

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»
Институт новых материалов и технологий
Кафедра термообработки и физики металлов

На правах рукописи

ЛУГОВАЯ КСЕНИЯ ИГОРЕВНА

ИЗУЧЕНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ ДВУХФАЗНОЙ СТРУКТУРЫ В СПЛАВАХ СИСТЕМЫ Ti-Al

05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:
доктор технических наук, профессор
Попов Артемий Александрович

Екатеринбург – 2021

Оглавление

Введение.....	3
ГЛАВА 1 Литературный обзор.....	9
1.1 Легирование алюминием.....	9
1.2 Жаропрочные сплавы на основе алюминидов титана.....	13
1.3 Особенности выделения α_2 -фазы в Ti сплавах.....	20
1.4 Постановка задачи исследования.....	46
ГЛАВА 2 Материалы и методики исследования.....	48
2.1 Материалы исследования.....	48
2.2 Термическая обработка сплавов.....	49
2.3 Методика исследований.....	50
ГЛАВА 3 Влияние режимов старения на структуру сплавов, охлажденных на воздухе и состаренных.....	55
3.1 Структурные особенности после высокотемпературной обработки литых сплавов.....	55
3.2 Процессы отжига сплава Ti-26Al.....	61
3.3. Процессы старения сплава Ti-17Al.....	65
Выводы.....	74
ГЛАВА 4 Влияние закалки из β - и α -областей на структуру и свойства состаренного Ti-17Al.....	75
4.1 Старение после закалки из β -области.....	75
4.2 Процессы после обработки в однофазной α -области при 950 °C.....	86
4.2.1 Изотермический распад переохлажденной α -фазы из однофазной α -области при 400-600 °C.....	86
4.2.2 Проведение старения после закалки из α -области.....	91
4.3 Влияние режимов термической обработки на механические свойства.....	98
Выводы.....	104
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	105
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	108
Приложение.....	116

Введение

Актуальность работы

В настоящее время титановые сплавы широко применяются в изделиях авиакосмической промышленности в силу их высоких характеристик удельной прочности, жаропрочности и коррозионной стойкости. Разработка новых изделий, в том числе авиационных двигателей, требует создания материалов, работающих при повышенных температурах. Существующие в настоящее время титановые сплавы, на основе α -фазы, способны работать до температур, не превышающих 600 °С, при времени эксплуатации не более 100 часов при заданной температуре. В тоже время сплавы на основе алюминидов титана могут эксплуатироваться и при более высоких температурах, но, к сожалению, они обладают пониженной вязкостью и пластичностью при комнатных температурах, что затрудняет их применение. В этой связи представляют интерес сплавы типа ($\alpha+\alpha_2$) с большим количеством интерметаллидной фазы, разработка которых может обеспечить некоторое повышение рабочих температур и увеличить длительность эксплуатации создаваемых изделий. В этой связи вызывает большой интерес псевдо- α сплавы, упрочненные выделениями вторых фаз, в том числе Ti_3Al , поскольку они характеризуются пониженной плотностью, стабильными модулями упругости и повышенными прочностными свойствами.

На сегодняшний день повышение жаропрочности титановых сплавов достигается за счет создания пластинчатой структуры, полученной обработкой в высокотемпературной β -области, а наибольшее внимание уделяется основным фазам α и β , их количественному соотношению и морфологии. При этом закономерностям формирования интерметаллидных фаз, в частности Ti_3Al , уделяется на наш взгляд недостаточно внимания. В тоже время количество, морфология и характер распределения этих фаз может существенно менять свойства материала. Поэтому для практической реализации оптимального комплекса свойств необходимо глубокое понимание закономерностей выделения данных интерметаллидных фаз в титановых сплавах. При этом актуальной задачей

является изучение механизмов формирования ($\alpha + \alpha_2$) структуры в сплавах с большой объемной долей второй фазы.

Степень разработанности темы исследования

Формирование двухфазных ($\alpha + \beta$) - структур в жаропрочных титановых сплавах является довольно изученной темой в российской и зарубежной литературе. Большое количество работ по тематике было выполнено научными коллективами во главе с Ильиным А.А. и Колачевым Б.А. (МАИ); Хоревым А.И., Ночовой Н.А. (ВИАМ); Полькиным И.С. и Ноткиным А.Б. (ВИЛС); Гринберг Б.С. и Карькиной Л.Е (ИФМ УрО РАН). Постоянный рост публикаций по данной тематике показывает необходимость изучения жаропрочных сплавов с целью совершенствования структуры и фазового состава для повышения комплекса свойств. Также большое количество исследований посвящено выделению интерметаллидных фаз в этих сплавах. Однако особенности механизмов выделения Ti_3Al являются недостаточно изученными. При этом известно, что образование интерметаллидной α_2 -фазы возможно по двум различным механизмам: гетерогенному (зарождения и роста) и гомогенному (фазового превращения 2 рода). В зависимости от механизма образования данная фаза может существенно влиять на эксплуатационные свойства изделий при комнатной температуре.

В связи с этим **целью** данной работы является изучение закономерностей процессов выделения интерметаллидной фазы Ti_3Al в высоколегированных алюминием модельных сплавах с различной структурой, определяемой режимами термической обработки, выявление особенностей формирования двухфазной ($\alpha + \alpha_2$) структуры, а также установление ее влияния на комплекс механических свойств.

Задачи:

1. Исследовать особенности процессов формирования структуры после нагрева в однофазную β -область и последующего отжига в сплаве на основе α_2 -фазы $Ti-26Al$.

2. Изучить процессы выделения интерметаллида Ti_3Al в двухфазном ($\alpha + \alpha_2$) сплаве Ti-17Al после нагрева в однофазную β -область и последующего старения.
3. Выяснить влияние условий термической обработки на механизмы образования двухфазной структуры и формирующийся комплекс механических свойств в сплаве Ti-17Al.

Научная новизна:

Установлено, что в двухфазном сплаве Ti-17Al после охлаждения на воздухе с температур β -области и старения при температурах 500...900 °C происходит распад пересыщенного α - твердого раствора с образованием дисперсных частиц α_2 -фазы, размеры которых увеличиваются с увеличением времени и температуры старения. В то время в сплаве Ti-26Al при аналогичных обработках протекает процесс упорядочения, что подтверждается формированием и совершенствованием антифазных границ.

Выявлено, что в сплаве Ti-17Al в процессе изотермической выдержки при 400...600 °C после переохлаждения с 950 °C образование частиц α_2 -фазы происходит как фазовое превращение I рода по механизму зарождения и роста. Размер формирующихся частиц в основном определяется температурой изотермической выдержки и незначительно увеличивается с ростом продолжительности термической обработки. При этом наблюдаемые в структуре α -твердого раствора парные дислокации свидетельствует о протекании процессов упорядочения, как фазовых превращений второго рода.

Показано, что после закалки сплава Ti-17Al с 1200 °C формируется мартенситная структура без видимых признаков выделения α_2 -фазы, в то время как при закалке с 950 °C образуется ($\alpha+\alpha_2$) структура, характер которой свидетельствует о спинодальном механизме ее образования. В результате длительного старения при 500 °C в структуре выделяются дисперсные частицы α_2 -фазы, не имеющие четких границ. Размытые границы исследуемых выделений могут косвенно свидетельствовать о гомогенном механизме образования данной

фазы. Старение при температурах 650...700 °С с выдержками до 300 часов способствует росту частиц Ti_3Al вдоль направления $[001] \alpha$.

Теоретическая и практическая значимость работы

Выявлена реализация различных механизмов распада метастабильной α -фазы в зависимости от предшествующей обработки двухфазного сплава с $(\alpha + \alpha_2)$ -структурой. Так при первоначальной высокотемпературной обработке в однофазной α -области возможно формирование двухфазной структуры в результате развития гомогенного фазового превращения. В то время как обработка в однофазной β -области приводит к выделению интерметаллидных частиц по механизму зарождения и роста.

Установлено, что заключительная термическая обработка должна исключать $\beta \rightarrow \alpha$ превращение для реализации процессов упорядочения, как фазового превращения II рода, в α твердом растворе для повышения термостабильности материала, а также получения удовлетворительного комплекса механических свойств.

Результаты, полученные в диссертационной работе, используются при корректировке режимов термической обработки жаропрочных титановых сплавов в ПАО «Корпорации ВСМПО-АВИСМА».

Методология и методы исследования Основой для работы послужили труды отечественных и зарубежных ученых в области изучения структуры и свойств жаропрочных титановых сплавов, а также сплавов на основе интерметаллидов. В ходе работы были использованы такие современные методы исследований как дифференциальная сканирующая калориметрия, изучение относительного электросопротивления, рентгеноструктурный фазовый анализ, просвечивающая и растровая электронная микроскопия (ПЭМ и РЭМ), микродюрметрический анализ, а также исследование механических свойств при сжатии и ползучести.

Положения, выносимые на защиту:

1. Возможность регулирования механизмов процессов распада метастабильных фаз при помощи различных режимов термической обработки.
2. Целесообразность развития $\alpha \rightarrow \alpha_2$ превращения как фазового превращения II рода, а также исключение $\beta \rightarrow \alpha$ превращения на последних этапах термической обработки.
3. Получение двухфазной ($\alpha+\alpha_2$) структуры после закалки с 950 °С и последующего старения, обладающей большей пластичностью при комнатной температуре.

