

Механічні властивості порошкового матеріалу $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$, отриманого імпульсним гарячим пресуванням

Ю. М. Подрезов, М. В. Ремез, А. В. Лаптев, О. І. Толочин,
С. К. Голтвяниця

Інститут проблем матеріалознавства ім. І. М. Францевича НАН України,
Київ, e-mail: yupodrezov@mail.ru

Досліджено декілька режимів імпульсного гарячого пресування, застосованих для отримання матеріалів складу $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$. Виявлено, що найкращий комплекс механічних властивостей в широкому діапазоні температур випробування 20—750 °С спостерігається на пресовках, продеформованих за 1440 °С. Витримка перед пресуванням підвищує міцність пресовок, але знижує пластичність. За результатами вимірювання гарячої твердості встановлено, що жароміцність такої пресовки зберігається до 900 °С і за цієї температури твердість становить майже 3 ГПа.

Ключові слова: γ -фаза, $TiAl$, імпульсне гаряче пресування, міцність, твердість.

Вступ

В останні два десятиліття сплави на основі $TiAl$ завдяки їх високим механічним характеристикам почали застосовувати для виготовлення елементів конструкцій авіаційної та космічної техніки [1, 2]. У нашій попередній роботі досліджено двофазні $\gamma + \alpha_2$ -сплави на основі γ - $TiAl$ систем $Ti-Nb-Al$, $Ti-Ta-Al$ та $Ti-Nb-Ta-Al$ [3]. З-поміж потрібних сплавів найкраще поєднання міцності та пластичності при кімнатній та підвищених температурах мали сплави $Ti_{46}Nb_8Al_{46}$ і $Ti_{46}Ta_8Al_{46}$. При 800 °С механічні властивості цих сплавів сягають таких значень: $\sigma_{0,2}$ — до 1050 МПа і ϵ — до 8—13% при стисненні, однак при 200—600 °С їх пластичність знижується до 2—4% [3]. За кімнатної температури досліджено чотирикомпонентні сплави складів $Ti_{47}Nb_{8-x}Ta_xAl_{45}$ та $Ti_{47}Nb_{8-x}Ta_xAl_{45}$ (де x — 2, 4 або 6), які виявили високі механічні властивості. Сплав із 47% (ат.) Al мав дещо більшу пластичність, а з 45% (ат.) Al — значно вищі значення границі текучості. Сплав $Ti_{47}Nb_4Ta_4Al_{45}$ при стисненні за кімнатної температури продемонстрував наступні властивості: $\sigma_{0,2} = 1043$ МПа, $\sigma_B = 1612$ МПа і $\epsilon_{пл} = 12,4\%$ [3].

Завдяки високій жароміцності зазначені сплави заслуговують на подальше вивчення, зокрема дослідження зменшення розміру зерна в порівнянні з литим станом (300 мкм), що повинно позитивно вплинути на низькотемпературну міцність та пластичність. Порошкові технології дозволяють диспергувати структуру, особливо це стосується імпульсного гарячого пресування (ІПП), коли процес подрібнення структури контролюється динамічною рекристалізацією [4].

© Ю. М. Подрезов, М. В. Ремез, А. В. Лаптев, О. І. Толочин,
С. К. Голтвяниця, 2014

Мета даної роботи — отримати порошки сплаву $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$ із зливку подрібненням та імпульсним гарячим пресуванням з подальшим дослідженням впливу технологічних режимів на комплекс механічних характеристик.

Вихідні матеріали та методика дослідження

Вихідний злилок сплаву $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$ отримали електронно-променевим плавленням з наступних компонентів: йодидного титану (99,9% (мас.) Ti), кускового алюмінію (99,99% (мас.) Al), ніобію НБШ-00 (99,9% (мас.) Nb) і танталу (99,9% (мас.) Ta), використовуючи лігатури. Зливки виплавлено масою 200 г.

