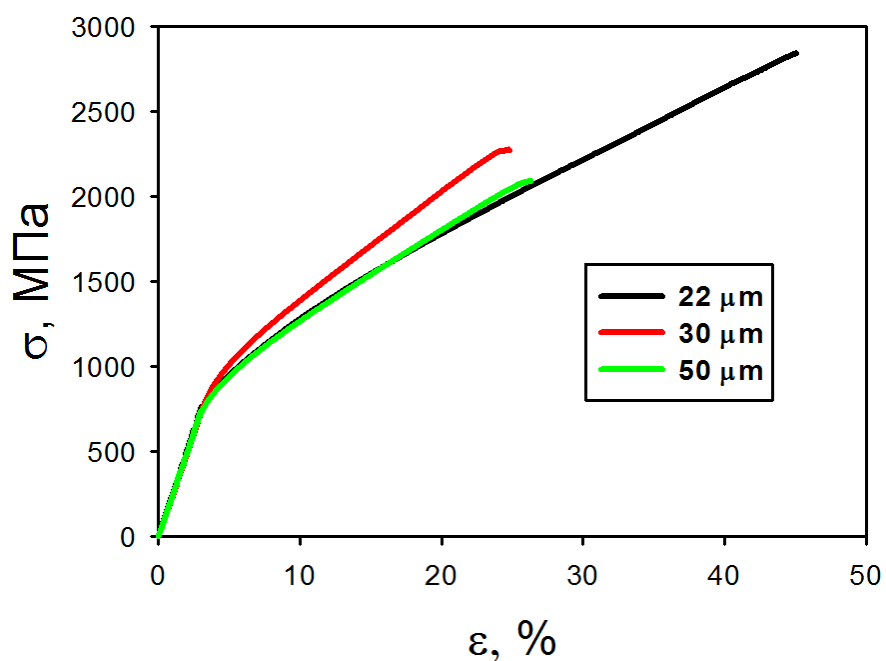


Рис. 3.23 Кривые напряжение-деформация полученные при испытаниях на сжатие сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B в деформированном состоянии с различным размером колоний(  $D_{\text{кол}}=22$  мкм,  $D_{\text{кол}}=30$  мкм,  $D_{\text{кол}}=50$  мкм)

Из рисунка 3.24 также видно, при  $D_{\text{кол}}=22$  мкм, наблюдается максимальные показатели прочности, предела текучести и степени деформации до разрушения. С увеличением размера колоний снижаются как прочность, так и пластичность сплава.

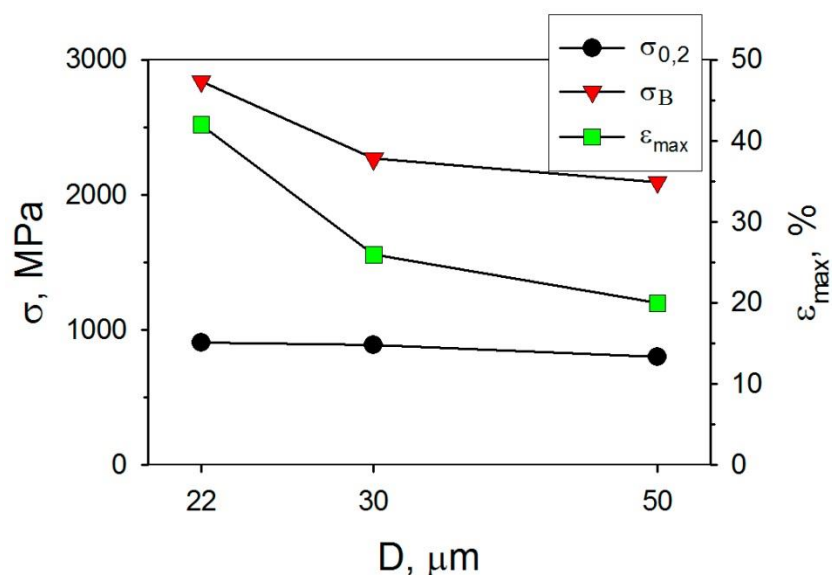


Рис.3.24 Зависимость напряжения и максимальной относительной деформации от размера колоний деформированного сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B

Результаты испытаний образцов сплава на сжатие при комнатной температуре показали, что параметры микроструктуры влияют на механические свойства сплава. Сравнение свойств исследуемого деформированного сплава, показывает, что с увеличением размера колоний снижается прочность и пластичность сплава. Наименьший размер пластинчатых колоний дает наилучшие свойства прочности и пластичности сплава во всем исследованном интервале температур. Вероятно, уменьшение размера пластинчатой колонии повышает однородность пластической деформации сплава на основе гамма алюминиды титана, тем самым способствуя его лучшему упрочнению и, соответственно, протеканию пластической деформации.