Оценка достоверности результатов исследования выявила, что экспериментальные результаты получены на современном оборудовании, показана воспроизводимость результатов исследования, согласуются с опубликованными экспериментальными данными по теме исследовательской работы, использованы современные методы сбора и обработки исходной информации.

Апробация результатов работы выполнена путем докладов итогов исследований на конференциях и публикацией в рецензируемых изданиях, в том числе, зарубежных и из перечня ВАК.

Основные положения и результаты работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: XII Российская ежегодная конференция Молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов» (Москва: ИМЕТ РАН, 2015); XVI Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых (Екатеринбург: УрФУ, 2015); IV Всероссийская молодежная школа-конференция «Современные проблемы металловедения» (Севастополь: НИТУ «МИСиС», 2016); XVII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых (Екатеринбург: УрФУ, 2016); VII Международная конференция «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Москва: ИМЕТ РАН, 2017); XVIII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых (Екатеринбург: УрФУ, 2017);

Международная конференция 16th High Temperature Materials Chemistry Conference (НТМС-ХVI), (Екатеринбург, 2018); XIX Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлургов – молодых ученых (Екатеринбург: УрФУ, 2018); Международная конференция "Materials science of the future: research, development, scientific training (MSF'2019)" (Нижний Новгород, Университет Лобачевского, 2019); XX Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлургов – молодых ученых (Екатеринбург: УрФУ 2020)

Публикации. Основное содержание диссертационной работы опубликовано в 25 печатных трудах, в том числе 4 из них опубликованы в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ. Три статьи вошли в международные базы Scopus и Web of Science.

Работа выполнена на кафедре термообработки и физики металлов ФГАОУ ВО «Уральский Федеральный Университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина» в рамках исследований, включённых в следующие научные программы: «Разработка научно-обоснованных подходов по управлению структурой и свойствами цветных металлов и сплавов, и совершенствования методов их получения и обработки для изделий ответственного назначения» в соответствии с соглашением /договором /госконтрактом № 075-03-2020-582/4 от 10.06.2020.

ГЛАВА 1 Литературный обзор

В настоящее время Ti и сплавы на его основе нашли широкое применение в качестве конструкционных материалов. Чистый титан характеризуется невысокой прочностью ($\sigma_b \approx 250 \dots 450$ МПа), высокой пластичностью ($\delta = 50 \dots 60$ %, $\psi = 70 \dots 90$ %) и технологичностью при обработке давлением, включая холодную штамповку. В связи с невысокой плотностью ($\rho \approx 4,5$ г/см³) он обладает преимуществами перед многими материалами по удельным прочностным характеристикам [1], что и определяет широкое применение титана в авиакосмической промышленности. Другой областью широкого применения титана является химическая промышленность в силу исключительно высокого сопротивления коррозии титана во многих агрессивных средах (щелочах, кислотах, щелочных и кислотных растворах) и других активных средах, что обусловлено образованием на его поверхности плотной оксидной пленки. Важные области его применения определяет высокая коррозионная стойкость в естественных средах, в том числе морской атмосфере и морской воде. Титан обладает рядом привлекательных теплофизических свойств, что обуславливает его применение в некоторых специфических областях техники [1...6].

Эффективность применения титана во многих назначениях можно значительно повысить легированием и методами термической обработки. Эти направления во многом основаны на полиморфизме Ti: как известно, до температуры 882,5 °С титан обладает ГПУ-структурой (α - фаза), выше 882,5 °С до температуры плавления — ОЦК-структурой (β - фаза).

1.1 Легирование алюминием

Алюминий является основным легирующим элементом титановых сплавов и присутствует почти во всех сплавах, поскольку обладает следующими преимуществами перед остальными легирующими компонентами [2]:

- он широко доступен и сравнительно дешев;

- плотность алюминия значительно меньше плотности титана, поэтому введение алюминия повышает удельную прочность сплавов;
- алюминий эффективно упрочняет сплавы при сохранении удовлетворительной пластичности;
- с увеличением содержания алюминия повышается жаропрочность сплавов;
- алюминий повышает модуль упругости;
- с увеличением содержания алюминия в сплавах уменьшается их склонность к водородной хрупкости.

Однако увеличение содержания алюминия приводит к повышению чувствительности титановых сплавов к солевой коррозии и уменьшению их технологической пластичности. Поэтому при опасности контакта сплавов с поваренной солью при работе в интервале температур 250...550 °С или необходимостью высокой технологической пластичности, содержание алюминия в титановых сплавах стараются ограничить.

На рисунке 1.1 приведен наиболее достоверный вариант диаграммы состояния системы Ti-Al [1]. Из диаграммы видно, что растворимость алюминия в α -титане уменьшается с понижением температуры и составляет 10; 9; 8 и 7 мас.% при 900, 800, 700 и 600 °С соответственно. В богатой титаном области системы Ti-Al образуется два интерметаллида Ti_3Al (α_2 -фаза) и $TiAl$ (γ -фаза).

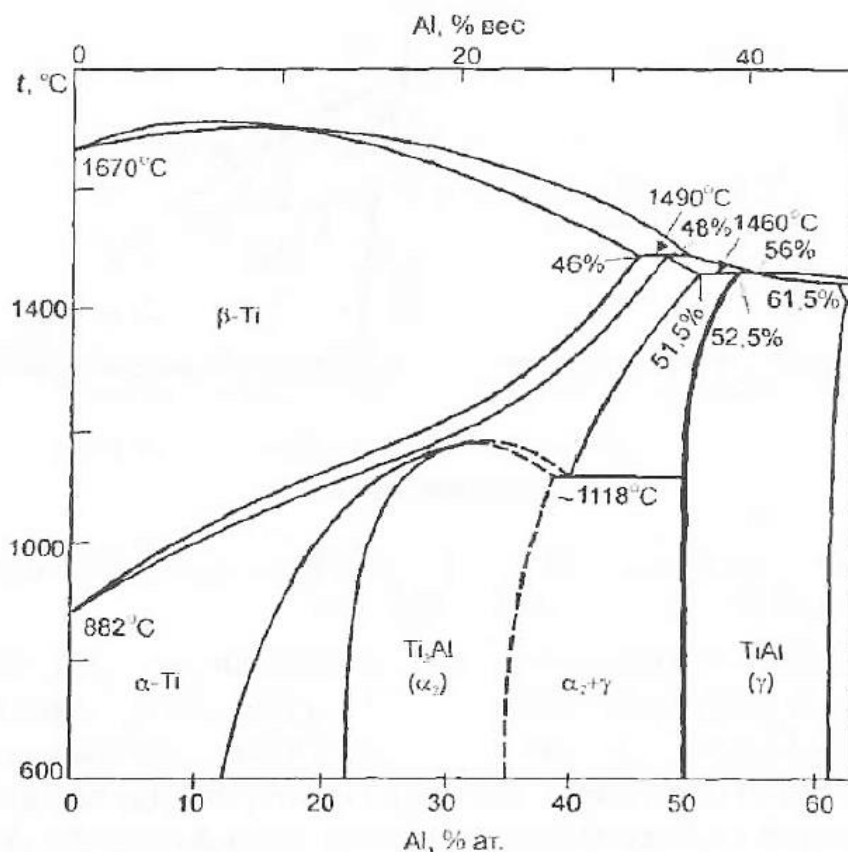


Рисунок 1.1 Диаграмма состояния системы Ti-Al [1]

Фаза α_2 (Ti_3Al) имеет ГПУ кристаллическую решетку, близкую к структуре α -фазы, но отличается от нее упорядоченным расположением атомов титана и алюминия. Фаза γ (TiAl) обладает упорядоченной тетрагонально-искаженной гранцентрированной решеткой, аналогичной сверхструктуре CuAu , в которой слои, упакованные атомами титана, чередуются со слоями, занятыми атомами алюминия [6].

Фаза Ti_3Al (α_2 - фаза) представляет собой упорядоченное соединение с переменным составом (рисунок 1.2). В его основе лежит сверхструктура DO_{19} соединения титана с простыми металлами, которыми могут являться алюминий, галлий и олово. Ее образование отождествляют с потерей термической стабильности сплава. В двойной системе титан-алюминий потеря термической стабильности происходит при содержании алюминия более 9 мас. % при температурах близких к 540 °C. В зависимости от состава сплава и термокинетических условий ($\alpha \rightarrow \alpha_2$) превращение может протекать как по

механизму зарождения и роста, так и по гомогенному механизму, характерному для превращений 2-го рода [7-10]. При этом в первом случае когерентность межфазной α_2/α границы может либо сохраняться вплоть до комнатной температуры, либо частично или полностью нарушаться при достаточно медленном охлаждении и многокомпонентном легировании. Естественно, что в случае фазового превращения второго рода, когерентность границы сохраняется.

Олово, цирконий и элементы внедрения, особенно кислород, уменьшают термическую стабильность, которую оценивают по алюминиевому эквиваленту, предложенному Розенбергом [11]:

$$[Al]_{\text{экв}} = C_{Al} + \frac{C_{Sn}}{3} + \frac{C_{Zr}}{6} + 10C_{O_2}, \quad (1.1)$$

где C_i – концентрации элементов, мас %.

Таким образом при значениях алюминиевого эквивалента более 9 мас.% можно ожидать формирование выделений α_2 – фазы.