З частини злиwkів виготовили зразки для механічних випробувань, а іншу частину переробили на стружку точінням або на порошок додатковим подрібненням стружки за допомогою спеціального ковадла. Отриманий порошок розділили на фракції й для подальшого дослідження використали мілку фракцію порошку –0125.

З одержаного порошку холодним пресуванням готували вихідні пресовки діаметром 25 мм та висотою 15 мм з пористістю 20%. Ці зразки нагрівали в установці для ІГП та витримували при температурі штампування 20 хв, після чого проводили саме штампування за різними режимами впродовж 10^{-3} с. За політермічними перерізами $Ti_{47}Nb_8Al_{45}$ — $Ti_{47}Ta_8Al_{45}$ та $Ti_{45}Nb_8Al_{47}$ — $Ti_{45}Ta_8Al_{45}$ в роботі [3] оцінено температурний інтервал для проведення ІГП: від початку стабільності двофазного стану $\alpha + \gamma$ (1130 °C) до температури початку плавлення (1525 °C). Для дослідження впливу попереднього відпалу частину зразків перед пресуванням витримували при температурах вище температури існування γ -фази впродовж 0,5 год. З урахуванням варіювання умов відпалу та спікання вибрано 5 режимів обробки, що наведені в табл. 1.

Після ІГП зразки мали циліндричну форму діаметром 27 мм та висотою 11 мм. На всіх зразках виміряли кінцеву пористість, яка складала $1 \pm 0,3\%$. Враховуючи, що початкова пористість зразків була 20%, ступінь деформації зразків при зміні пористості пресовки визначили за формулою

$$e_s = 4/3[(\theta_{\text{вих}})^{1/2} - (\theta_{\text{кін}})^{1/2}], \quad (1)$$

де e_s — деформація; $\theta_{\text{вих}}$, $\theta_{\text{кін}}$ — вихідна та кінцева пористість пресовки.

За вибраних умов деформація в досліджених зразках сягала $e_s = 0,4$ — $0,5$, а швидкість деформації під час ІГП — $\sim 200 \text{ с}^{-1}$. Згідно з уявленнями про умови динамічної рекристалізації [5—7], зазначені технологічні параметри сприятливі для реалізації цього механізму.

Т а б л и ц я 1. Вихідний матеріал і режими імпульсного гарячого пресування

Номер зразка	Вихідний матеріал	Режим термообробки	Температура штампування, °C
1	Стружка	1250 °C, 15 хв + 1410 °C, 15 хв	1440
2	Порошок	1250 °C, 15 хв + 1410 °C, 15 хв	1440
3	Порошок	—	1440
4	Порошок	—	1350
5	Стружка	—	1250

З отриманих пресовок вирізали зразки стандартних розмірів для проведення комплексу механічних випробувань. Тестування на тріщиностійкість та згин виконали за триточковою схемою навантаження за кімнатної температури на машині Ceramtest при швидкості відносної деформації $2 \cdot 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ на зразках стандартних розмірів $3 \times 5 \times 25 \text{ мм}$. Атомно-гостру тріщину вводили електроерозійним методом. Випробування на стиснення проводили на машині У22-52 в інтервалі температур від кімнатної до $750 \text{ }^\circ\text{C}$ зі швидкістю відносної деформації $0,5 \cdot 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ на прямокутних зразках розмірами $3 \times 3 \times 5 \text{ мм}$. Структуру зразків досліджували методами оптичної та трансмісійної електронної мікроскопії (ТЕМ).

Результати випробувань та їх обговорення Дослідження литих зразків

Литу частину зливку розрізали на три шари (зверху вниз № 1—3 відповідно), припускаючи можливу мікронеоднорідність та структурні зміни по перерізу. З кожного шару виготовлено зразки для випробування на згин. Результати випробувань зразків кожного шару наведені в табл. 2 та на рис. 1.

