



# СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ОСАЖДЕННЫХ ИЗ ПАРОВОЙ ФАЗЫ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА

Л. М. Нероденко, Е. В. Оноприенко, Б. А. Мовчан

Исследованы структура и механические свойства (временное сопротивление, относительное удлинение, скорость высокотемпературной ползучести) осажженных из паровой фазы материалов Ti-Si (2,0... 18,0 % Si). Показано, что упрочненные интерметаллидными фазами конденсаты являются перспективными для создания жаропрочных материалов на основе титана.

Structure and mechanical properties (ultimate rupture strength, elongation, rate of high-temperature creep) of Ti-Si (2.5... 18 % Si) materials, deposited from the vapor phase, are investigated. It is shown that condensates, strengthened by intermetallic phases, are challenging for the development of titanium-base heat-resistant alloys.

**Ключевые слова:** электронно-лучевое испарение; конденсаты Ti-Si; микроструктура; механические свойства

**Введение.** Высокопрочные и жаропрочные материалы на основе титана являются одними из наиболее распространенных конструкционных материалов. Требования к их эксплуатационным характеристикам, особенно при температурах до 800 °С, непрерывно возрастают. Традиционным способом повышения прочности является дисперсное упрочнение путем формирования в структуре сплава частиц высокой степени дисперсности (оксидов, боридов, нитридов). В частности, использование технологии быстрого затвердевания обеспечило получение титановых сплавов с большой объемной долей некогерентных частиц, характеризующихся высоким уровнем сопротивления коагуляции при температуре 600... 800 °С, а также со значительным сопротивлением ползучести [1].

Электронно-лучевое испарение и конденсация в вакууме относятся к прецизионным способам производства дисперсно-упрочненных материалов с регулируемыми параметрами упрочняющей фазы [2].

В работе [3] показано, что дисперсно-упрочненные материалы на основе титана, полученные электронно-лучевым испарением с последующим осаждением в вакууме, могут конкурировать по уровню механических свойств при 20 °С и жаропрочности с дисперсно-упрочненными титановыми сплавами, выполненными способом быстрой кристаллизации, подтверждением чему служат данные рис. 1, 2, где показаны концентрационная зависимость парамет-

ров прочности и пластичности, а также скорость установившейся ползучести при 600 °С конденсатов и сплавов, произведенных путем быстрого затвердевания [4–6].

Одним из возможных способов дисперсионного упрочнения титановых сплавов является использование в качестве тугоплавких частиц интерметаллидов титана. Наиболее предпочтительны для этих целей алюминиды TiAl, Ti<sub>3</sub>Al, Ti<sub>2</sub>AlNb, а также силициды Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>, TiSi<sub>2</sub>. Силициды титана характеризуются целым рядом положительных качеств — низкой плотностью, высоким модулем упругости, большим сопротивлением ползучести и окислению. Однако они имеют недостаточную пластичность при комнатной температуре, поскольку температура их хрупко-вязкого перехода находится в интервале 800... 1050 °С. Положительные качества силицидов могут быть использованы при введении их в пластичную матрицу титана в виде мелкодисперсных частиц (преимущественно Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>) или получении эвтектических сплавов, упрочненных волокнами Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>. Впервые положительное влияние кремния, образующего с титаном интерметаллиды, на жаропрочность и жаростойкость титана отмечено в работе [7]. В статье [8] показано, что добавки кремния успешно применяли для повышения прочности и жаропрочности литых титановых сплавов.

В работе [9] описано получение повышенного сопротивления ползучести направленно закристаллизованных эвтектических сплавов Ti-Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>, содержащих 8,5 % Si (приблизительно 30 об. % Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>).

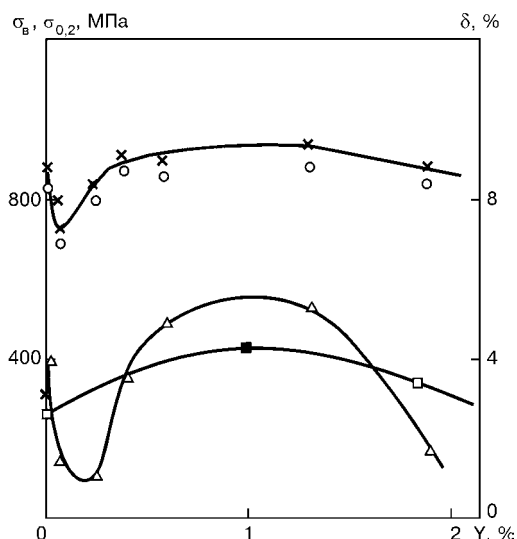


Рис. 1. Влияние содержания иттрия на предел текучести (○), временное сопротивление (×), относительное удлинение (Δ) конденсатов Ti–Y и предел текучести сплавов Ti–Y, Ti–Er (□, ■) [4, 5] при температуре 20 °С