Дополнительно были проведены исследования поверхности образцов сплава после испытаний на одноосное сжатие при комнатной температуре. На рисунке 3.25 представлены снимки предварительно отполированной поверхности образцов сплава с размером колоний 19 мкм и межпластинчатым расстоянием 11 нм после одноосного сжатия  $\epsilon=5\%$ . Видно, что после деформации на 5% наблюдается образование магистральной

трещины распространяющейся преимущественно вдоль границы пластинчатых колоний (рис. 3.25 а, б). Стоит отметить, что имеет место, и вторичное растрескивание, линии скольжения наблюдаются как вдоль границ  $\alpha_2/\gamma$ , так и поперек них (рис. 3.25 а, б). Кроме того наблюдается выгибание пластин и образование перемычек (рис. 3.25 в, г). Выше перечисленные особенности пластической деформации сплава с межпластинчатым расстоянием 11 нм указывают на ограничение пластической деформации в пластинах с малым межпластинчатым расстоянием.

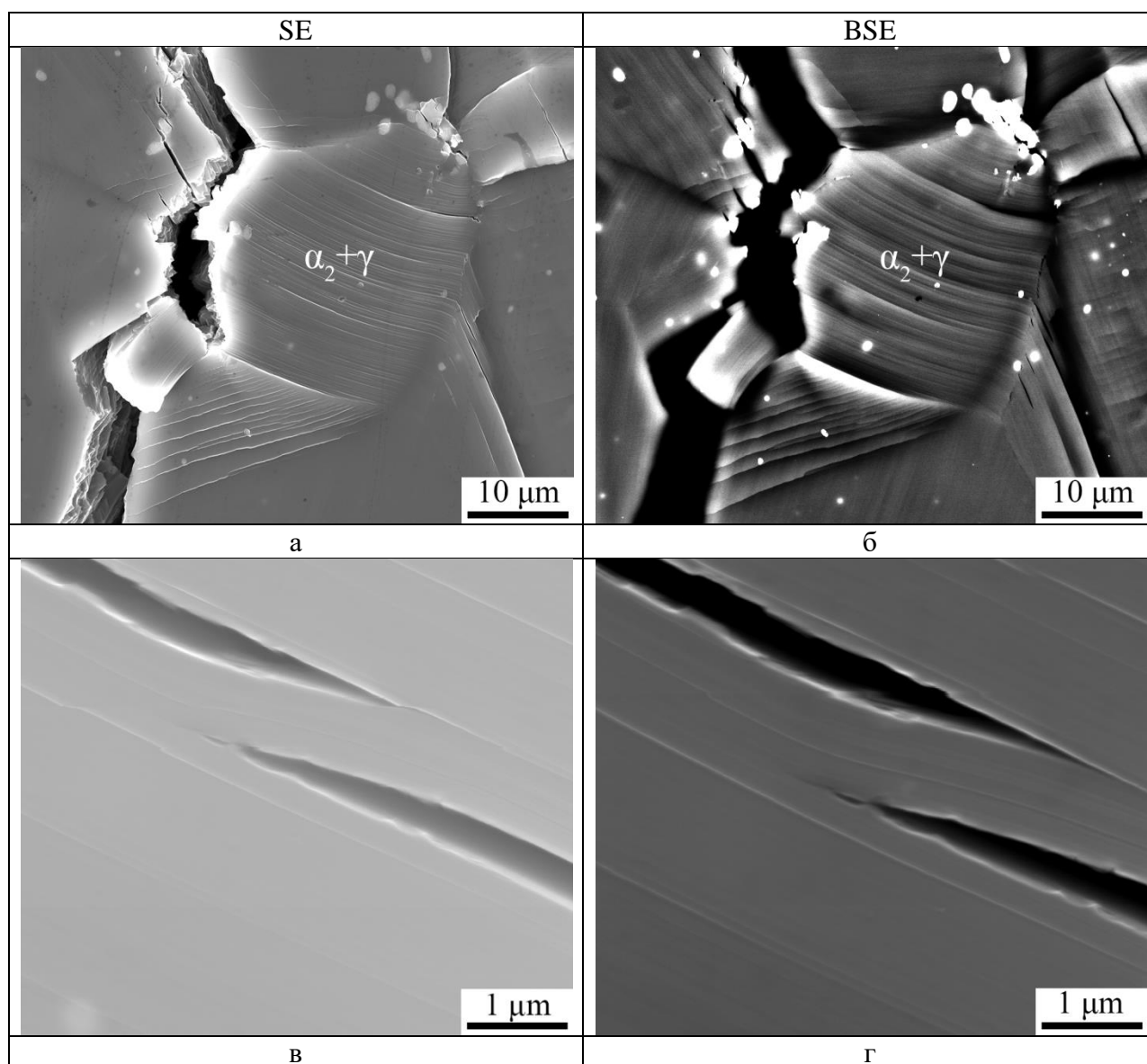


Рис.3.25 Поверхность образцов сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B D=19 мкм  $\lambda \sim 11$  нм после одноосного сжатия  $\epsilon=5\%$  а, в - BSE (обратно рассеянные электроны) б, г - SE (вторично рассеянные электроны), ось деформации направлена вертикально

На рисунке 3.26 представлена микроструктура предварительно отполированной поверхности образцов сплава с размером колоний 22 мкм и межпластинчатым расстоянием 100 нм после одноосного сжатия  $\epsilon=5\%$ . На представленных снимках наблюдается однородное образование ступенек скольжения в микроструктуре (рис. 3.26 а, б). Грубые линии скольжения наблюдаются крайне редко и преимущественно находятся на границах

колоний в частицах  $\gamma$ -фазы (рис. 3.26 в, г). Образование трещин наблюдается только по границам хрупких фаз ( $Gd_2TiO_5$ ,  $GdAl_3$ ,  $TiB$ ,  $TiB_2$ ) и в пластинах  $\gamma$ -фазы толщиной более  $\sim 200-300$  нм (рис. 3.26 в, г). Таким образом, пластическая деформация сплава  $Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B$  с  $\lambda \sim 100$  нм протекает равномерно без образования зон локализации.