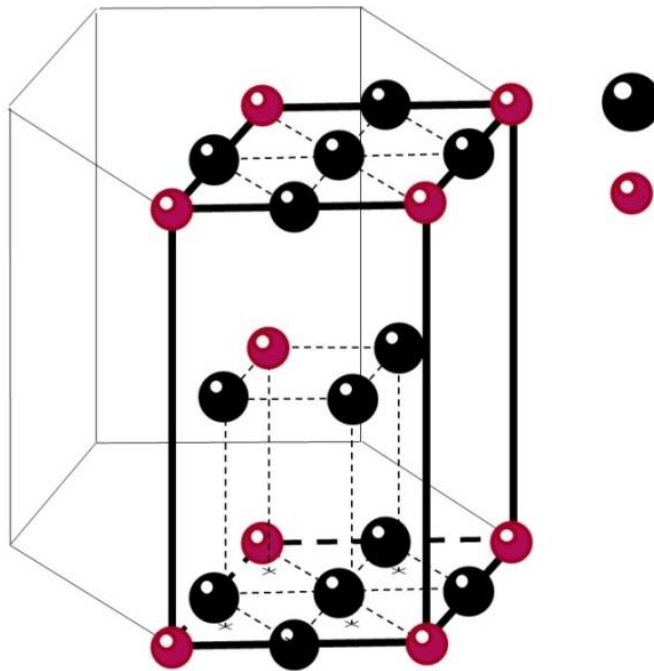


Рисунок 1.2 Ti_3Al (α_2 - фаза)

С общих позиций известно [12], что упорядоченные сплавы обладают более высокими прочностными характеристиками по сравнению с неупорядоченными сплавами и металлами, что, по-видимому, может быть объяснено наличием в решетках сплавов искажений, вызванных факторами, характерными только для данных материалов. К числу таких факторов следует отнести, прежде всего, присутствие в сплаве специфических плоских дефектов: антифазных границ (АФГ) и комплексных дефектов упаковки (КДУ) [12, 13].

Выделение частиц α_2 - фазы значительно затрудняет подвижность дислокаций и приводит к упрочнению сплавов с некоторой потерей пластичности, особенно в тех случаях, когда частицы выделяются по границам зерен. Когерентные частицы α_2 -фазы, зарождение которых происходит по дислокациям, не так сильно понижают пластические характеристики, но значительно повышают сопротивление ползучести.

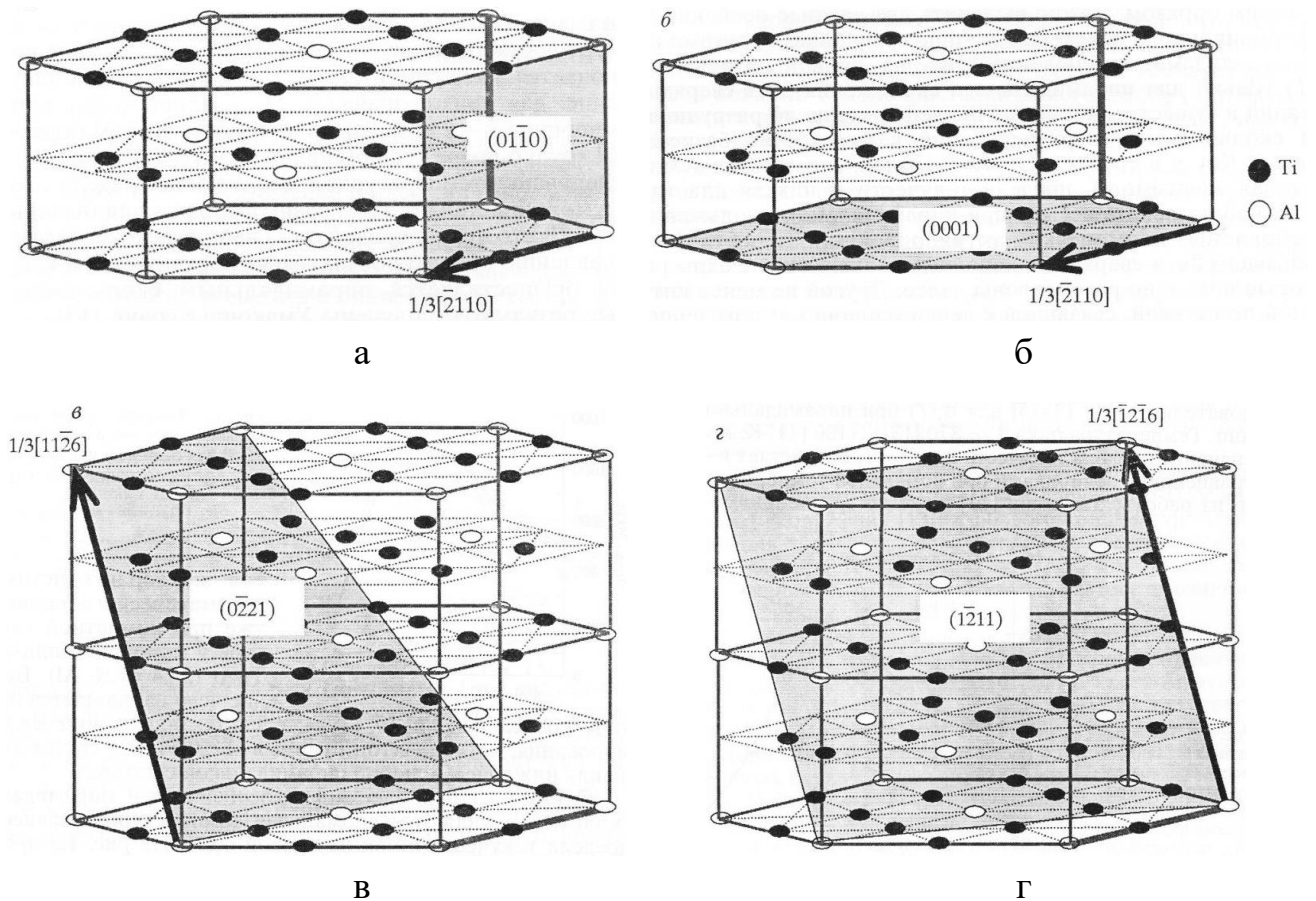
Поэтому при осуществлении термической обработки сплава необходимо правильно назначать режимы обработки, которые обеспечивали бы либо подавление выделений частиц α_2 - фазы, либо соответствующее их распределение, не оказывающее негативного влияния на пластические характеристики. В монографии [14] показано, что при низких температурах высокодисперсная α_2 - фаза Ti_3Al вызывает интенсивное охрупчивание сплавов, а при значительном увеличении ее размеров пластичность материала повышается. Данные изменения связаны с механизмом взаимодействия скользящих дислокаций с частицами: в случае дисперсных частиц происходит их перерезание двигающимися дислокациями, а для крупных частиц осуществляется огибание частиц по механизму Орована [15].

1.2 Жаропрочные сплавы на основе алюминидов титана

В 1961 г. С.Г. Глазунов и Ю.Ф. Алтунин [16] обратили внимание на то, что алюминиды титана Ti_3Al и $TiAl$ могут быть использованы конструктивными

материалами, так как обладают малой плотностью, высокой жаропрочностью и жаростойкостью, хорошими литейными свойствами. Однако реализация этой идеи затянулась на несколько десятилетий из-за присущих этим интерметаллидам хрупкости и невысокой технологичности. Лишь в конце XX века алюминидам титана и сплавам на их основе стали уделять должное внимание, что нашло отражение, в частности, в увеличении числа докладов по этой тематике на международных конференциях. Так на пятой международной конференции по титану в 1984 г. было представлено всего два доклада по алюминидам титана то на шестой (1988 г.) - 42, на седьмой (1992 г.) -48, а на восьмой (1995 г.)-76, на девятой (1999 г.) - 19, на десятой (2003 г.) - 52. Уменьшение числа докладов, посвященных алюминидам титана, на последних двух международных конференциях обусловлено двумя обстоятельствами: а) были разработаны супержаропрочные псевдо- α -сплавы (типа VT18У и IMI 834), по жаропрочным характеристикам мало уступающие сплавам на основе α_2 -фазы; б) основные принципы легирования алюминидов титана были уже сформулированы в работах конца XX столетия, поэтому сохранилась лишь необходимость в развитии предыдущих идей.

При комнатной температуре пластичность алюминида Ti_3Al ничтожно мала ($\delta < 1\%$), что обусловлено особенностями его дислокационного строения [2]. Экспериментально установлено [17], что в Ti_3Al действующими системами скольжения являются призматическая $1/3\langle\bar{2}110\rangle\{01\bar{1}0\}$, базисная $1/3\langle\bar{2}110\rangle(0001)$, пирамидальная I типа $1/3\langle 1\bar{2}16\rangle\{0\bar{2}21\}$ и II типа $1/3\langle 1\bar{2}16\rangle\{1\bar{2}11\}$ (рисунок 1.3). Они определяют прочностные и пластические характеристики исследуемого интерметаллида Ti_3Al .