В работах последних лет исследованы материалы Ti–Al–Si, выполненные двумя способами — направленным затвердением сплавов Ti–Si с целью формирования в матрице α-Ti волокон Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> и приготовлением мелкозернистых структур доэвтектического или эвтектического состава, представляющих α-Ti матрицу с частицами Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> размером в несколько микрон [10–12]. Авторы этих исследований пришли к выводу о перспективности использования указанных композиционных материалов в качестве основы для разработки новых титановых материалов с рабочей температурой до 800 °С.

Предметом настоящей статьи являются результаты исследования структуры и свойств дисперсно-упрочненных материалов на основе системы Ti–Si, получаемых с помощью электронно-лучевого испарения и конденсации и представляющих интерес для использования при высоких значениях температуры.

**Материалы и методика исследования.** Исходными материалами для испарения служили слитки титана, произведенные способом электронно-лучевого переплава в вакууме, а также слитки кремния, полученные из цилиндрического образца монокристалла, выращенного по методу Чохральского. Перед процессом испарения и конденсации исходных материалов на поверхность дисковой подложки осаждали антиадгезионный слой CaF<sub>2</sub> толщиной 1,0... 1,5 мкм. Толщина полученного конденсата составляла около 1 мм. С целью достижения высоких скоростей материалы испаряли через жидкие ванны тугоплавких материалов: титан — через ванну ниобия, кремний — через ванну гафния.

Структуру конденсатов исследовали на растровом электронном микроскопе Camscan. Для анализа элементного состава использовали систему EDS микроскопа Camscan и спектрометр Philips X-ray spectrometer X'Unique 2.

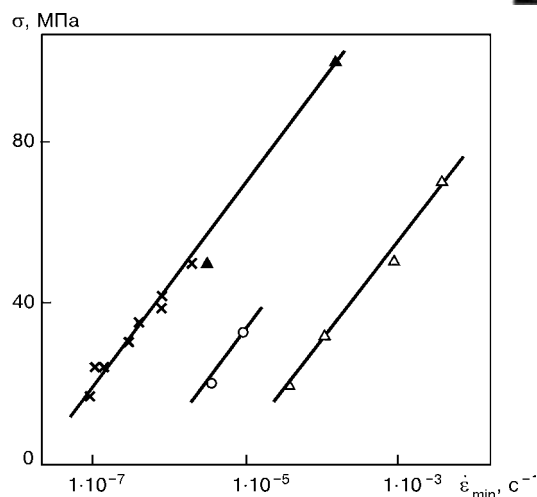


Рис. 2. Зависимость скорости установившейся ползучести от напряжения Ti (○) и сплава Ti–Y (×), полученных способом быстрого затвердения [4, 6], а также конденсатов Ti (Δ) и Ti–Y (▲) [3]; T<sub>исп</sub> = 600 °С

Механические свойства определяли путем растяжения плоских образцов с рабочей частью 1×3×12 мм со скоростью деформации 1,7·10<sup>-3</sup> с<sup>-1</sup> в вакууме. Проведены также испытания на растяжение в условиях ползучести при температуре 700 °С в вакууме с определением минимальной скорости ползучести. Конденсаты с высоким содержанием кремния (8 и 18 %) испытывали на трехточечный изгиб. Перед механическими испытаниями образцы отжигали при 750 (температура конденсации), 1000 и 1200 °С в течение 1 ч.

**Результаты исследования.** Полученные конденсаты содержали 2; 8 и 18 % кремния. Объемная доля силицидной фазы составляла соответственно около 7; 29 и 63 % (расчет).

Используемая технология обеспечивает получение конденсатов с плотной структурой и достаточно равномерным распределением элементов по толщине конденсата.

Типичные микроструктуры исследуемых материалов показаны на рис. 3.

Для конденсатов с 2 % кремния в исходном состоянии характерно наличие кристаллитов, вытянутых в направлении падения парового потока; силицидная фаза располагается преимущественно по границам кристаллитов. Структура зоны разрушения образцов, испытанных на растяжение при 20 и особенно при 700 °С, становится более равномерной; наряду с крупными включениями присутствуют мелкие частицы силицидной фазы, появление которых вызвано, возможно, эвтектоидным распадом под действием напряжения. При 8 % кремния конденсаты имеют характерную эвтектическую структуру, при 18 % — силицидная фаза формируется в виде каркаса.

