

doi: <https://doi.org/10.15407/dopovidi2017.06.036>

УДК 669.187.2

**Е.А. Аснис¹, Н.В. Пискун¹, И.И. Статкевич¹, Е.А. Великоиваненко¹,
Г.Ф. Розынка¹, А.С. Миленин¹, И.Л. Богайчук¹, В.Э. Филатов²**

¹ Институт электросварки им. Е.О. Патона НАН Украины, Киев

² Институт проблем прочности им. Г.С. Писаренко НАН Украины, Киев

E-mail: asnis@paton.kiev.ua, ips@ipp.kiev.ua

Регулирование структуры и фазового состава алюминидов титана, полученных зонной плавкой

Представлено академиком НАН Украины Л.М. Лобановым

Разработана технология, в едином процессе объединяющая индукционную зонную плавку интерметаллида системы TiAl с последующей термической обработкой, обеспечивающей скорость охлаждения, которая способствует гомогенизации структуры и механических характеристик по длине слитка. Создана математическая модель процесса и проведен вычислительный эксперимент, с помощью которого было показано, что для гомогенизации структуры интерметаллида по всей длине слитка и улучшения его механических характеристик необходимо обеспечить скорость остывания в пределах 0,4–0,6 К/с. Исследования структуры, полученного в результате этого процесса слитка показало наличие в нем пластинчатой ($\gamma + \alpha_2$)-фазы и β_0 (B2)-фазы. Термическая обработка способствует увеличению объема упорядоченной кубической β (B2)-фазы, отвечающей за упрочнение и пластичность.

Ключевые слова: интерметаллид, зонная плавка, термическая обработка, структура, механические характеристики.

Интерметаллиды, к которым относятся алюминиды титана, представляют собой класс сплавов, имеющий уникальный набор физико-механических характеристик, определяющий перспективность применения их во многих областях техники и, в первую очередь, авиационных двигателей.

Однако их низкая пластичность при комнатной температуре [1–3] и связанная с этим низкая технологичность затрудняет, а в ряде случаев исключает возможность изготовления полуфабрикатов и изделий из этих материалов.

Практический интерес представляет использование нового класса β -затвердевающих γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al сплавов на основе интерметаллида системы TiAl с содержанием ниобия (до 4–5 ат. %). В работах [4, 5] было показано, что, именно благодаря присутствию ниобия как β -стабилизатора, можно получить упорядоченную β_0 (B2)-фазу. Присутствие этой фазы

© Е.А. Аснис, Н.В. Пискун, И.И. Статкевич, Е.А. Великоиваненко, Г.Ф. Розынка, А.С. Миленин,
И.Л. Богайчук, В.Э. Филатов, 2017

позволяет с помощью термической обработки воздействовать на структуру и, соответственно, механические характеристики сплава [6].

В настоящее время подобные сплавы считаются весьма перспективными для изделий аэрокосмической и автомобильной промышленности. Они характеризуются более низкой плотностью и высокой температурой плавления. Благодаря введению ниобия эти сплавы обладают повышенной жаропрочностью и облегчают технологию прокатки.

Низкие пластические свойства алюминидов титана при комнатной температуре определяются структурой первичного слитка. Одним из способов улучшения структуры и повышения механических характеристик материала является зонная плавка интерметаллида. После зонной перекристаллизации: не нужна ГИП- обработка (газостатическое изотермическое прессование), потому что в полученных слитках отсутствуют микродефекты – несплошности, микротрещины и др.; нет пористости, потому что усадка идёт направленно на фронте кристаллизации, а не в объёме слитка.

Недостатком метода зонной плавки является неравномерность распределения теплового поля вдоль формирующегося слитка, что определяется особенностью процесса плавки. При этом невозможно обеспечить однородную структуру по длине слитка и, соответственно, механические характеристики.

Авторами разработана технология, которая в едином процессе объединяет зонную плавку и термическую обработку. Это позволяет гомогенизировать структуру и свойства получаемого слитка. При этом благодаря увеличению количества упорядоченной β_0 ($B2$)-фазы, увеличиваются прочность и пластичность интерметаллида.

Для исследования в работе использовался сплав Ti-45Al-5Nb-3Cr-1,5Zr ат. %, полученный методом электронно-лучевой плавки. Этот сплав занимает промежуточное положение