Оскільки при згині деформація в момент руйнування не перевищує $0,1\%$, на досліджених зразках неможливо визначити границю текучості (яка вимірюється при $0,2\%$ деформації). Враховуючи це, в табл. 2 наведено значення границі пропорційності, що визначена при деформації $0,01\%$, та руйнуючого напруження. За своїми властивостями досліджені чотирикомпонентні зливки подібні до зливків, проаналізованих в роботі [3]. Вони малопластичні, демонструють тріщиностійкість на рівні $15\text{—}20 \text{ МПа} \cdot \text{м}^{1/2}$, характерну для цього класу матеріалів. Дещо гірші властивості нижнього шару свідчать про його більшу забрудненість та мікронеоднорідність. Тому в наступних експериментах на стиснення та при переробці зливку в порошок його нижню частину не використовували.

Для вивчення температурної залежності границі текучості дослідженого матеріалу в литому стані проведено експерименти на стиснення

Т а б л и ц я 2. Результати механічних випробувань на згин зразків литого сплаву $\text{Ti}_{46}\text{Al}_{46}\text{Nb}_4\text{Ta}_4$

Шар	E , ГПа	σ_{001} , МПа	$\sigma_{\text{в}}$, МПа	$\epsilon_{\text{пл}}$, %	$K_{1с}$, МПа $\cdot\text{м}^{1/2}$
1	154	498	625	0,060	19,5
2	152	464	547	0,036	18,8
3	176	439	550	0,037	12,8

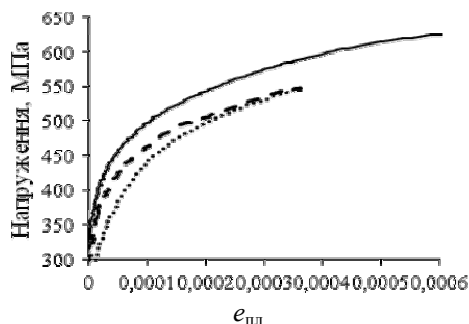


Рис. 1. Діаграма навантаження при випробуванні на згин зразків сплаву $\text{Ti}_{46}\text{Nb}_4\text{Ta}_4\text{Al}_{46}$, виготовлених з різних шарів зливку: верхнього (—), середнього (- - -) та нижнього (·····).

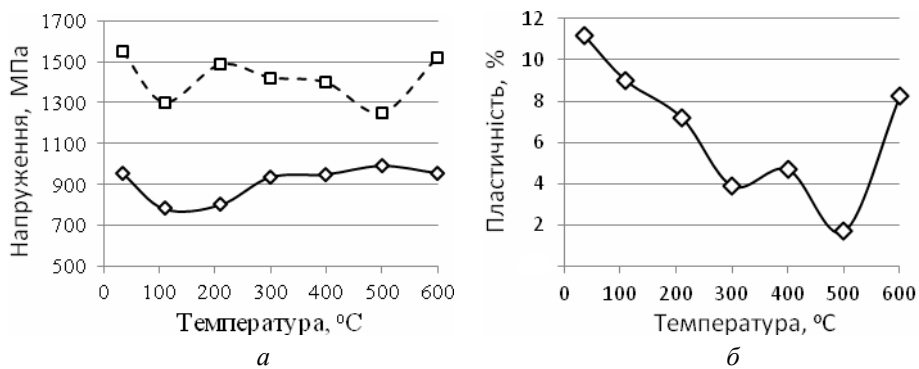


Рис. 2. Температурна залежність механічних властивостей литих зразків $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$: а — границі міцності σ_T (—) та текучості $\sigma_{0,2}$ (---); б — пластичність.