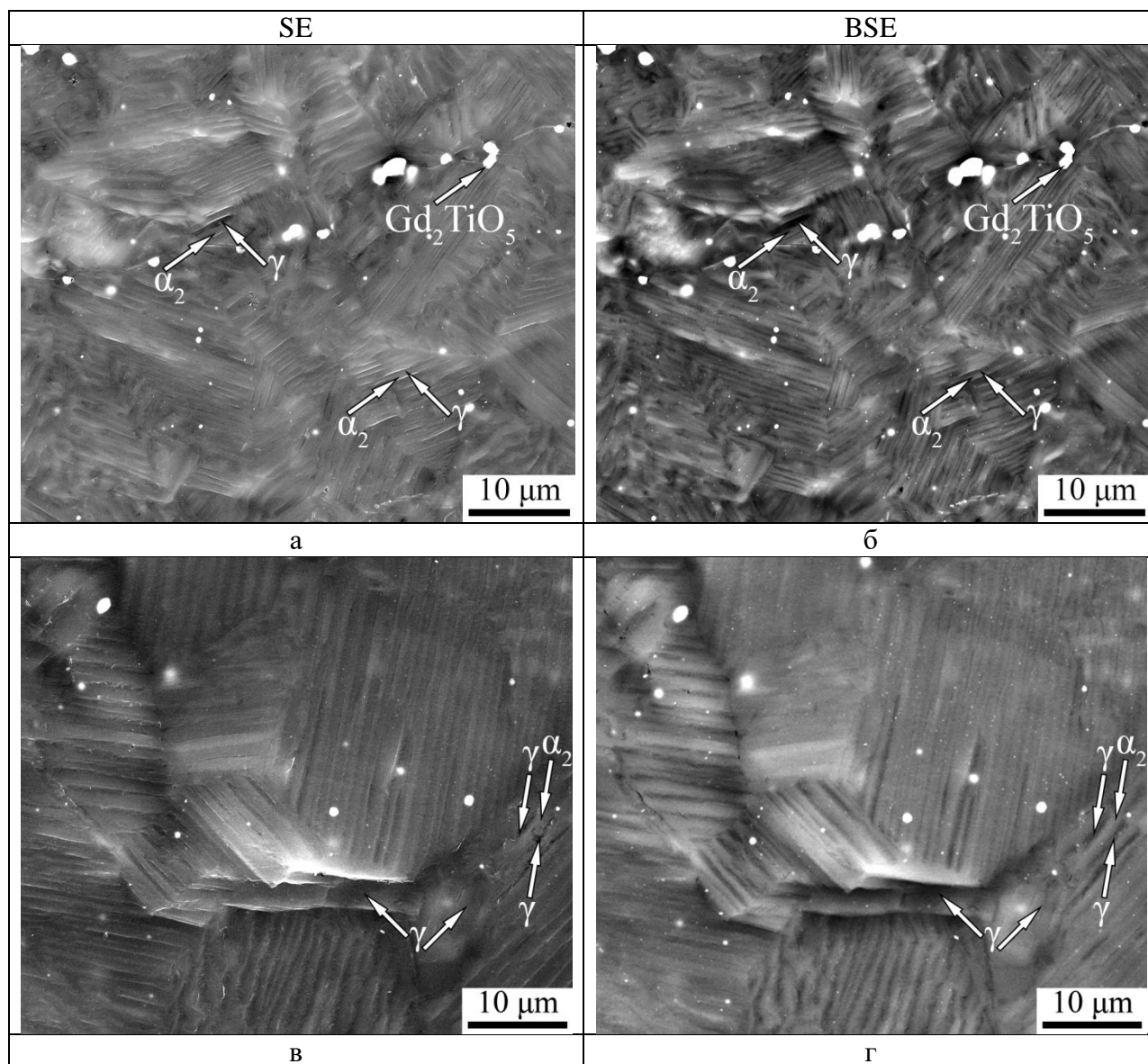


Рис. 3.26 Поверхность образцов сплава  $Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B$   $D=22$  мкм  $\lambda \sim 100$  нм после одноосного сжатия  $\epsilon=5\%$  а, в - BSE (обратно рассеянные электроны) б, г – SE (вторично рассеянные электроны), ось деформации направлена вертикально

На рисунке 3.27 представлены снимки предварительно отполированной поверхности образцов сплава с размером колоний 24 мкм и  $\lambda \sim 800$  нм после одноосного сжатия  $\varepsilon = 5\%$ . Из полученных снимков отчетливо видно образование грубых линий скольжения в пластинах  $\gamma$ -фазы (рис. 3.27 а, б). Стоит отметить, что грубые линии скольжения наблюдаются преимущественно в пластинах  $\gamma$ -фазы (рис. 3.27 а, б). Кроме того, на себя обращает внимание практически полное отсутствие следов скольжения в  $\alpha_2$ -фазе. Образование трещин наблюдается в пластинах  $\gamma$ -фазы и по границам  $\alpha_2/\gamma$  (рис. 3.27 в, г).