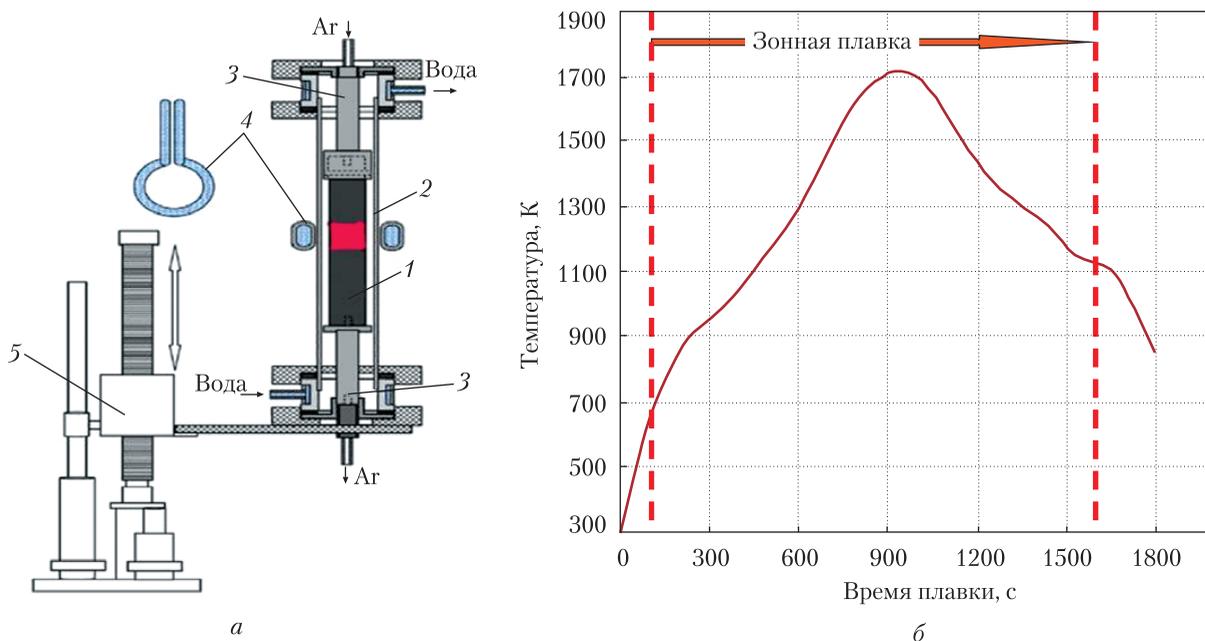


Рис. 1. Схема установки индукционной зонной плавки (а): 1 – образец; 2 – кварцевая трубка; 3 – держатели образцов; 4 – индуктор; 5 – привод. Изменение температуры от времени плавки (б)