а – призматическая $\{01\bar{1}0\}$; б – базисная (0001) ;
 в – пирамидальная I типа $\{0\bar{2}21\}$; г – II типа $\{1\bar{2}11\}$

Рисунок 1.3 Плоскости скольжения в элементарной ячейке для сверхструктуры DO_{19} [17]

Механические свойства интерметаллида Ti_3Al при комнатной температуре сильно зависят от чистоты по примесям, типа и параметров микроструктуры, величины и формы микрзерна. Поэтому прочностные свойства интерметаллида Ti_3Al меняются в широких пределах: $\sigma_B = 220 \dots 600$ МПа, в отличие от пластичности, которая остается практически неизменной: $\delta = 0 \dots 0,5$ % [18, 19]. Модули упругости в меньшей степени зависят от указанных выше факторов: $E \approx 140$ ГПа; $G \approx 52,5$ ГПа. Жаростойкость интерметаллида Ti_3Al не вполне удовлетворительна при рабочих температурах, что обусловлено прежде всего образованием при высоких температурах оксидной пленки TiO_2 , а не защитной пленки Al_2O_3 . Поэтому легирование интерметаллида Ti_3Al осуществляется для повышения не только характеристик жаропрочности, пластичности, технологических свойств, но и для улучшения сопротивления окислению.

Механические свойства алюминида Ti_3Al могут быть улучшены легированием Hf, Mo, Nb, Ta, V, W, Zr и некоторыми другими элементами [20]. Наилучшие результаты дает легирование алюминида Ti_3Al ниобием, так что система $Ti_3Al - Nb$ является основополагающей при разработке сплавов на его основе.

Вертикальный разрез системы $Ti_3Al - Nb$ приводится на рисунке 1.4. Ниобий понижает температуру перехода сплавов в β - область, причем увеличение концентрации ниобия в β - фазе приводит к переходу из неупорядоченного твердого раствора в упорядоченное состояние с кубической решеткой B2. При температурах ниже 1000 °C образуется упорядоченная орторомбическая фаза O на основе интерметаллида Ti_3AlNb . Фаза O наблюдается в алюминидах титана с концентрацией Nb от 12,5 до 30 ат. %.

На рисунке 1.5 иллюстрируется изотермическое сечение диаграммы состояния Ti-Al-Nb при температуре 900 °C, которое представлено обширными однофазными областями α -, α_2 -, B2- и O - фаз, двухфазными областями $\alpha_2 + B2$, $\alpha_2 + O$, O + B2 и трехфазной областью $\alpha_2 + O + B2$. Фаза O может растворять значительные количества β - стабилизаторов, в частности, молибдена, тантала, хрома и ванадия.

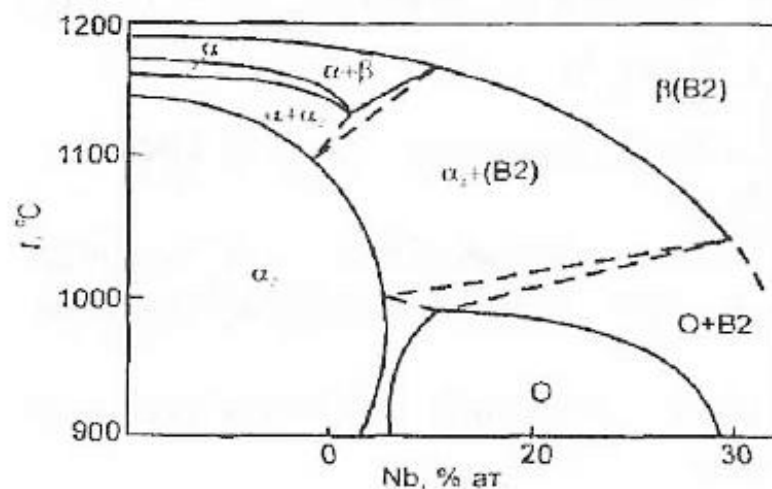


Рисунок 1.4 Вертикальный разрез диаграммы состояния $Ti_3Al - Nb$ [1]

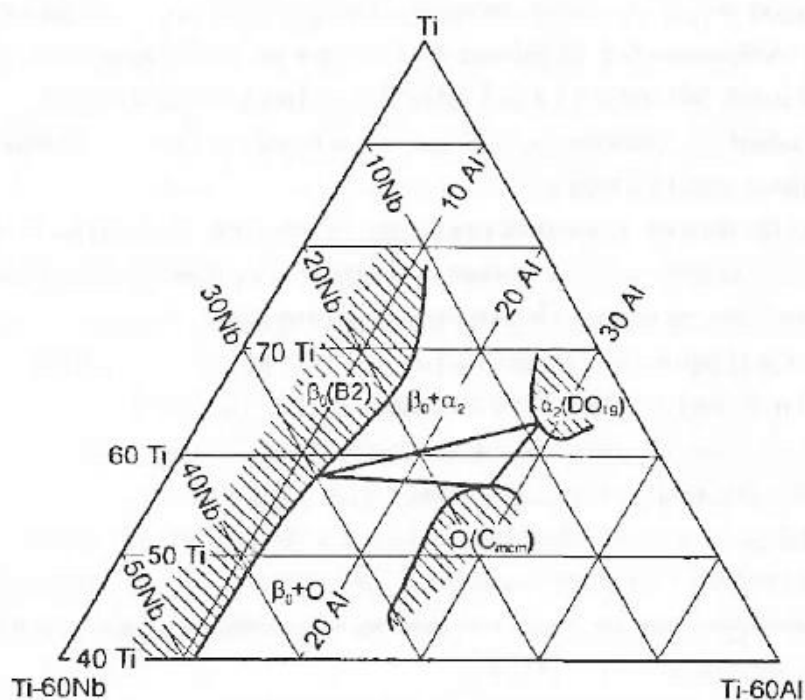


Рисунок 1.5 Изотермическое сечение диаграммы состояния Ti – Al - Nb при 900 °C [20]

Ниобий существенно повышает пластичность интерметаллида Ti_3Al . Повышение пластичности Ti_3Al при легировании ниобием объясняют некоторым уменьшением степени упорядочения и уменьшением доли ковалентной связи [20]. В итоге в сплавах Ti_3Al с ниобием как при комнатной, так и повышенных температурах, действуют дополнительные системы скольжения $\langle 11\bar{2}0 \rangle (0001)$, $\langle 11\bar{2}6 \rangle \{11\bar{2}1\}$, $\langle 11\bar{2}0 \rangle \{10\bar{1}0\}$, помимо $\langle 11\bar{2}0 \rangle \{10\bar{1}0\}$.

Принципы легирования сплавов на основе алюминидов Ti_3Al и Ti_2AlNb сводятся к следующим положениям [20]:

- Предпочтительное содержание алюминия составляет 23...25 ат. %; увеличение содержания алюминия свыше 25 % приводит к катастрофическому падению вязкости.
- Необходимо легирование ниобием, который повышает прочность, пластичность, вязкость и характеристики жаропрочности.
- Для повышения характеристик жаропрочности желательно легирование примерно 1% молибдена.

- Содержание ниобия должно быть более 15 ат. % для стабилизации О - фазы, что обеспечивает достаточную вязкость сплавов.
- Только пластинчатые структуры обеспечивают достаточное сопротивление ползучести (при этом должны быть приняты меры для оптимизации показателей прочности и пластичности).

Таким образом современные промышленные сплавы на основе алюминидов Ti_3Al содержат 24...25 % Al: 10...12,5 % Nb и небольшие добавки Mo, V, Ta, Zr (таблице 1.1). Первым промышленным сплавом этого типа был альфа-2 [20]. Структура сплава альфа-2 существенно зависит от режимов термической обработки. Отжиг при 1000 °С приводит к формированию микроструктуры из равноосных зерен α_2 -фазы и пограничных прослоек β - фазы, а после отжига при 1200 °С, соответствующей β -области, образуется β -превращенная видманштеттова структура α_2 -фазы. Повышение скорости охлаждения сплава после нагрева до β - области приводит к уменьшению толщины α_2 -пластин и изменению типа структуры от колоний α_2 -фазы к структуре корзиночного плетения. Сплав более пластичен, чем чистый интерметаллид Ti_3Al , обладает наименьшим сопротивлением ползучести для структуры, представленной равноосной α_2 -фазой, и наибольшим сопротивлением – для структуры с крупными пластинами α_2 -фазы. Закалка в воде с температур 1040...1080 °С, 2...4 ч, приводит к наилучшему сочетанию прочности, пластичности и вязкости разрушения в данном сплаве.

Лучшим промышленным сплавом этого типа считается супер альфа-2. Сплав обладает более высоким комплексом свойств по сравнению с альфа-2. Сплав можно подвергать закалке и старению. Повышение температуры старения от 650 до 950 °С после закалки сплава с ($\alpha_2 + \beta$) - области (порядка 1060 °С) приводит к снижению прочности с одновременным повышением характеристик пластичности, вследствие увеличения количества β -фазы.

Таблица 1.1 Химический состав сплавов на основе алюминидов Ti_3Al [20]

Марка	Химический состав, % ат.						
	Ti	Al	Nb	V	Mo	Zr	Ta
Альфа-2 (24-11)	65	24	11	-	-	-	-
Супер альфа-2	61	25	10	3	1	-	-
25-10-4	61	25	10	-	-	-	4
24,5-12,5-1,5	61,5	24,5	12,5	-	1,5	-	-
ВТИ-1	62,5	25	11	-	0,75	0,75	-

Сплав супер альфа-2 обладает наилучшими механическими свойствами при бимодальной структуре, представленной равноосными зернами первичной α_2 -фазы и зернами O - фазы. Такую структуру получают обработкой давлением в β -, с последующим переходом в $(\alpha_2 + \beta)$ -область, закалкой и старением. Выделения O-фазы оказывают благоприятное влияние на прочность и пластичность сплава.