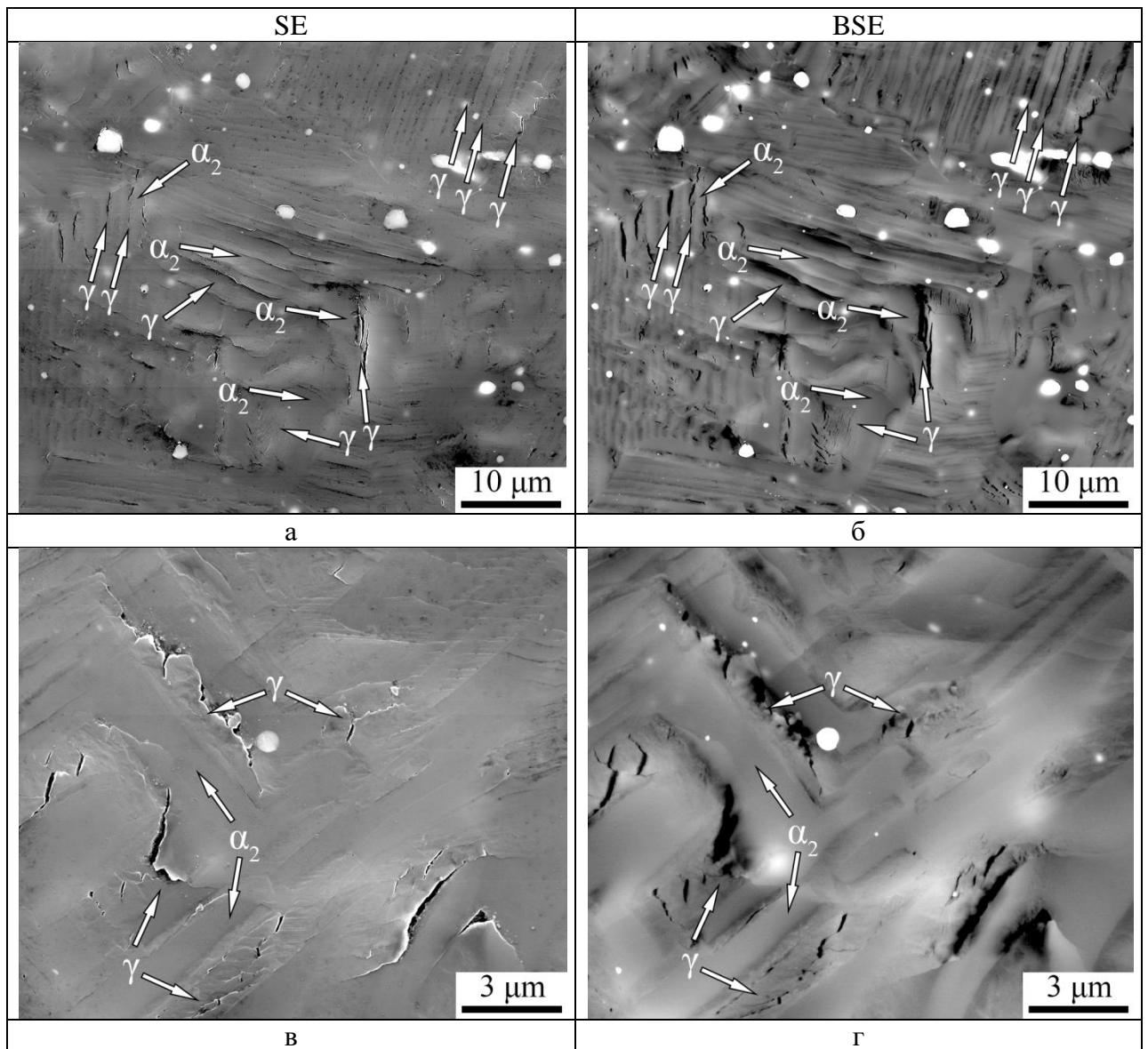


Рис. 3.27 Поверхность образцов сплава Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B  $D=24$  мкм  $\lambda\sim 800$  нм после одноосного сжатия  $\epsilon=5\%$  а, в - BSE (обратно рассеянные электроны) б, г – SE (вторично рассеянные электроны), ось деформации направлена вертикально

Таким образом, представленные результаты демонстрируют изменение формирования деформационного рельефа на поверхности образцов с ростом межпластинчатого расстояния. Показано, что при  $\lambda\sim 11$  нм наблюдается формирование магистральной трещины уже  $\epsilon=5\%$ , что не позволяет достигнуть высокой пластичности. При межпластинчатом расстоянии  $\sim 800$  нм наблюдается локализация пластической деформации в пластинах  $\gamma$ -фазы и



активное трещинообразование. Обнаружено однородное протекание пластической деформации сплава при  $\lambda \sim 100$  нм, что позволяет сплаву деформироваться до значительно больших степеней деформации.

### 3.4 Анализ экономической целесообразности проведения работ

В таблице 3.7 приведены все расходы, потраченные на выполнение данной работы. В ней содержатся такие пункты, как цены на израсходованные материалы (сплавы) и комплектующие (химические реактивы, абразивная бумага, суспензия), заработная плата работникам, принимавшим участие в работе, социальное страхование, и прочие необходимые расходы: командировочные, цены на расходные материалы, услуги связи и т.д., структура цен которых представлены ниже в таблицах 3.6-3.10

Таблица 3.8

#### Структура цены работ

№ п/п	Наименование статей затрат	Стоимость (руб.)
1	Материалы и комплектующие	43754
2	Заработная плата работникам, непосредственно занятым при выполнении работы	151 983
3	Социальное страхование	45500
4	Прочие расходы	135000
	Итого:	417 107