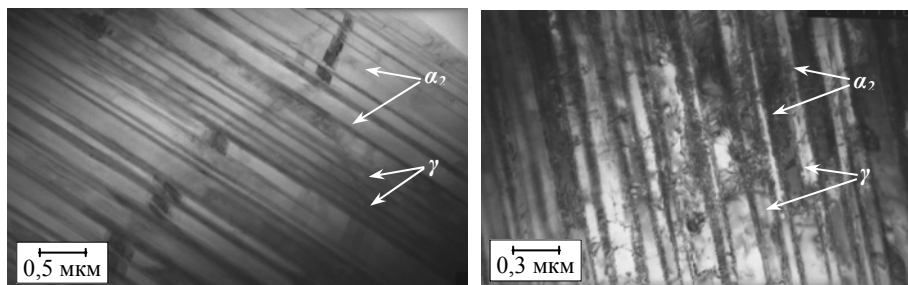


Рис. 3. Мікроструктура литого сплаву $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$.

в діапазоні температур від кімнатної до 600 °C. Результати досліджень наведені на рис. 2.

При всіх температурах випробувань границя текучості дослідженого литого сплаву $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$ $\sigma_{0,2} = 800\text{—}1000$ МПа знаходиться на рівні найкращих литих чотириккомпонентних сплавів $Ti_{45}Nb_{8-x}Ta_xAl_{47}$ і $Ti_{47}Nb_{8-x}Ta_xAl_{45}$ [3]. Сплав демонструє співрозмірні з чотириккомпонентними сплавами параметри пластичності із характерним для них зниженням деформації до руйнування в діапазоні 300—500 °C.

На литих зразках за допомогою ТЕМ вивчено мікроструктуру. Як видно на рис. 3, мікроструктура сплаву складається з характерних пластин α_2 - та γ -фаз. На знімках присутні смуги ковзання та двійники, що простягаються з міжфазних границь в γ -фазу. Це є характерною ознакою сплавів на основі інтерметаліду TiAl, легованих ніобієм.

Дослідження порошкових зразків

Проведено аналіз результатів механічних випробувань порошкового сплаву $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$, продеформованого за різними режимами ІП. Оскільки в кожному експерименті варіюються декілька технологічних позицій (метод подрібнення, термообробка та температура пресування), інтерпретація результатів надається не у вигляді графічних залежностей, а у вигляді номограм. Механічні характеристики при випробуваннях на згин при кімнатній температурі зафіксовані в момент руйнування, тому ці результати використані переважно для аналізу впливу умов ІП на схильність до крихкого руйнування. При випробуваннях на стиснення найбільш важливим є дослідження процесів зміцнення. Ці експерименти

виявляють вплив структури та технологічних параметрів на границю текучості при кімнатній та підвищених температурах.

Випробування на згин та тріщиностійкість

Результати досліджень низькотемпературної крихкості наведені на рис. 4. Найнижчу пластичність (рис. 4, б) демонструють зразки 1 та 2, які витримували при підвищених температурах впродовж тривалого часу. Найбільш вірогідніша причина окрихчення — проникнення надлишкового вуглецю з графітової прес-форми-нагрівача в тіло пресовки через відкриті пори. Зразки, що не піддавались попередній термообробці, продемонстрували більшу пластичність — $\sim 0,01\%$. Пластичність дещо збільшується з підвищенням температури пресування. Руйнівне напруження (рис. 4, в) демонструє таку саму тенденцію через високу швидкість зміцнення на початковій ділянці кривої навантаження. Вплив параметрів пресування на тріщиностійкість якісно інший. Найбільшу тріщиностійкість демонструють саме відпалені зразки. Отримані значення співрозмірні з даними випробувань литих сплавів. В зразках, які не відпалювали, тріщиностійкість дещо нижча. Такий характер зміни тріщиностійкості, очевидно, вказує на те, що вуглець зменшує пластичність не через погіршення якості контакту, а через проникнення в тіло порошинок, де його наявність сприяє формуванню крихких карбідних фаз. Виявлений ефект окрихчення відпалених зразків потребує подальшого ретельного структурного аналізу.