К сплавам на основе алюминидов Ti_3Al принадлежит отечественный сплав ВТИ-1. В ВИСе разработана технология получения из слитка широкой номенклатуры деформированных полуфабрикатов из этого сплава (поковок, прутков, штамповок дисков и лопаток, листов толщиной до 2 мм) [21]. Структура сплава представлена α_2 - и β -фазами. В сплаве при комнатной температуре независимо от способа обработки содержится 80...90 % α_2 -фазы. Режимы термической обработки определяют количественное соотношение между содержанием α_2 -частиц различной дисперсности. В структуре сплава ВТИ-1 наблюдаются частицы α_2 -фазы трех разновидностей: а) частицы первичной α_2 -фазы обычно глобулярной формы (самые крупные из всех α_2 -частиц), образующиеся при деформации в $(\beta + \alpha_2)$ -области; б) частицы вторичной α_2 -фазы пластинчатой формы, формирующиеся на высокотемпературной стадии термообработки; в) частицы третичной α_2 -фазы в форме тонких пластин, выделяющиеся на низкотемпературной стадии термообработки.

Уровень механических свойств сплава ВТИ-1 определяется размером β -зерен и дисперсностью частиц α_2 -фазы. Сплав предназначен для работы до температуры 650 °С и сохраняет высокую жаростойкость при температурах 600...750 °С [21...23].

1.3 Особенности выделения α_2 -фазы в Ti сплавах

Алюминид титана Ti_3Al обладает широкой областью гомогенности при комнатной температуре простирается от 22 до 35 ат. % и сохраняет упорядоченную структуру до температуры 1090 °С. Фаза α_2 имеет ГПУ кристаллическую структуру типа DO_{19} , близкую к решетке α -фазы, но отличается от нее упорядоченным расположением атомов титана и алюминия (рисунок 1.2). Периоды решетки α_2 -фазы: $a_{\alpha_2} = 2a_{\alpha}$; $c_{\alpha_2} = c_{\alpha}$ ($a_{\alpha_2} = 0,577$ нм; $c_{\alpha_2} = 0,460$ нм; $c/a = 0,797$) [15]; плотность алюминида Ti_3Al равна 4,20 г/см³. Пластическая деформация алюминида Ti_3Al осуществляется в основном скольжением по плоскости призмы $\{10\bar{1}0\}$ спаренных сверхдислокаций с вектором Бюргерса $\bar{b} = \bar{a} = 1/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$, каждая из которых расщеплена на сверхчастичные дислокации $1/6 \langle 11\bar{2}0 \rangle$ с антифазной границей между ними [16...18]. Остальные дислокации мало подвижны из-за их блокировки. В итоге число независимых плоскостей скольжения оказывается меньше пяти, что не обеспечивает сплошности металла по критерию Мизеса [16]. В процессе деформации происходит метастабильный сдвиг в локальных объемах, что приводит к скоплению дислокаций и зарождению микротрещин. Считается, что выделение упорядоченной α_2 -фазы приводит к потере пластичности и вязкости разрушения [24...27]. Однако такие эффекты могут зависеть от размера, распределения, объемной доли и стабильности выделений α_2 -фазы в сплаве. В тоже время известно [28...31], что сплавы на основе α_2 -фазы могут применяться при более высоких температурах вплоть до 650–670 °С.

В работе [32, 33] была построена экспериментальная фазовая диаграмма (рисунок 1.6), на которой существует концентрационно-температурный интервал, где равновесное состояние Ti-Al соответствует упорядоченному

интерметаллидному состоянию (т.е. $D0_{19}$ тип α_2 -фазы). При уменьшении концентрации Al или/и при увеличении температуры эта упорядоченная фаза становится нестабильной, и появляется неупорядоченная α_2 -фаза. Данное фазовое превращение порядок – беспорядок сверхструктуры типа $D0_{19}$ в неупорядоченном α -Ti-Al твердом растворе представляет собой фазовый переход первого рода [32, 33].

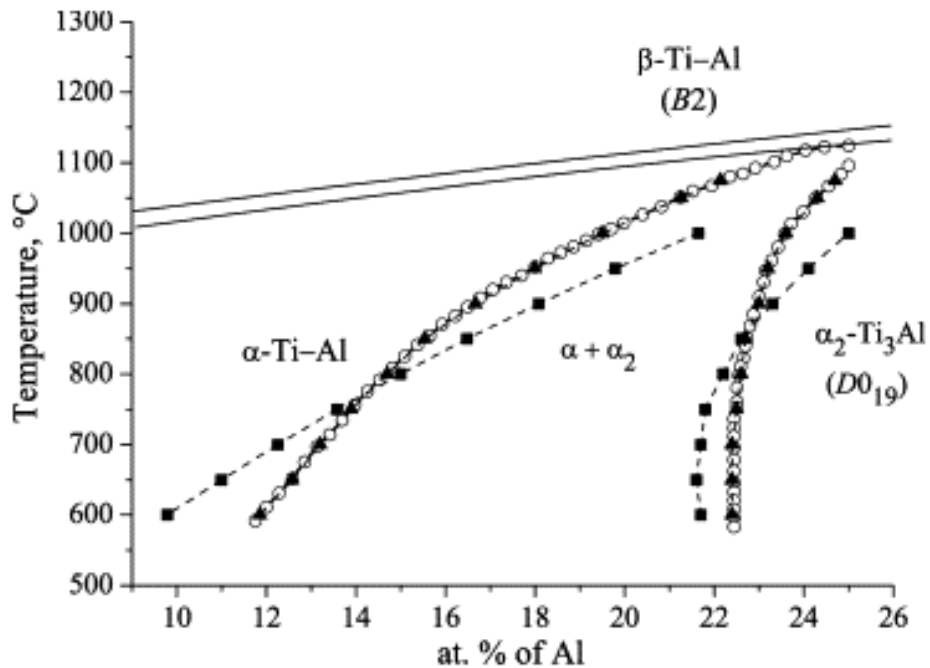
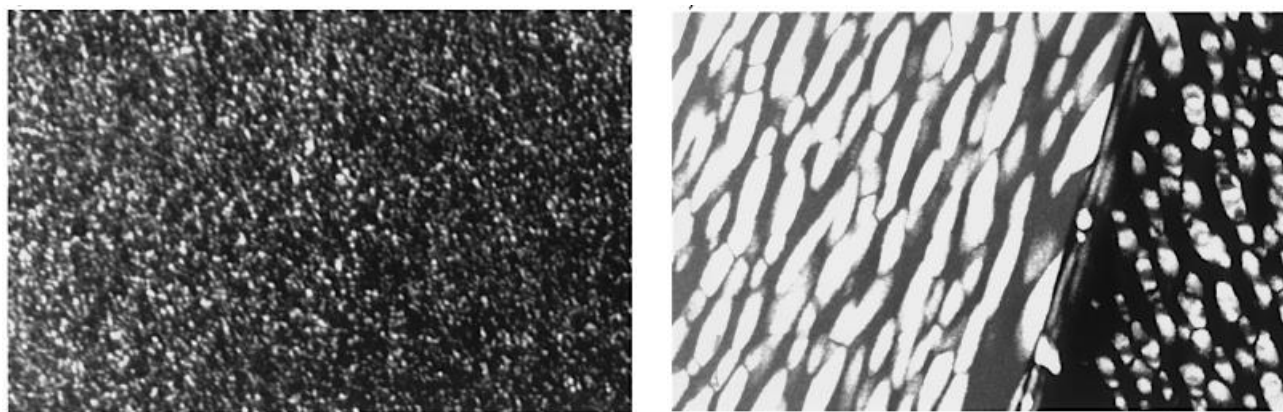


Рисунок 1.6 Фазовая диаграмма Ti – Al [34]

В работе Вуда [35] был исследован двойной сплав Ti – Al с содержанием 15 ат. % Al, который был подвергнут гомогенизирующему отжигу при 1200 °C в течение 6 часов с последующим старением в интервале 450...750 °C с выдержками от 4 до 500 часов. Обнаружено, что после старения при 650 °C, 500 часов, на электронограммах выявляются сверхструктурные рефлексы высокой интенсивности, соответствующие отражениям от упорядоченной α_2 -фазы. Анализ темнопольных изображений, полученных в данных рефлексах, показал, что увеличение температуры старения от 650 до 750 °C приводит к изменению формы выделений от сферической до эллипсоидальной (рисунок 1.7). Диаметр частиц оценивается в 5 нм при 650 °C, 500 часов, в то время как при 750 °C, 500 часов размеры частиц составляют 150 нм по большой оси и 30 нм по малой оси.