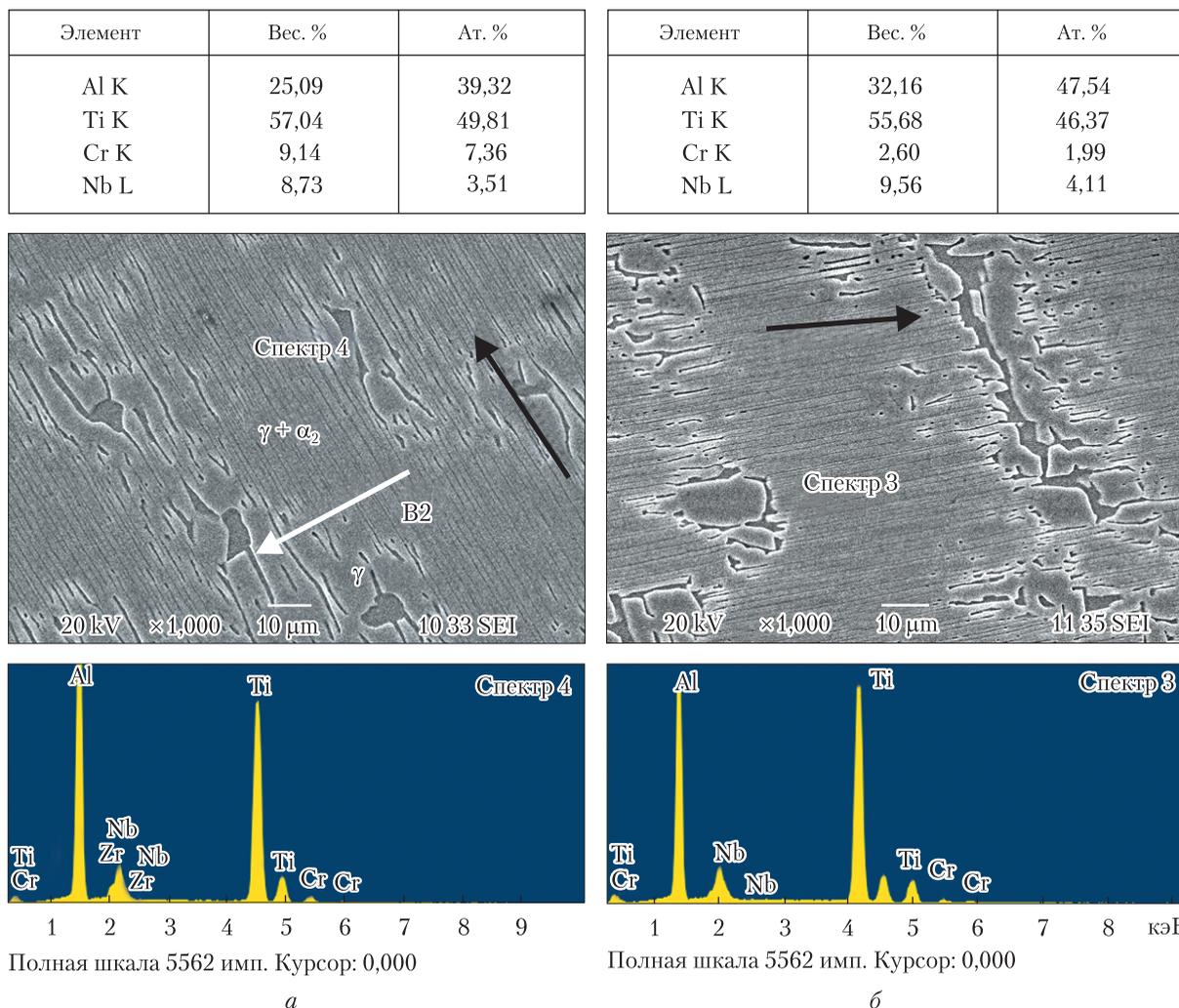


Рис. 2. Структура и данные рентгеноспектрального анализа алюминида титана после индукционной зонной плавки: *a* – верхняя, *б* – средняя, *в* – нижняя части образца; *г* – после индукционной зонной плавки с последующей термообработкой (см. также с. 39)

между сплавами легированными 0,8 ат. % ниобия и алюминидами с орторомбической структурой с содержанием ниобия до 25 ат. %.

На рис. 1 показана установка для индукционной зонной плавки и распределение температуры по длине образца в процессе его перекристаллизации.

Образцы вышеуказанного сплава представляет собой цилиндр диаметром 10 мм, длиной 100 мм. Они размещены в вертикально расположенной цилиндрической кварцевой трубке с зазором между образцом и стенкой трубки, через который сверху вниз продувается аргон. Продувка аргоном осуществляется как в процессе зонной перекристаллизации, так и после его окончания до полного остывания образца. Верхний и нижний держатели образцов охлаждаются проточной водой. Трубка с образцом размещена на штативе и может перемещаться в вертикальном направлении с заданной скоростью. Вокруг трубки с образцом неподвижно расположен индуктор.