Таблица 3.9

## Материалы, реагенты, комплектующие

№ п/п	Наименование	Ед. изм.	Кол-во	Цена ед.	Сумма	Обоснование цены
1	сплав Ti-43,2Al-1,9V-1Zr-1,1Nb-0,2Gd-0,2B	кг	1	10500	19554	Прайс-лист поставщика
2	Электролит	кг	1	1000	1000	Прайс-лист поставщика
3	Абразивная бумага	шт	50	430	21500	Прайс-лист поставщика
4	Суспензия (Buehler MasterMet)	шт	2	600	1200	Прайс-лист поставщика
5	Спирт	0,5л	1	160	160	Прайс-лист поставщика
6	Ацетон	0,5л	1	260	260	Прайс-лист поставщика
7	Синтетическое моющее средство	литр	1	80	80	Прайс-лист поставщика
	Итого:				43754	

Таблица 3.10

## Расходы на оплату труда

Должность	Должностной оклад, руб.	Средняя дневная ставка, руб./день	Затраты времени на эксплуатацию, чел. дней	Фонд заработной платы, руб.
С.н.с	20000	667	180	120 000
Лаборант	1850	92,5	365	33 763
Итого				153 763

Таблица 3.11

## Расходы на соц.страхование

№ п/п	Содержание расходов	Сумма (руб.)	Примечание
1	Страховые взносы от суммы затрат на оплату труда работников	45560	
ИТОГО:		45560	

Таблица 3.12

## Прочие расходы

№ п/п	Содержание расходов	Сумма (руб.)	Примечание
1	Затраты на командировки	–	
2	Затраты на оплату труда административно-управленческого персонала (АУП), включая страховые взносы от суммы заработной платы АУП.	120 000	
3	Оплата услуг связи (включая Интернет) и почты.	–	
4	Расходы на приобретение канцелярских принадлежностей и расходных материалов для оргтехники.	15 000	
5	Арендная плата за помещения.	–	
ИТОГО:		135000	

## ВЫВОДЫ

1. С помощью программного обеспечения ThermoCalc было проведено моделирование диаграммы состояния сплава Ti-43,2Al-2V-1Nb-1Zr-0,2Gd-0,2B. Обнаружено расхождение температур с экспериментальными данными.

2. Исследование различных состояний сплава в диапазоне межпластинчатых расстояний 11-800 нм при близком размере пластинчатых колоний 19-24 мкм показало существенное их влияние на механические характеристики. Установлено, что максимальная пластичность (2,9%) сплава наблюдается при межпластинчатом расстоянии 100 нм. Уменьшение межпластинчатого расстояния ведет к росту прочности и снижению пластичности. Увеличение же его снижает как прочность, так и пластичность.

3. Исследование влияния размера колоний в пределах 22 - 50 мкм при межпластинчатом расстоянии 100 нм показало, что его уменьшение ведет к росту прочности и пластичности.