а

б

а – 650 °С, 500 часов; б – 750 °С, 500 часов

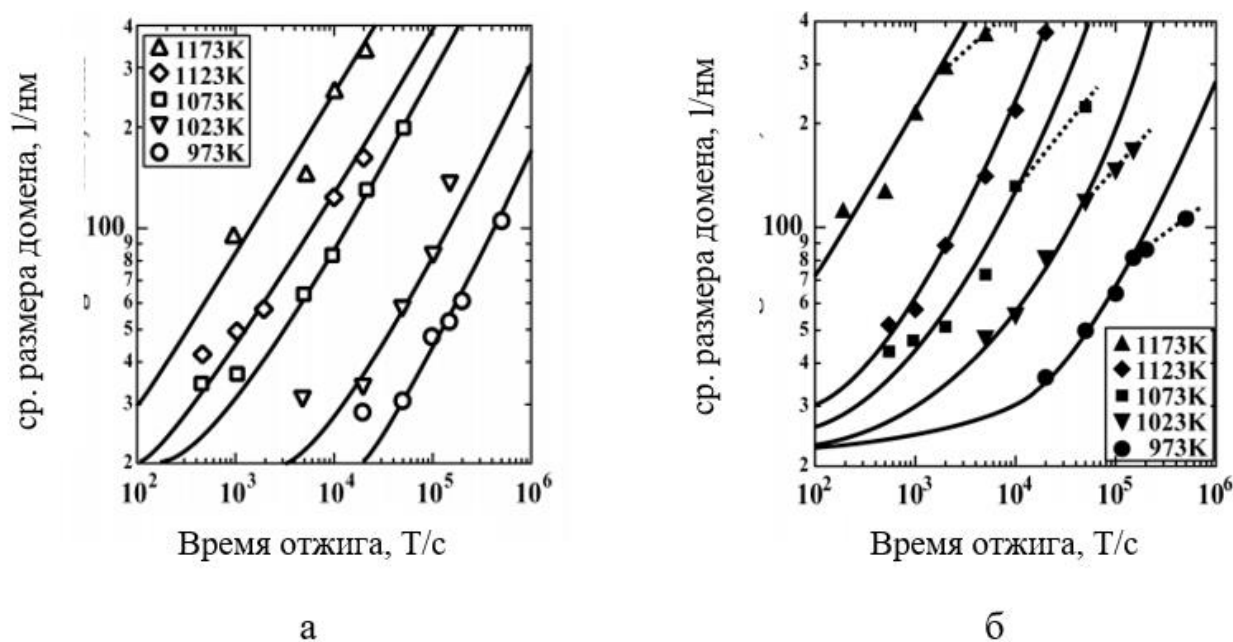
Рисунок 1.7 Темнопольные изображения упорядоченных областей сплава Ti – 15 ат. % Al после различных режимов старения [35]

Различные термические обработки показали, что слабые рефлексy сверхструктуры становятся заметными после выдержки примерно в течение 80 часов при 550 °С. Интенсивность сверхструктурных рефлексов и, следовательно, степень упорядочения в материале возрастали, при увеличении времени и температуры старения. По-видимому, данные изменения связаны, как показано выше, с изменением параметров решетки фаз и возникновением больших упругих напряжений. Эти экспериментальные результаты показывают, что упорядочение в матрице хорошо развито при заметном изменении состава. Кроме того, требуется термодинамически обеспечить разделение фаз в соответствии с условным упорядочением спинодальной теории.

Блэкберн [36] показал, что формирование упорядоченной Ti_3Al встречается в титано-алюминиевых сплавах в достаточно широком диапазоне составов начиная от 7 мас. % Al. Согласно более поздним литературным данным этот диапазон был расширен до 5 мас. % Al [37]. Выделения Ti_3Al зарождаются равномерно по всей матрице, за исключением температур старения, очень близких к критической температуре упорядочения, что приводит к высокой объемной доле частиц упрочняющей фазы. В работе Блэкберна также показано, что для сплавов с низким содержанием алюминия характерно образование дисперсных выделений равноосной формы диаметром до нескольких десятков нанометров на начальном

этапе старения, которые в дальнейшем увеличиваются до 50 нм. Увеличение содержания алюминия в сплаве приводит к изменению морфологии и росту размеров α_2 -фазы вплоть до 120 нм при сохранении когерентности.

В работе [38] выявлено, что экспериментальные данные анализа роста антифазных доменов для Ti – 25 ат. % Al соответствовали расчетным данным для всех температур отжига, хотя были и некоторые положительные отклонения от заданных уравнений. Эти отклонения, вероятно, связаны с подвижностью границ антифазных доменов вследствие повышенной концентрации неравновесных вакансий, сохранившихся после закалки с высокотемпературного неупорядоченного состояния. Рост размеров антифазных доменов в Ti – 25 ат. % Al (рисунок 1.8, а) на ранних стадиях отжига достаточно точно описывается параболическим законом для всех температур ТО. Повышение содержания Al до 33 ат. % приводит к отклонению от параболического закона на поздних стадиях отжига для всех температур кроме 850 °C (1123 K), (рисунок 1.22, б).



а – сплав Ti – 25 ат. % Al; б – сплав Ti – 33 ат. % Al

Рисунок 1.8 Средние размеры антифазных доменов в кристаллах Ti_3Al , отожженных при различных температурах в виде [38]

Отрицательное отклонение не может быть объяснено разделением избыточных атомов Al на границах антифазных доменов, так как увеличению

концентрации Al по границам в антифазных доменах Ti_3Al сопровождающимся возрастанием энергии системы, то они не могут быть благоприятными местами для сегрегации атомов Al. Поэтому далее были рассмотрены два альтернативных механизма.

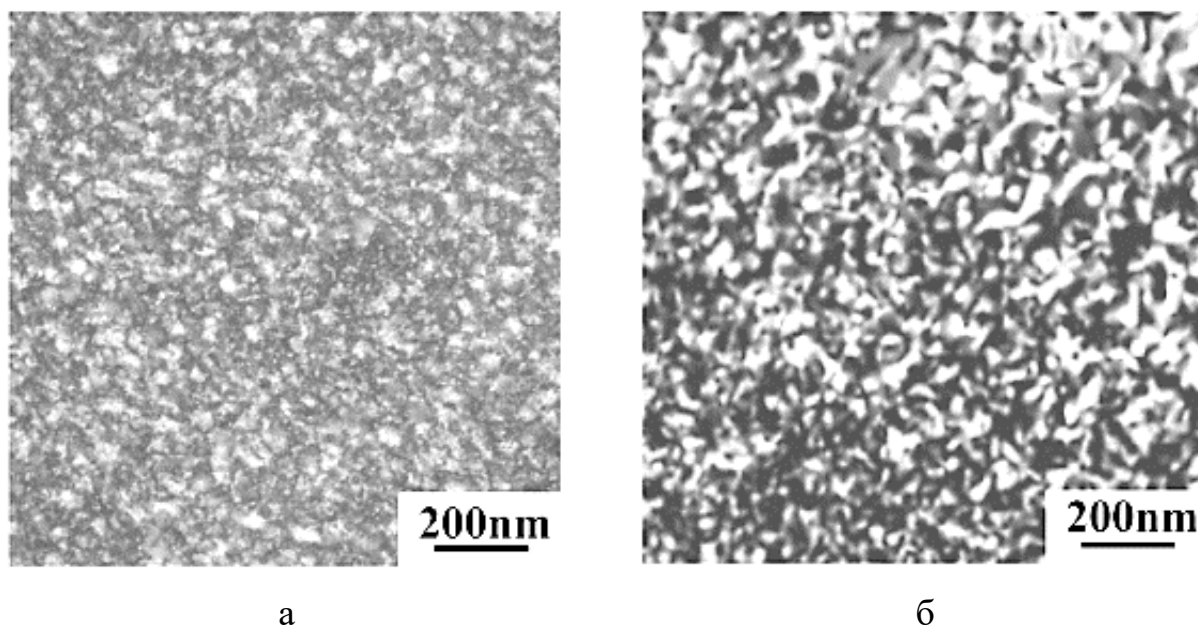
Первый основан на ослаблении высокоэнергетических границ за счет перестройки атомов на границах. Перераспределение атомов Ti и Al на границах антифазных доменов, понижающее энергию границ, реализуется при невысокой скорости миграции границ антифазных доменов достаточной для протекания релаксационных процессов. Подобная перестройка границ эквивалентна их переходу в разупорядоченное состояние, что является вполне допустимым вследствие возможности образования неупорядоченных зон ниже температуры перехода порядок-беспорядок, как сообщалось в [39, 40]. Такое уменьшение энергии будет приводить к снижению движущей силы, что и может проявляться в отрицательном отклонении на поздних стадиях роста антифазных доменов.

Второй механизм основан на различиях энергии границ антифазных доменов в разных кристаллографических плоскостях и атомных слоях. Общепринято, что энергия антифазного домена зависит от кристаллографической ориентации. Проведенный атомистический расчет подтвердил, что энергия в Ti_3Al также сильно зависит от кристаллографических плоскостей и атомных слоев, где расположен антифазный домен. Следовательно, энергия антифазных доменных границ будет изменяться во процессе их миграций. Когда граница лежит на одной из плоскостей, где энергия домена очень мала, то в дальнейшем миграция границы будет затруднена. Подобная антифазная доменная граница будет оказывать своего рода барьерный эффект, понижая скорость роста антифазных доменов [38].

Реализация различных механизмов роста антифазных доменов приводит к изменению их морфологии. В результате роста доменов по первому механизму, когда высокоэнергетические границы не закреплены за счет перестановки атомов на границах, и анизотропия энергии уменьшена, формируются домены равноосной формы. Аналогичное снижение анизотропии формы доменов наблюдалось на

поздней стадии роста антифазных доменов в Cu_3Au , где формирование подобных структур авторы связали с дефектами решетки на границах антифазных доменов [41]. Изменение механизма роста доменов приводит к образованию на поздних стадиях отжига доменов анизотропной формы с ограниченными границами, сформированными по конкретным низкоэнергетическим кристаллографическим плоскостям. Формирование подобных границ, но для антифазных доменов большего размера, расположенных по плоскостям $\{100\}$, были ранее выявлены также в Ni_3Al [42].