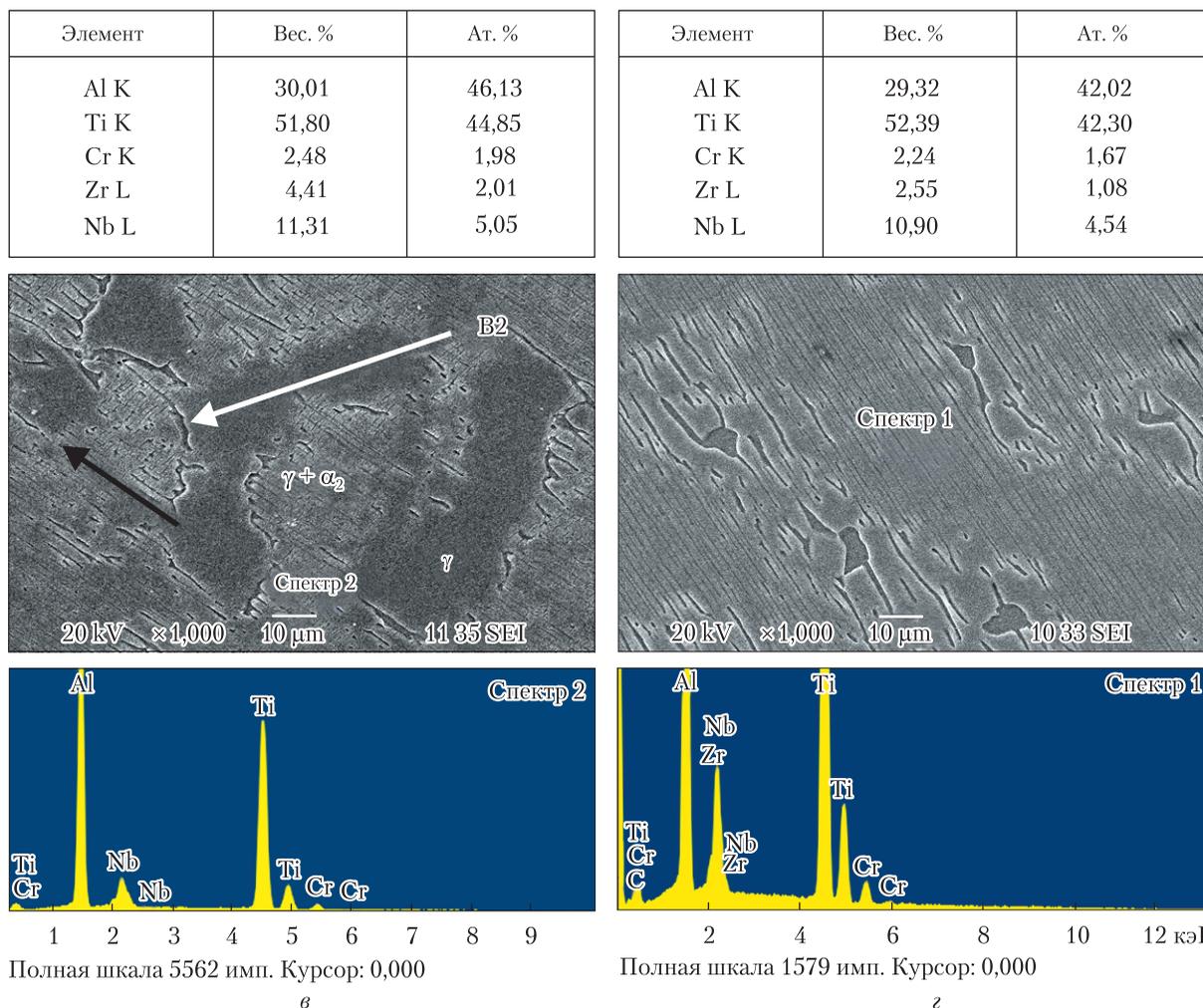


Рис. 2. Окончание

Структура перекристаллизованных образцов исследовалась методом оптической металлографии на микроскопе “Neophot-32” и методом растровой электронной микроскопии на установке JOEL. Твердость образцов определялась на твердомере M400 фирмы “Лесо”. Рентгеноструктурный анализ проводился на дифрактометре “Дрон-3М”. На испытательной машине “Instron” были проведены механические испытания исследуемых образцов. Так как интерметаллид при комнатной температуре является малопластичным сплавом, для определения его механических свойств, проводилось испытание на одноосное сжатие, которое характеризуется большим коэффициентом мягкости ($a = 2$) [7]. В этом случае можно записать диаграмму: напряжение — деформация и определить прочность и текучесть, а также, сопоставив характеристики σ_T/σ_B , определить склонность материала к хрупкому разрушению.

Проведенные структурные исследования методом оптической и электронной микроскопии, подтвержденные рентгеноструктурным анализом (рис. 2) показали, что по длине слитка, полученного методом зонной плавки, в различных его участках (верх, середина, низ) формируется трехфазная структура, состоящая из γ -, α_2 - и B2-фаз.

Исследование микроструктуры образцов после зонной перекристаллизации (рис. 2, а, б, в) показало, что кристаллизация проходит по направлению движения зоны, т.е. по направлению действия осевого температурного градиента. В верхней части образца (рис. 2, а), ~70–80 % объёма занимает упорядоченная тонкая ламельная структура $\gamma + \alpha_2$, направленная по оси слитка. Кроме того есть округлые серые участки массивной γ -фазы (10–15 % общего объёма) и светлые прослойки по границам зёрен, которые являются остаточным β -Ti (B2) – фаза ~5–7 об. %.

В средней части образца (рис. 2, б) структура сплава в основном ламельная, состоящая из ламелей ($\gamma + \alpha_2$)-фазы, формирующихся в направлении кристаллизации слитка и участков γ -фазы. Кроме этого наблюдаются небольшие доли (до 3–5 об. %) остаточной кубической B2-фазы (белая стрелка), расположенной по границам. Черная стрелка показывает направление кристаллизации сплава при плавке.

Структура нижней части образца (рис. 2, в) состоит из двойниковых ламелей ($\gamma + \alpha_2$)-фазы. Кроме того, по границам видны следы B2-фазы. Зерна разделены между собою остатками γ -фазы.

Проведенный рентгеноструктурный анализ подтвердил, что процентное содержание B2-фазы в разных участках слитка (низ, середина, верх) изменяется в пределах 5–7 об. %.

Рентгеноспектральный анализ образцов исследуемого слитка показал неравномерное распределение химических элементов по его длине в т.ч. и, в первую очередь, ниобия, который влияет на образование кубической B2-фазы. Результаты рентгеноспектрального анализа представлены на рис. 2. Видно, что в нижней части образца (рис. 2, а), остывание которой проходит с меньшей скоростью, содержание ниобия 3,5 ат. %, что ниже, чем в исходном материале. В средней части (рис. 2, б) имеются участки с более высоким содержанием ниобия. В этой части образца по данным рентгеноструктурного анализа определяется в небольших количествах кубическая B2-фаза. В верхней части слитка (рис. 2, в) содержание элементов соответствует исходному составу сплава. При этом обнаруживается до 10 % β -Ti (B2-фазы). По-видимому высокая скорость охлаждения и наличие достаточного количества β стабилизатора позволяет сохранить остаточную, т.е. первичную твердую фазу, при кристаллизации сплава этого состава.