Випробування на стиснення

На рис. 5 наведено значення границь текучості та міцності і деформації до руйнування зразків, отриманих за різними режимами ІГП, за ре-

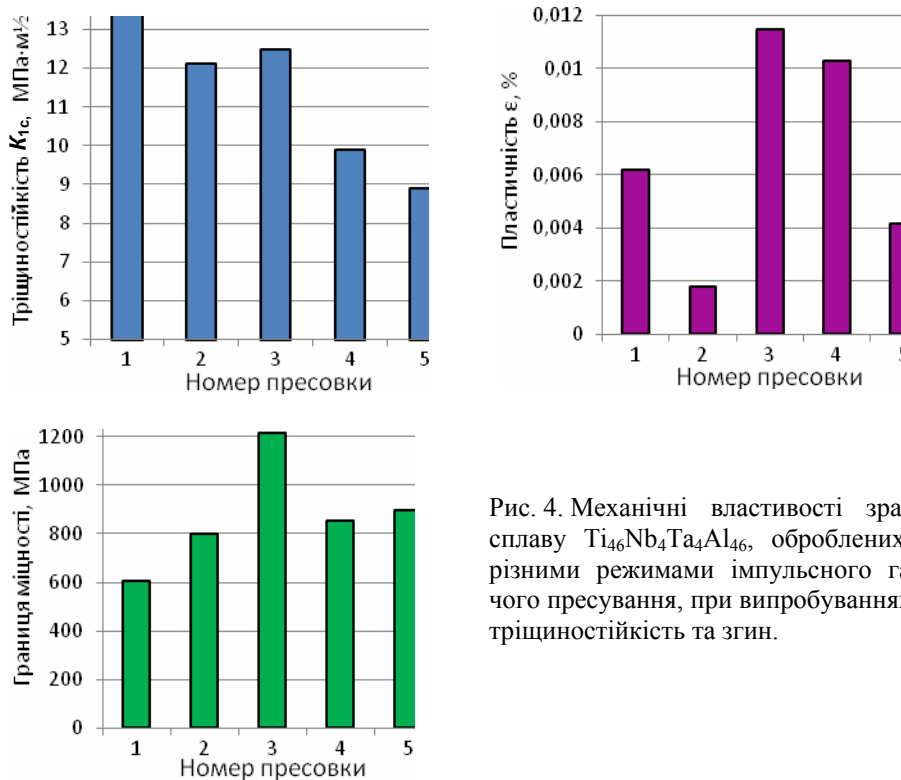


Рис. 4. Механічні властивості зразків сплаву $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$, оброблених за різними режимами імпульсного гарячого пресування, при випробуваннях на тріщиностійкість та згин.

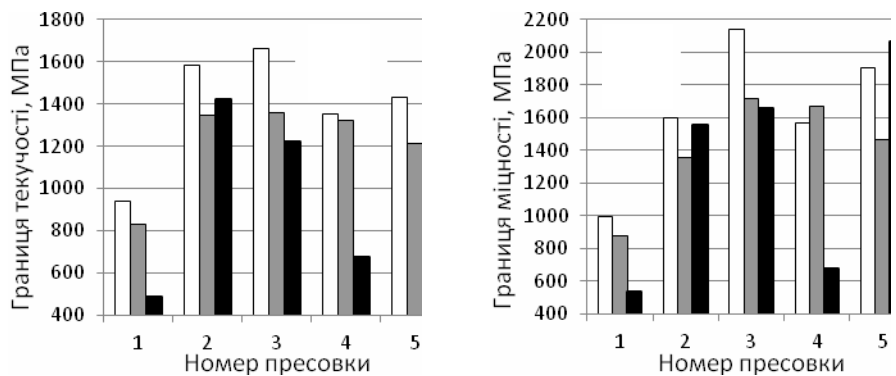
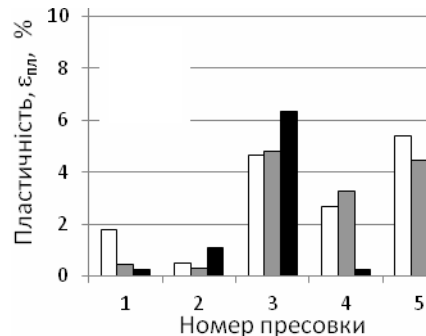


Рис. 5. Механічні властивості за температур 20 (□), 600 (■) та 750 °С (■) зразків сплаву $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$, оброблених за різними режимами ІПІ, за результатами випробування на стиснення.