4. Представленные результаты демонстрируют изменение формирования деформационного рельефа на поверхности образцов с ростом межпластинчатого расстояния. Показано, что при  $\lambda \sim 11$  нм наблюдается формирование магистральной трещины уже  $\varepsilon = 5\%$ , что не позволяет достигнуть высокой пластичности. При межпластинчатом расстоянии  $\sim 800$  нм наблюдается локализация пластической деформации в пластинах  $\gamma$ -фазы и активное трещинообразование. Обнаружено однородное протекание пластической деформации сплава при  $\lambda \sim 100$  нм, что позволяет сплаву деформироваться до значительно больших степеней деформации.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology, Wiley, Weinheim, 2012.
2. Imaev R.M., Imaev V.M., Khismatullin T.G., Oehring M., and Appel F. New Approaches to Designing Alloys Based on  $\gamma$ -TiAl+ $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al Phases // The Physics of Metals and Metallography, 2006, Vol. 102, No.1, pp.105-113.
3. Clemens H., Wallgram W., Kremmer S. et al. Design of Novel  $\beta$ -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta$ /B2 Phase Fraction and Excellent Hot-Workability // Adv. Eng. Mater. 2008, V.10, pp.707-713.
4. В. Имаев, Т. Хисматуллин, Р. Имаев. Микроструктура и технологическая пластичность литых интерметаллидных сплавов на основе  $\gamma$ -TiAl // Физика металлов и металловедение, 2010, т.109, No.4, с.434-443.
5. Kim Y.-W. Effect of Microstructure on the Deformation and Fracture of  $\gamma$ -TiAl Alloys // Materials Science and Engineering A, 192/193, 1995, pp.519-533.
6. Blackburn M.J., Technology and Application of Titanium, Proc. Intl. Conf. Science, TMS and ASM, R.T. Jaffee and N.E. Promisel, eds., 1970 pp.633.
7. Yamabe Y., Takeyama M., and Kikuchi M. Microstructure Evolution through Solid-Solid Phase Transformations in Gamma Titanium Aluminides // in Y.-W. Kim, et al., eds., Gamma Titanium Aluminides (Warrendale, PA: TMS, 1995), pp.111-129.
8. Bondarev B.I., Elagin D.V., Molotkov A.V. and Notkin A.B. Metal Science and Engineering Aspects of TiAl-based Binary Alloys Investigations // in Y.-W. Kim, et al., eds., Gamma Titanium Aluminides (Warrendale, PA: TMS, 1995), pp.803-810.
9. Kim Y.-W. and Dimiduk D.M. Designing Gamma TiAl Alloys: Fundamentals, Strategy and Production // in M.V. Nathal, et.al., eds., Structural Intermetallics (Warrendale, PA: TMS, 1997), pp.531-543.

10. Zhang W.J., Evangelista E., and Francesconi L. Effect of Prior Cooling Rate on the Grain Size of Fully-Lamellar TiAl-base Alloy Developed by Tempering/Quenching // *Scripta Materialia*, vol.35, No.1, 1996, pp.41-45.
11. Kim Y.-W., Dimiduk D.M. Progress in the Understanding of Gamma Titanium Aluminides // *Journal of materials science*. 1991. pp. 40-47.
12. Liu C.T., Schneibel J.H., Maziasz P.J., Wright J.L. and Easton D.S. Tensile properties and fracture toughness of TiAl alloys with controlled microstructures // *Intermetallics*. Vol. 4, 1996, pp. 429-440
13. Srivastava, D. Microstructural Characterization of the  $\gamma$ -TiAl alloy Samples Fabricated by Direct Laser Fabrication Rapid Prototype Technique. // *Material Science*. 2002, Vol. 25, 7.
14. C. Leyens and M. Peters. *Titanium and Titanium Alloys*. // Weinheim: WILEY-VCH, 2003.
15. D. Gosslar, R. Guëther, U. Hecht, C. Hartig, R. Bormann. Grain refinement of TiAl-based alloys: The role of TiB<sub>2</sub> crystallography and growth. // *Acta Materialia*. Vol. 58, 2010, pp. 6744–6751.
16. T. Schmoelzer, K-D Liss, G. A. Zickler, I.J. Watson, L.M. Droessler, W. Wallgramd, T. Buslaps, A. Studer, H. Clemens. Phase fractions, transition and ordering temperatures in TiAl<sub>n</sub>Nb<sub>m</sub>Mo alloys: An in- and ex-situ study. // *Intermetallics*. Vol. 18, 2010, pp. 1544-1552.
17. D. Hu. Effect of boron addition on tensile ductility in lamellar TiAl alloys. // *Intermetallics*. Vol. 10, 2002, pp. 851–858.
18. Имаев, Т. Хисматуллин, Р. Имаев. Микроструктура и технологическая пластичность литых интерметаллидных сплавов на основе  $\gamma$ -TiAl // *Физика металлов и металловедение*, 2010, т.109, No.4, с.434-443.
19. F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*, Wiley, Weinheim, 2012; H.Z. Niu, Y.Y. Chen, F.T. Kong, J.P. Lin. Microstructure evolution, hot deformation behavior and mechanical properties of Ti-43Al-6Nb-1B alloy. *Intermetallics* 31 (2012) 249-256

20. Luca Settineria, Paolo C. Priarone, Martin Arft, Dieter Lung, Todor Stoyanov, CIRP Annals - Manufacturing Technology 1179, 2014; H.Z. Niu, Y.Y. Chen, F.T. Kong, J.P. Lin. Microstructure evolution, hot deformation behavior and mechanical properties of Ti-43Al-6Nb-1B alloy. Intermetallics 31 (2012) 249-256