Изменение содержания ниобия по длине слитка влияет на содержание B2-фазы и, соответственно, изменение механических характеристик по длине слитка.

Результаты проведенных испытаний на сжатие при комнатной температуре образцов, вырезанных из разных участков слитка (верх, низ, середина), показали, что σ_B образцов, подвергнутых зонной перекристаллизации, возрастает по сравнению с исходным материалом на ~30 % с 1400 до 1800 МПа, $\sigma_{0.2}$ – на 13 % с 477 до 540 МПа, а $\delta_{сж}$ – увеличивается с 19 до 23 %. На рис. 3, а представлены кривые сжатия, полученные при деформации. Более высокие показатели механических свойств наблюдаются после перекристаллизации по сравнению с исходным материалом.

Из рис. 3, а видно, что по сравнению с исходным материалом в верхней части слитка значения прочности более высокие, чем в других частях слитка в результате образования дуплексной микроструктуры – ламельной ($\gamma + \alpha_2$) и гранулярной γ -фаз. По-видимому дуплексная микроструктура оказывает положительное влияние на повышение прочности материала, а B2-фаза, расположенная по границам ($\gamma + \alpha_2$) и γ -фаз, способствуют увеличению

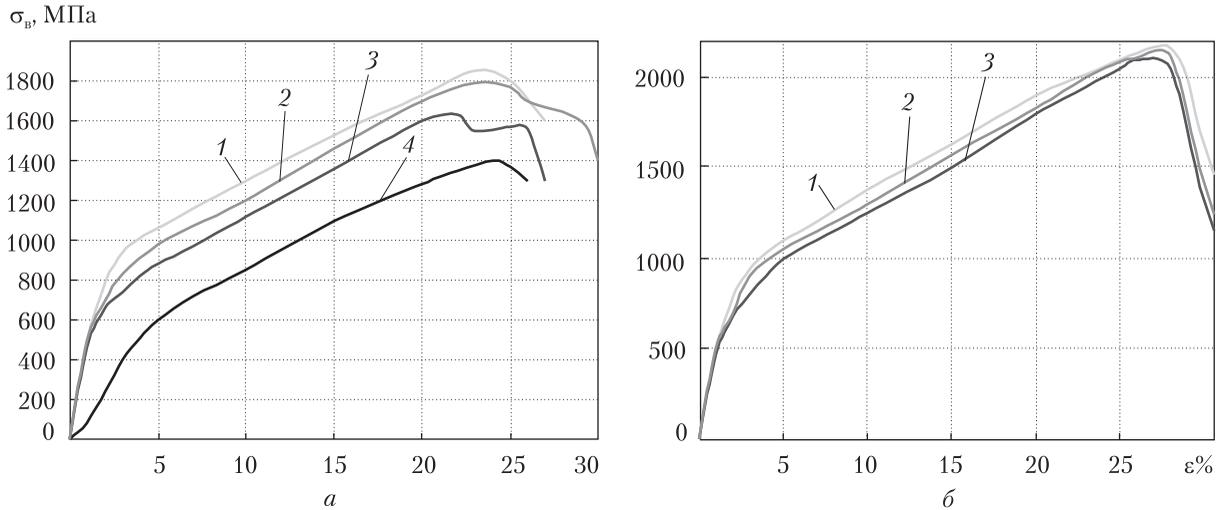


Рис. 3. Кривые сжатия для образца интерметаллида: *a* – после перекристаллизации (1 – верх, 2 – середина, 3 – низ слитка) и исходного сплава (4); *б* – после зонной перекристаллизации и последующей термической обработки (1 – верх, 2 – середина, 3 – низ слитка)

пластичности. Итак, несмотря на неоднородность материала по длине слитка, зонная перекристаллизация позволяет повысить прочность интерметаллида в среднем на 30 % по сравнению с основным переплавляемым материалом.

Таким образом, проведенные структурные исследования и результаты механических испытаний показывают неоднородность структуры и, соответственно, механических свойств по длине слитка, что связано, как было указано выше, с особенностью зонной плавки методом плавающей зоны и неравномерной скоростью охлаждения различных участков образца.

Для определения тепловых условий по длине слитка, в процессе его перекристаллизации и остывания в диапазоне температур 1273–673 К, при которых происходят структурные превращения, определяющие механические характеристики слитка, была создана математическая модель и проведен вычислительный эксперимент.

Распространение тепла внутри рассматриваемого образца, т.е. температура $T(x, y, z, t)$ в точке r, z для времени t от начала процесса, описывается уравнением теплопроводности

$$\frac{\partial}{\partial r} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial z} \right) = c\gamma \frac{\partial T}{\partial t}, \quad (1)$$

γ – удельная плотность; λ – коэффициент теплопроводности; c – удельная теплопроводность;

$$\lambda = \lambda(T_s)k; \quad c\gamma = c\gamma(T_s) + \frac{Q}{T_L - T_s}, \quad (2)$$

где $k > 1$ учитывает в полной мере конвективные потоки; Q – скрытая теплота плавления алюминида титана.