Несмотря на то, что большинство антифазных доменов в обоих сплавах: $\text{Ti} - 25 \text{ ат. \% Al}$ и $\text{Ti} - 33 \text{ ат. \% Al}$, характеризуются равноосной формой, в сплаве с большим содержанием алюминия наблюдается большее количество границ с четкой огранкой (рисунок 1.9) [38].



а – $\text{Ti} - 25 \text{ ат. \% Al}$; б – $\text{Ti} - 33 \text{ ат. \% Al}$

Рисунок 1.9 Антифазные домены Ti_3Al , закаленные в неупорядоченное состояние [38]

Данные наблюдения указывают на то, что в $\text{Ti} - 33 \text{ ат. \% Al}$ реализуется второй механизм роста, по предпочтительным низкоэнергетическим плоскостям. Кроме того, после отжига при $700 \text{ }^\circ\text{C}$ (973 K) данного сплава на изображениях областей с укрупненными антифазными доменами начинают хорошо

визуализироваться антифазные доменные границы, параллельные направлению $[0001]$ (рисунок 1.10) [38]. На рисунке 1.10 плоскость изображения совпадает с плоскостью фольги $(\bar{1}\bar{1}20)$, поэтому очевидно прямые антифазные доменные границы расположены параллельно плоскостям призмы $(1\bar{1}00)$.

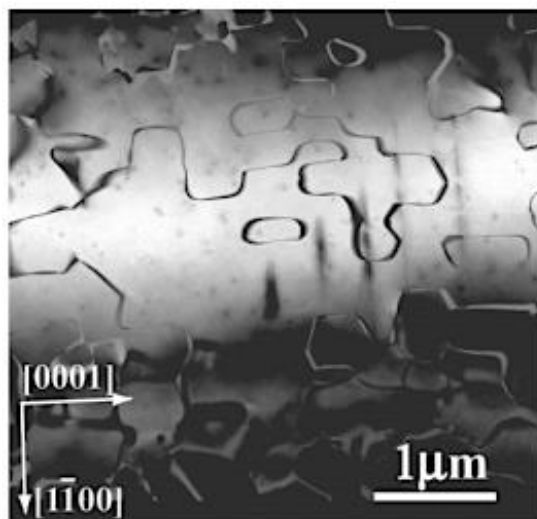


Рисунок 1.10 Микроструктура сплава Ti – 33 ат. % Al, отжиг при 700 °C [38]

Образование данных крупных доменов анизотропной формы свидетельствует о росте доменов по второму механизму с закреплением границ антифазных доменов на низкоэнергетических плоскостях. Зависимость размера антифазного домена от времени отжига демонстрирует отрицательное отклонение от параболического закона на последней стадии роста антифазного домена в Ti – 33 ат. % Al, в то время как в Ti – 25 ат. % Al он полностью подчиняется закону роста. Следовательно, отклонение было связано с эффектом закрепления низкоэнергетических границ антифазного домена, что приводило к образованию ограниченных антифазных доменов. Таким образом результаты работы [38] показывают возможность контролировать морфологию антифазных доменов в Ti_3Al , выбрав подходящий химический состав сплава и температуру отжига.

В работе [43] нейтронографические характеристики, полученные от термообработанного сплава Ti – 15 ат. % Al, ясно показывают пики

сверхструктурной решетки, интенсивность которых возрастает с увеличением времени и температуры старения (рисунок 1.11).

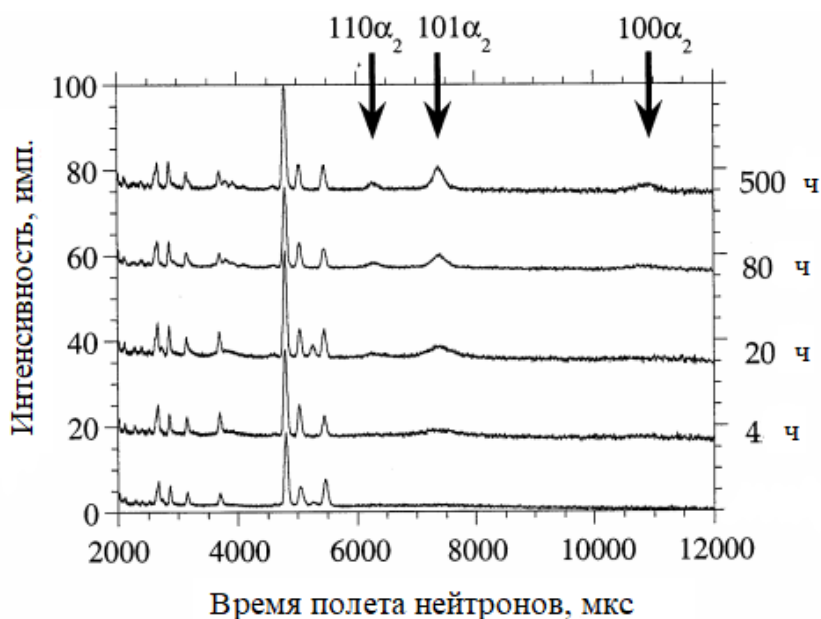


Рисунок 1.11 Дифрактограмма для Ti – 15 ат. % Al после старения при 650 °C в течение разных отрезков времени [43]

Данные интерференционные максимумы возникают в результате отражения от плоскостей фазы, с упорядоченной кристаллической решеткой типа DO_{19} . Уширение нейтронных пиков на начальной стадии распада связано с небольшими размерами упорядоченных областей. При увеличении продолжительности старения сверхструктурные пики становятся менее размытыми, что, по-видимому, связано с ростом размеров выделений α_2 -фазы. [44]. Анализ дифрактограмм выявил, что упорядочение начинается после выдержки менее 4 часов при температуре 650.

Трехмерный атомный зондовый анализ показал неоднородность химического состава материала. Частотные распределения показывают, что даже после длительных термообработок пики распределения составов не сильно разделены, как равновесные фазовые составы. Распределение эволюционирует к двум пикам равновесного состава, что указывает на то, что конечное двухфазное

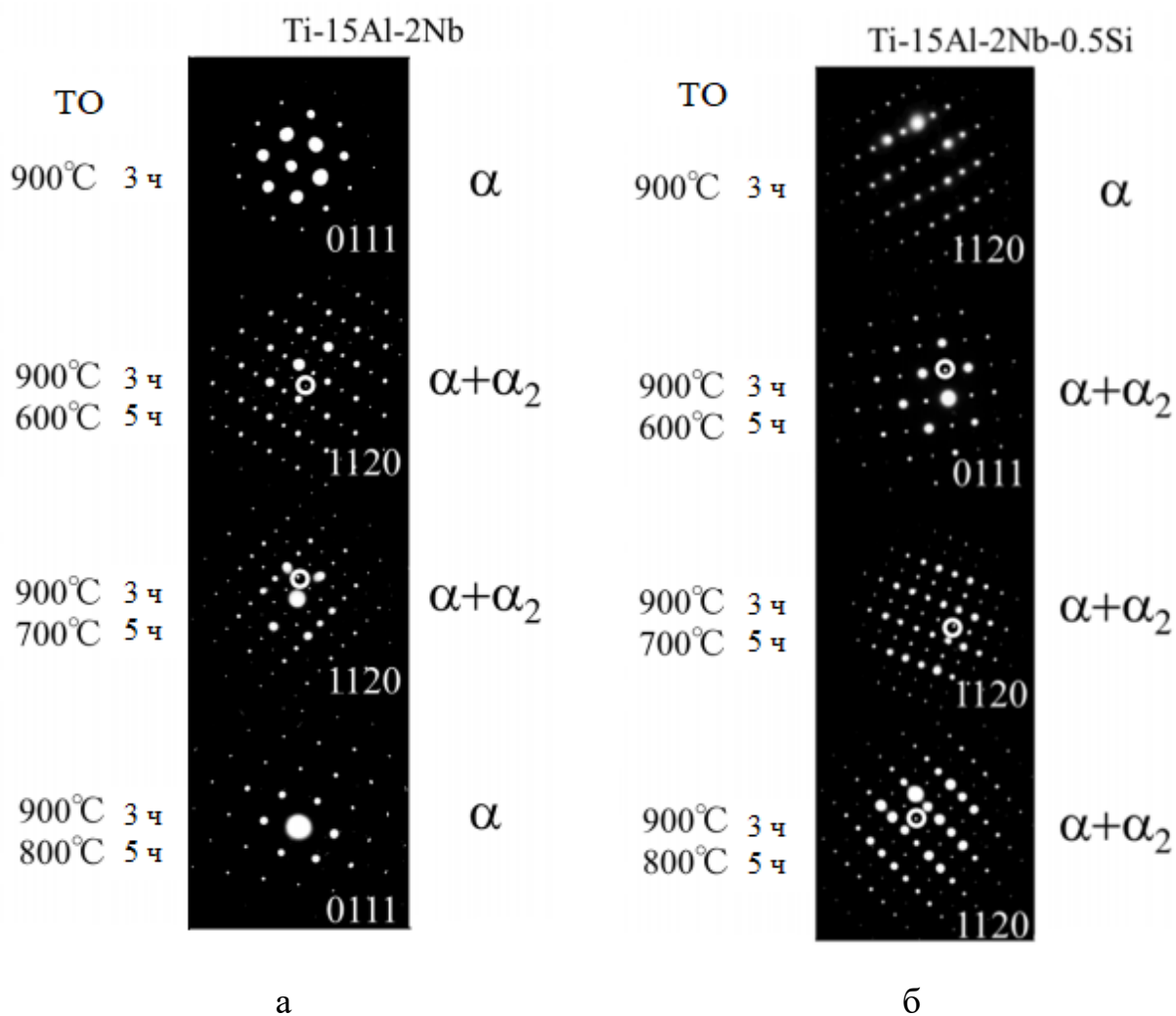
состояние достигается посредством реакции спинодального типа, в отличие от образования зародышей и роста [44].