Отжиг конденсатов Ti–8Si при значениях температуры 1000 и 1200 °С способствует округлению частиц силицидной фазы с последующим увеличением их размера. Подобная эволюция структуры характерна и для конденсата Ti–18Si.

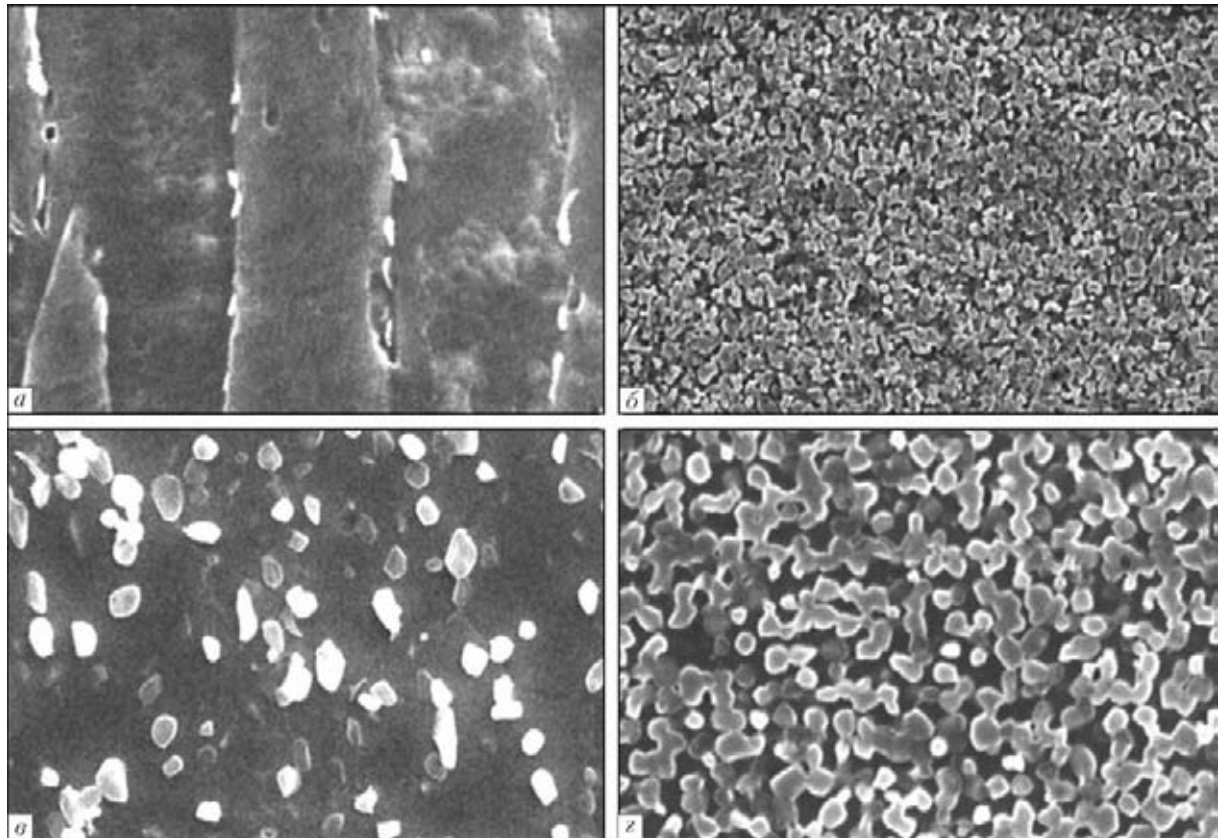


Рис. 3. Микроструктура конденсированных материалов Ti-Si после термообработки: а, в – Ti-2Si; б, г – Ti-8Si; а, б –  $T_{отж} = 750\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 1 ч, вакуум; в, г –  $T_{отж} = 1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 1 ч, вакуум;  $\times 1000$

Структура конденсатов Ti-2Si после отжига при 1000 и 1200 °C становится равноосной: размер зерна увеличивается приблизительно до 60 мкм.

**Механические свойства.** Введение 2 % кремния в конденсированный титан повышает его временное сопротивление при 20 °C от 600 до 750 МПа; относительное удлинение при этом снижается от 14,0 до 7,6 %. Повышение содержания кремния примерно до 8 % способствует снижению пластичности до ну-

ля. Следует отметить, что пластичность эвтектического сплава Ti-8,5 % Si, полученного в работе [9] способом направленной кристаллизации, составляет примерно 0,55... 0,65 %.