На боковой поверхности слитка, в районе индуктора, граничное условие задавали по закону Стефана–Больцмана

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = q - \varepsilon \sigma (T^4 - T_{\text{инд}}^4), \quad (3)$$

где q — удельный поток тепловой энергии от индуктора по нормали n к поверхности; ε — степень черноты металла; σ — постоянная Стефана—Больцмана; T — температура излучения металла, K и $T_{\text{инд}}$ — температура индуктора, K . За пределами индуктора принимали $\varepsilon = 0$.

На верхней и нижней поверхностях образца, а также на боковой поверхности вне индуктора задавали граничное условие Ньютона

$$-\lambda \frac{\partial T}{\partial n} = \alpha (T - T_{\text{Ar}}), \quad (4)$$

где α — коэффициент теплообмена, зависящий от температуры T_{Ar} , аргона по высоте образца.

На рис. 4, *а* показано распределение скорости охлаждения по длине слитка при зонном переплаве. Видно, что скорость охлаждения неравномерна по длине образца и составляет 0,4–0,82 К/с. Это приводит к неоднородности структуры и, соответственно, механических свойств по длине слитка.

Следует отметить, что практически разницы в скорости охлаждения по диаметру слитка не наблюдается.

С помощью вычислительного эксперимента было определено, что более равномерное остывание по длине слитка обеспечивается при скоростях охлаждения 0,4–0,6 К/с (рис.4, *б*).

Для обеспечения равномерной скорости охлаждения по длине слитка была разработана технология [8], объединяющая в едином процессе зонную перекристаллизацию интерметаллида с процессом последующей термической обработки.

Данная технология заключается в том, что непосредственно после окончания процесса плавки, индуктором осуществляется дополнительный нагрев слитка без его расплавления. С этой целью обеспечивается ход слитка в обратном направлении по отношению к вектору движения при зонной плавке. Скорость движения составляет 2/3 скорости плавки, а мощность на индукторе в процессе термообработки снижается в 2 раза. За счет дополнительного нагрева скорость охлаждения снижается и выравнивается по всей длине слитка.

По разработанной технологии была проведена зонная плавка образцов с последующей термообработкой.

Исследование методом электронной микроскопии микроструктуры образцов, полученных в результате указанного процесса, показали (рис. 2, *з*), что она имеет lamellarную структуру, состоящую из вытянутых вдоль направления движения зоны длинных непрерывных lamелей $\gamma + \alpha_2$ -фазы с незначительными участками γ -фазы, а также выделениями В2-фазы по границам lamельных колоний, причем указанная структура наблюдается по всей длине слитка, что подтверждено результатами рентгеновского фазового анализа. При этом содержание β (В2)-фазы, равномерно расположенной по длине слитка после указанной термообработки составляет ~36 %.

Как было показано в [6], отжиг при температуре ниже эвтектидной ($T_{\text{эвт}} = 1400$ К) способствует образованию (β (В2) + γ) — структуры за счет пластинчатой ($\gamma + \alpha_2$)-составляющей. Термическая обработка повышает объем β (В2)-фазы. Рост β -фазы происходит в первую очередь за счет фазового превращения $\alpha_2 \rightarrow \beta$, что объясняется их близким хими-

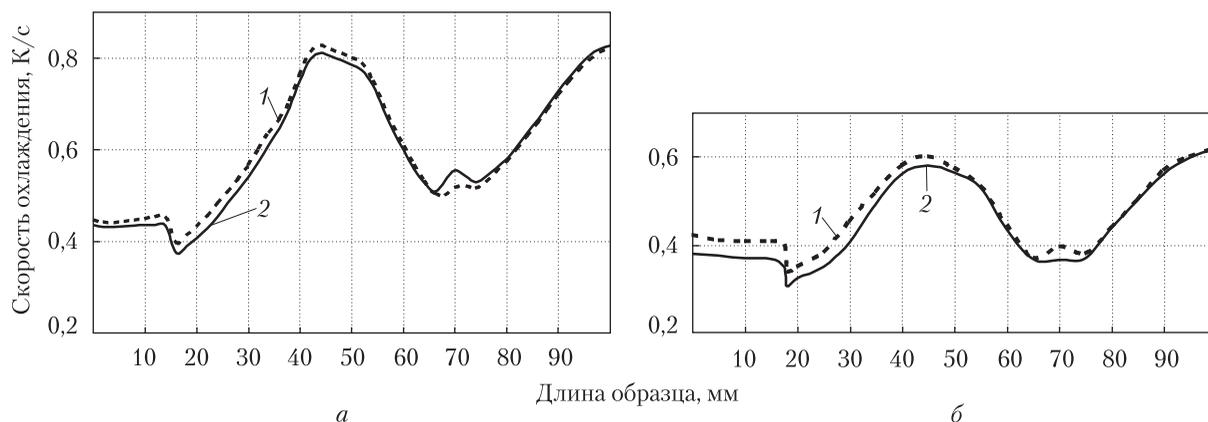


Рис. 4. Распределение скорости охлаждения по длине слитка интерметаллида: *a* — после зонной перекристаллизации; *b* — после зонной перекристаллизации и последующей термической обработки (1 — по поверхности образца, 2 — в середине образца)