зультатами випробування на стиснення при різних температурах. Найвищі властивості при стисненні

демонструють зразки, отримані подрібненням порошку та ущільненням ІПІ при температурі 1400 °С (зразки 2 та 3). Наявність або відсутність попереднього відпалу практично не впливають на характеристики зміцнення. Як і у випадку згину, пластичність значно вища у невідпаленого сплаву при всіх температурах випробувань. Зазначимо, що за отриманими значеннями границі текучості ці зразки суттєво переважають литі сплави, але поступаються їм за пластичністю. Зміна технології отримання порошку або зменшення температури гарячої деформації знижують рівень механічних властивостей, особливо при високотемпературних випробуваннях. Причину можна пояснити появою в цих деформованих пресовках небажаних фазових складових, які виникають або при деформації поблизу фазового переходу, або під час наступного охолодження в області фазових перетворень. Наприклад, формування надлишку крихкої α_2 -фази, яка, згідно з політермічними перерізами $Ti_{47}Nb_8Al_{45}-Ti_{47}Ta_8Al_{45}$ та $Ti_{45}Nb_8Al_{47}-Ti_{45}Ta_8Al_{45}$ з роботи [3], існує в рівноважному стані нижче температури 1130 °С.

Дослідження температурної залежності твердості

Для дослідження високотемпературної поведінки отриманих сплавів вивчали гарячу твердість. Експерименти виконали на найбільш жароміцному зразку 2 та на зразку 5, продеформованому при найнижчій температурі. Результати досліджень (рис. 6) показали, що сплав, отриманий ІПІ при вищій температурі, демонструє більшу твердість в усьому дослідженому інтервалі температур. При відносно низьких температурах випробувань (до 700 °С) його твердість вища на 10—15%, а при подальшому підвищенні температури різниця зростає і співвідношення значень твердості різниться практично вдвічі за температур 800—900 °С.

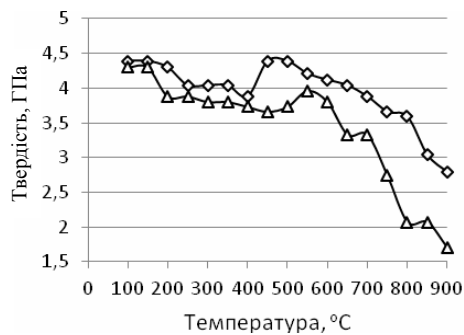


Рис. 6. Температурна залежність твердості для зразків 2 (\diamond) та 5 (\triangle).

Зразок, що продеформований при 1250 °C, починає знеміцнюватись при 650 °C, тоді як попередньо відпалений та продеформований при 1440 °C демонструє твердість 2790 МПа за температури 900 °C.

Такі параметри жароміцності є найвищими не тільки серед дослідженого класу матеріалів, але й одними з найбільших для всіх досліджених інтерметалідних та евтектичних титанових сплавів.

Висновки

Використання порошкової технології отримання легованих сплавів на основі інтерметаліду TiAl із застосуванням імпульсного гарячого пресування дозволяє значно підвищити міцність при стисненні як при 20 °C, так і при 750 °C без значного зниження пластичності у порівнянні з литими сплавами.

Серед досліджених зразків кращий комплекс механічних властивостей виявив зразок 4, для якого ІПП здійснювалось при 1440 °C. При стисненні за 20 °C він продемонстрував $\sigma_{0,2} = 1660$ МПа, $\sigma_B = 2144$ МПа і $\epsilon = 4,63\%$; при 750 °C — $\sigma_{0,2} = 1222$ МПа, $\sigma_B = 1655$ МПа і $\epsilon = 6,33\%$. При випробуванні на згин: $K_{1c} = 9,5$ МПа·м^{1/2}, $\sigma_B = 950$ МПа та $\epsilon_{пл} = 0,01\%$.