Температурные зависимости временного сопротивления и относительного удлинения конденсатов Ti-2 % Si после отжига при 750 °C приведены на рис. 4, 5. Здесь также представлены аналогичные зависимости для литых сплавов Ti-2,5Si, Ti-6Al-2,5Si [8] и Ti-3Al-4,8Zr [11]. Следует заметить, что значения  $\sigma_B$  конденсированного материала и сплава

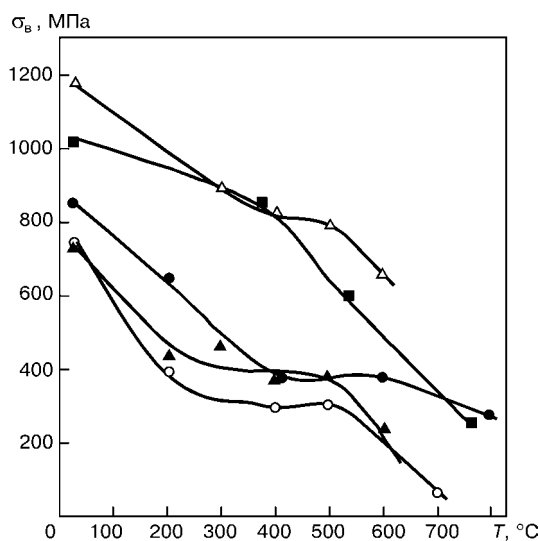


Рис. 4. Зависимость временного сопротивления материалов Ti(TiAl)-Si от температуры отжига: Δ – Ti-6Al-2,5Si [5]; ■ – Ti-8Si [9]; ● – Ti-3Al-2Si [11]; ▲ – Ti-2,5Si [5]; ○ – Ti-2Si конденсат

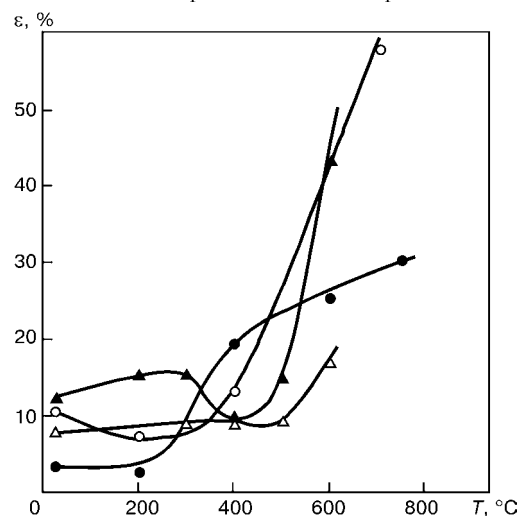


Рис. 5. Зависимость относительного удлинения материалов Ti-Si и Ti-Al-Si от температуры отжига: ○ – Ti-2Si конденсат; ▲ – Ti-2,5Si [3]; Δ – Ti-6Al-2,5Si [3]; ● – Ti-3Al-2Si [8]



Ti-2,5Si [8] близки. Естественно, наличие в литом сплаве 6 % алюминия существенно улучшает его прочностные характеристики. На этом основании представляется перспективным дальнейшее упрочнение конденсата Ti-2Si путем его легирования алюминием. При температуре 500 °C конденсат Ti-2Si теряет прочность, а пластичность при этом резко увеличивается (рис. 5). Низкая жаропрочность обусловлена, по-видимому, мелкокристаллической структурой конденсированного материала.

Конденсаты с массовой долей 8 и 18 % кремния, испытанные на изгиб в состоянии после конденсации, разрушаются в упругой области, незначительное отклонение, соответствующее углу загиба примерно 10', отмечено в конденсатах Ti-8Si, отожженных в интервале температур 1000...1200 °C. Конденсаты Ti-18Si являются хрупкими.

На рис. 6 показана зависимость минимальной скорости ползучести конденсата Ti-2Si от приложенного напряжения. Следует отметить, что значения  $\dot{\epsilon}_{\min}$  его и нанокристаллического материала Ti6Al4V, полученного в работе [13] способом плазменного осаждения сплава Ti-6Al-4V в аргоне ( $d_3 \sim 30...100$  нм), близки.