ческим составом. Рост β (B2)-фазы, зарождающейся в α_2 -пластинах ведет к дестабилизации пластинчатых ($\gamma + \alpha_2$)-колоний, которые постепенно превращаются в глобулярную или грубопластинчатую ($\gamma + \beta$)-структуру. Нестабильность α_2 -фазы можно также объяснять пересыщенностью в некоторых точках цирконием, который является сильным стабилизатором β -фазы.

Таким образом, применение указанной выше термической обработки приводит к практически равномерному распределению структурных составляющих в разных участках слитка. Количественный микрорентгеноспектральный анализ показал также, что у образцов, прошедших термическую обработку, содержание элементов достаточно равномерно распределено по всей длине образца.

Из слитка, прошедшего перекристаллизацию с последующей термообработкой, вырезались образцы для механических испытаний. Испытания проводились при температуре 293 К. Определяли σ_v , $\sigma_{0.2}$ и относительную деформацию образцов при сжатии — δ %.

Из рис. 3, *b* видно, что зонная плавка с последующей термической обработкой повышает прочность по сравнению с образцами без термообработки (см. рис. 3, *a*) \approx на 20 %, а $\delta_{сж}$ примерно на 30 %. Причем данные механических свойств практически одинаковы по всей длине слитка — верх, середина и низ.

Таким образом, авторами разработан технологический процесс, объединяющий индукционную зонную плавку интерметаллида системы TiAl с термической обработкой.

Исследование показало, что этот процесс, обеспечивающий скорость остывания слитка равную 0,4–0,6 К/с, способствует гомогенизации структуры и механических характеристик по длине слитка.

Он также позволяет увеличить количество β (B2)-фазы, отвечающей за повышение прочности и пластичности с 5 до 36 %.

Изучение механических свойств интерметаллида показало, что применение процесса, сочетающего зонную плавку и термическую обработку, способствует увеличению прочности на \sim 20 % по сравнению с зонной перекристаллизацией без термообработки (с 1800 до 2200 МПа) и росту δ с 23 до 30 %.

ЦИТИРОВАННАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Казанцева Н.В., Гринберг Б.А., Демаков С.Л. и др. Микроструктура и пластическая деформация орторомбических алюминидов Ti_2AlNb . I. Образование полидоменной структуры. *Физика металлов и металловедение*. 2002. **93**, № 3. С. 83–92.
2. Каблов Е.Н., Лукин В.И. Интерметаллиды на основе титана и никеля для изделий новой техники. *Автоматическая сварка*. 2008. № 11. С. 76–82.
3. Бочвар Г.А., Саленков В.А. Исследование сплавов на основе алюминидов титана с орторомбической структурой. *Технология легких сплавов*. 2004. № 4. С. 44–46.
4. Бочвар Г.А., Саленков В.А., Пономарева Е.В. Влияние режимов закалки на структуру и фазовый состав интерметаллидных сплавов Ti-Al-Nb с высоким содержанием ниобия. *Технология легких сплавов*. 2007. № 1. С. 62–65.
5. Kumpfert J., Kaysser W.A. Orthorhombic titanium aluminides: phases, phase transformations and microstructure evolution. *Intern. J. of Mater. Research*. 2001. **82**. С. 128–134.
6. Имаев В.М., Имаев Р.М., Хисматуллин Т.Г. Механические свойства литого интерметаллидного сплава Ti-43Al-7(Nb, Mo)-0.2B (Ат. %) после термической обработки. *Физика металлов и металловедение*. 2008. **105**. № 5. С. 516–522.
7. Золотаревский В.С. Механические испытания металлов и свойства металлов. Москва: Металлургия, 1974. 304 с.
8. Патент № u 201406203. Украина, Спосіб термічної обробки інтерметаліда системи титан–алюміній. Аснис Ю.А., Пискун Н.В., Статкевич І.І. [та ін.]; заявник і патентовласник Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України; заявл. 05.06.2014; опубл. 10.12.2014р. Бюл. № 23.