Попередній відпал пресовки за режимом 1250 °C, 15 хв + 1410 °C, 15 хв перед ІПП при 1440 °C додатково підвищує міцність, але знижує пластичність пресовок. Висока жароміцність зберігається до температури 900 °C, при якій гаряча твердість пресовки становить 2,79 ГПа.

1. *Wu X.* Review of alloy and process development of TiAl alloys // *Intermetallics*. — 2006. — **14**. — P. 1114—1122.
2. *Lapin J.* TiAl-based alloys: Present status and future perspectives // *Proc. of 18th Internat. Metall. conf.* — Hradec nad Moravicí, Ostrava, Tanger (Czech Republic, May 2009). — P. 1—12.
3. *Бондар А. А.* Структура та властивості титан-алюмінідних сплавів, легованих ніобієм і танталом / [А. А. Бондар, В. Т. Вітусевич, У. Хехт, М. В. Ремез та ін.] // *Порошковая металлургия*. — 2011. — № 7—8. — С. 25—46.
4. *Подрезов Ю. Н.* Диспергирование структуры порошкового титана при оптимальных режимах импульсной горячей деформации / [Ю. Н. Подрезов, В. А. Назаренко, А. В. Лаптев и др.] // Там же. — 2012. — № 1—2. — С. 75—85.
5. *Берштейн М. Л.* Діаграми гарячої деформації, структура і властивості сталей / [М. Л. Берштейн, С. В. Добаткин, Л. М. Капуткина, С. Д. Прокотячий]. — М.: Металлургия, 1989. — 544 с.
6. *Подрезов Ю. Н.* Структурные изменения при высокотемпературной пластической деформации порошковых быстрорежущих сталей / [Ю. Н. Подрезов, В. А. Штакун, Н. М. Даниленко и др.] // *Порошковые инструментальные стали*. — К.: Ин-т пробл. материаловедения НАН Украины, 1992. — С. 72—77.
7. *Гогаев К. А.* Определение величины сопротивления деформации при горячей обработке давлением порошковых быстрорежущих сталей / [К. А. Гогаев, В. А. Штакун, В. С. Кропелев и др.] // *Порошковые быстрорежущие стали*. — К.: Ин-т пробл. материаловедения АН УССР, 1990. — С. 88—96.

Механические свойства порошкового материала $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$, полученного импульсным горячим прессованием

Ю. М. Подрезов, М. В. Ремез, А. В. Лаптев, А. И. Толочин,
С. К. Голтвяница

Исследовано несколько режимов импульсного горячего прессования, примененных для получения материалов состава $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$. Выявлено, что наилучший комплекс механических свойств в широком диапазоне температур испытания 20—750 °С наблюдается на прессовках, деформированных при 1440 °С. Выдержка перед прессованием повышает прочность прессовок, но снижает пластичность. По результатам испытания горячей твердости установлено, что жаропрочность такой прессовки сохраняется до 900 °С и при этой температуре твердость составляет почти 3 ГПа.

Ключевые слова: γ -фаза, $TiAl$, импульсное горячее прессование, прочность, твердость.

The mechanical properties of powder material $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$ obtained by pulsed hot pressing

Y. M. Podrezov, M. V. Remez, A. V. Laptev, A. I. Tolochyn,
S. K. Goltvyanitsa

Several modes of pulsed hot pressing were investigated for obtained materials $Ti_{46}Nb_4Ta_4Al_{46}$. The best balance of mechanical properties over a wide temperature range 20—750 °C of testing was observed in samples deformed at 1440 °C. Prior annealing before pressing increases the strength but reduces the ductility. The hot hardness testing results revealed that the high-temperature strength of these samples is conserved up to 900 °C. The hardness at such temperature reaches almost 3 GPa.

Keywords: γ -phase, $TiAl$, pulsed hot pressing, strength, hardness.