Таким образом, упрочненный интерметаллидной фазой Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> (примерно 7...8 об. %) конденсированный материал на базе систем Ti-Si является перспективным для использования в качестве основы при создании жаропрочных материалов, например Ti-Al-Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub>, с рабочей температурой до 800 °C.

1. Wang Sung H. Review. Rapidly solidified titanium alloys for high temperature applications // J. materials sci. — 1986. — 21, № 7. — P. 2224-2238.
2. Мовчан Б. А. Получение новых неорганических материалов путем конденсации паровой фазы в вакууме // Вестник АН СССР. — 1985. — № 7. — С. 21-29.
3. Корж А. В., Героденко Л. М., Молодчина Т. А. Структура и механические свойства дисперсно-упрочненных конденсированных материалов Ti-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> // Пробл. спец. электрометаллургии. — 1991. — № 4. — С. 32-35.
4. Sastry S. M. L., Peng T. C., Beckerman L. P. Structure and properties of rapidly solidified dispersion strengthened titanium alloys: Part II. Tensile and creep properties // Metal transl. — 1984. — 15A, № 7. — P. 1465-1474.
5. Naka S., Marty M., Octor H. Oxide-dispersed titanium alloys Ti-Y prepared with the rotating electrode process // J. materials sci. — 1987. — 22, № 3. — P. 887-895.

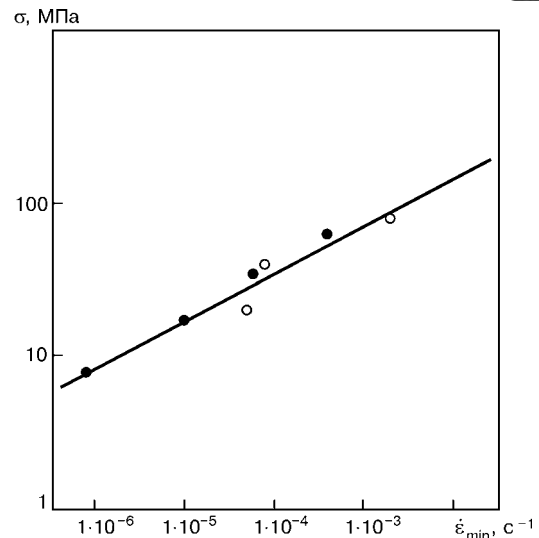


Рис. 6. Зависимость минимальной скорости ползучести осажденного из паровой фазы материала Ti-2,5Si и материала Ti-6-4 [13], полученного способом плазменного напыления, от напряжения: ● — Ti-6-4 ( $T_{\text{всп}} = 680$  °C); ○ — Ti-2,5Si ( $T_{\text{всп}} = 700$  °C)

6. Perrier C, Naka S., Kubin L.P. Plastic deformation behaviour of rapidly solidified Ti-Y alloys below 700 °C // Scr. metals. — 1989. — 23, № 4. — P. 477-482.
7. Sutcliffe D. A. Revue de Metal. — 1954. — 51, № 8. — P. 524.
8. Глазунов С. Г., Елагина Л. А., Котова В. И. Сплавы систем титан-кремний и титан-алюминий-кремний // Титан в промышленности. — М.: Оборонгиз, 1961. — С. 41-72.
9. Crossman F. W., Sue A. S. Unidirectionally solidified Ti-TiB and Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> eutectic composites // Metal transl. — 1971. — 2, № 6. — P. 1545-1555.
10. Fronimeyer G., Rosenkranz R. Structures and properties of the refractory silicides Ti<sub>5</sub>Si<sub>3</sub> and TiSi<sub>2</sub> and Ti-S-(Al) eutectic alloy // Metallic materials with high structural efficiency. Nato science series. — 2004. — 146/II. — P. 287-308.
11. Структура и механические свойства порошковых материалов системы Ti-Al-Si / О. И. Баньковский, Л. Д. Кулак, Н. Н. Кузьменко, С. А. Фирстов // Порошк. металлургия. — 2000. — № 5-6. — С. 108-116.
12. Effect of Zr on structure and mechanical behaviour of Ti-Al-Si alloys / I. Gornaya, O. Bankosky, L. Kulak et al. // Metallic materials with high structural efficiency. Nato science series. — 2004. — 11/146. — P. 229-235.
13. Warren J., Hsiung L. M., Wadley H. N. G. High temperature deformation behaviour of physical vapor deposited Ti-6Al-4V // Acta met. — 1995. — 43, № 7. — P. 2773-2787.

Ин-т электросварки им. Е. О. Патона НАН Украины, Киев

Поступила 15.06.2006