Поступило в редакцию 28.02.2017

REFERENCES

1. Kazantseva, N. V., Grinberg, B. A., Demakov, S. L., et al. (2002). Microstructure and plastic strain of orthorhombic aluminides Ti_2AlNb . I. Formation of a polydomain structure. *Fiz. metal. i metalloved.*, 93, No. 3, pp. 83-92 (in Russian).
2. Kablov, E. N. & Lukin, V. I. (2008). Titanium- and nickel-based intermetallides for products of a new technique. *Avtom. svarka*, No. 11, pp. 76-82 (in Russian).
3. Bochvar, G. A. & Salenkov, V. A. (2004). Study of alloys on the basis of titanium aluminide with orthorhombic structure. *Tekhn. legk. splavov*, No. 4, pp. 44-46 (in Russian).
4. Bochvar, G. A. & Salenkov, V. A., Ponomareva, E. V. (2007). Influence of hardening modes on the structure and phase composition of Ti-Al-Nb intermetallic alloys with high content of niobium. *Tekhn. legk. splavov*, No. 1, pp. 62-65 (in Russian).
5. Kumpfert, J. & Kaysser, W. A. (2001). Orthorhombic titanium aluminides: phases, phase transformations and microstructure evolution. *Intern. J. Mater. Research*, 82, pp. 128-134.
6. Imaev, V. M., Imaev, R. M. & Khismatullin, T. G. (2008). Mechanical properties of Ti-43Al-7(Nb,Mo) - 0.2B (at. %) intermetallic alloy after a heat treatment. *Fiz. metal. i metalloved.*, 105, No. 5, pp. 516-522 (in Russian).
7. Zolotarevski, V. S. (1974). Mechanical testing of metals and properties of metals. Moscow: Metallurgiya (in Russian).
8. Patent № u 201406203. Asnis Y. A., Piskun N. V., Statkevich I.I. et al. The method of thermal processing intermetallics titanium-aluminum system, Ukraine, patent owner Welding Institute. EO Paton NAS of Ukraine, appl. 05.06.2014. Publ. 10.12.2014r. Bull. No. 23 (in Ukrainian).

Received 28.02.2017

Ю.А. Аснис¹, Н.В. Пискун¹, І.І. Статкевич¹, О.А. Великоіваненко¹,
Г.Ф. Розинка¹, О.С. Міленін¹, І.Л. Богайчук¹, В.Е. Філатов²

¹ Інститут електрозварювання ім. Є.О. Патона НАН України, Київ

² Інститут проблем міцності ім. Г.С. Писаренка НАН України, Київ

E-mail: asnis@paton.kiev.ua, ips@ipp.kiev.ua

РЕГУЛЮВАННЯ СТРУКТУРИ І ФАЗОВОГО СКЛАДУ АЛЮМІНІДІВ ТИТАНУ, ОТРИМАНИХ ЗОННОЮ ПЛАВКОЮ

Розроблена технологія, в єдиному процесі об'єднуюча індукційну зонну плавку інтерметаліду системи TiAl з наступною термічною обробкою, що забезпечує швидкість охолодження, яка сприяє гомогенізації структури і механічних характеристик по довжині зливку. Створено математичну модель процесу та проведено обчислювальний експеримент, за допомогою якого було показано, що для гомогенізації структури інтерметаліду по всій довжині зливка і поліпшення його механічних характеристик необхідно забезпечити швидкість охолодження в межах 0,4–0,6 К/с. Дослідження структури зливку, який отриманий в результаті цього процесу, показало наявність в ній пластинчастої ($\gamma + \alpha_2$)-фази і β_0 (B2)-фази. Термічна обробка сприяє збільшенню об'єму впорядкованої кубічної β (B2)-фази, що відповідає за зміцнення і пластичність.

Ключові слова: інтерметалід, зонна плавка, термічна обробка, структура, механічні характеристики.

Е.А. Аснис¹, N.V. Piskun¹, I.I. Statkevich¹, E.A. Velikoivanenko¹,
G.F. Rozyinka¹, A.S. Milenin¹, I.L. Bohaichuk¹, V.E. Filatov²

¹ Ye.O. Paton Electric Welding Institute of the NAS of Ukraine, Kiev

² G.S. Pisarenko Institute for Problems of Strength of the NAS of Ukraine, Kiev

E-mail: asnis@paton.kiev.ua, ips@ipp.kiev.ua

REGULATION OF THE STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION OF TITANIUM ALUMINIDES PRODUCED BY ZONE MELTING

A technology, combining the induction zone melting of intermetallics of the TiAl system and a subsequent heat treatment providing the cooling rate, which promotes the homogenization of the structure and mechanical characteristics along the ingot, has been developed. A mathematical model of the process is constructed, and the computing experiment is conducted, which showed that the homogenization of an intermetallic structure along the entire ingot length and the improvement of its mechanical characteristics require ensuring the cooling rates in the interval of 0.4–0.6 K/s. Investigation of the structure of an ingot produced by this process showed the presence of the platelike ($\gamma + \alpha_2$)-phase and the β_0 (B2)-phase in it. Heat treatment promotes an increase of the volume of the ordered cubic β (B2)-phase responsible for strengthening and ductility.

Keywords: intermetallic, zone melting, heat treatment, structure, mechanical properties.