Результаты проведенного анализа термически обработанного материала подтвердили, что распад происходит путем превращения второго рода со спинодальным распадом [43]. Степень химического расслоения была определена количественно, и статистически значимое разделение начинается после выдержки между 20 и 80 часами при 650 °С, а также выдержкой между 4 и 20 часами при 750 °С. Обогащенные и обедненные области показывают тесную взаимосвязанность, что и следовало ожидать при спинодальном механизме распада, которая увеличивается со временем путем явно классического процесса роста.

Было показано, что равноосные упорядоченные области возникают после кратковременного старения и изменяют морфологию на эллипсоидальную после достижения 100 Å в диаметре. Предполагалось, что эти упорядоченные области имеют концентрацию алюминия, соответствующую равновесному составу [43]. Результаты нейтронной дифракции показали, что начало изменения состава происходит позже, чем упорядочение. Таким образом, матрица и упорядоченные области на начальных этапах распада характеризуются одинаковым химическим составом, а упорядоченная фаза несовершенна и включает многочисленные алюминиевые участки, заполненные атомами титана, что приводит к пониженной концентрации Al во всем объеме α_2 -фазы. В ходе последующего старения и химического расслоения упорядоченные области становятся менее дефективными, пока, в конечном итоге, не достигнут равновесного состояния.

Также в работе [43] было показано, что расслоение фазы происходит спинодально, и поэтому нет энергетического барьера существующему расслоению. По-видимому, распад происходит только после того, как в материале прошло упорядочивание, что указывает на его неклассический механизм. Этот механизм взаимодействия относится к классу реакций, известных как спинодали [45...47], в соответствии с которым одна стадия процесс разделения фаз зависит от другого.

К. Шимагами и другими [48] были проведены исследования состаренных сплавов Ti-15Al-2Nb и Ti-15Al-2Nb-0.5Si. На рисунках 1.12 и 1.13 показаны темнопольные изображения и дифракционные картины сплавов. Сверхструктурные рефлексы α_2 -фазы отчетливо наблюдались на электронограммах обоих сплавов, за исключением образца сплава Ti-15Al-2Nb, состаренного при 800 °С, указывает на отсутствие α_2 -фазы при данной термической обработке.

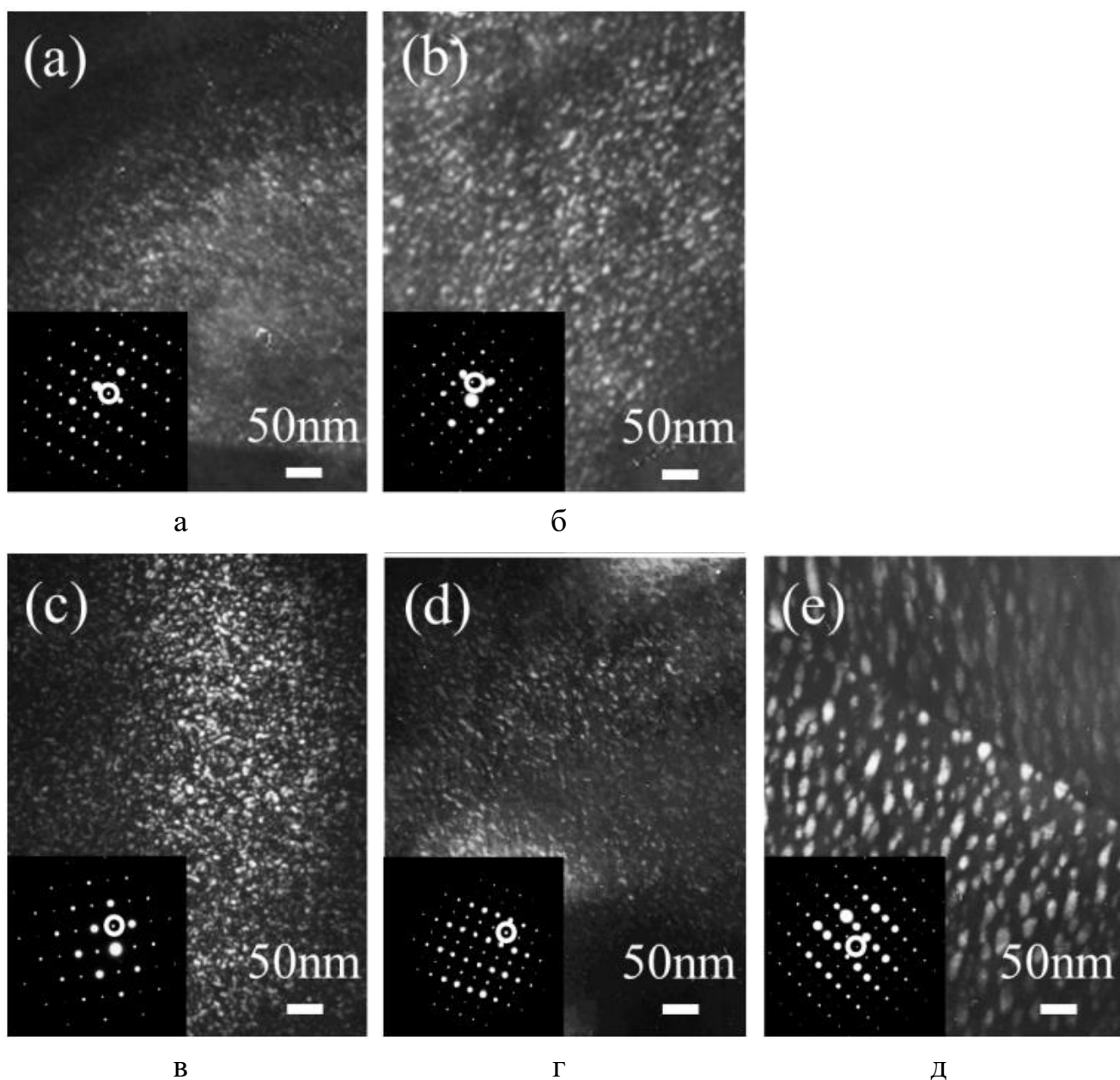


а – сплав Ti-15Al-2Nb; б – сплав Ti-15Al-2Nb-0.5Si

Рисунок 1.12 Дифракционные картины титановых сплавов [48]

Анализ темнопольных изображений, полученных в сверхструктурных рефлексах α_2 -фазы (рисунок 1.13), показал однородное распределение дисперсных частиц по телу зерна. Размер α_2 -фазы составлял около 15 нм после старения при 600 °С. Кроме того, было обнаружено, что увеличение температуры старения

приводит к выделению частиц большего размера. Так α_2 -фаза размером около 35 нм формировалась во время старения сплава Ti-15Al-2Nb-0.5Si при 800 °C [48].



а, б – сплав Ti-15Al-2Nb; в, г, д – сплав Ti-15Al-2Nb-0,5Si
а, в – 600 °C; б, г – 700 °C; д – 800 °C

Рисунок 1.13 Темнопольные изображения сплавов после гомогенизации при 900 °C, 3 ч, закалки в воду и последующего старения в течение 5 часов при различных температурах [48]

В сплаве Ti-6Al-4V наиболее заметные изменения в микроструктуре были обнаружены при старении при температуре 550 °C [49]. В процессе старения закаленный α' мартенсит распался на четко различимые области β - и вторичную

α -фазы. Таким образом, распределение фаз составило около 90 % объема первичной α , приблизительно 5 % вторичной α и 5 % β . Вторым и более важным изменением стало выделение упорядоченной α_2 -фазы внутри первичных α зерен. Увеличение продолжительности старения до 67 часов при 550 °С привело к появлению характерных сверхструктурных отражений на дифракционных картинах.

После проведения более длительного старения в течение недели на темнопольном изображении, полученном в сверхструктурном рефлексе, наблюдались мелкие частицы выделившейся фазы Ti_3Al (рисунок 1.14).

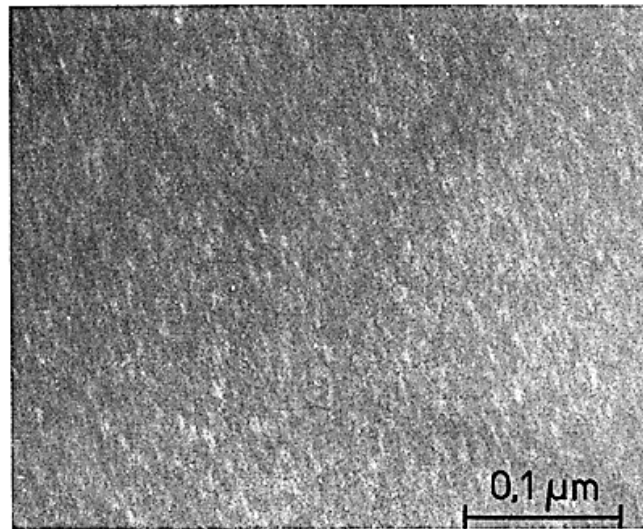
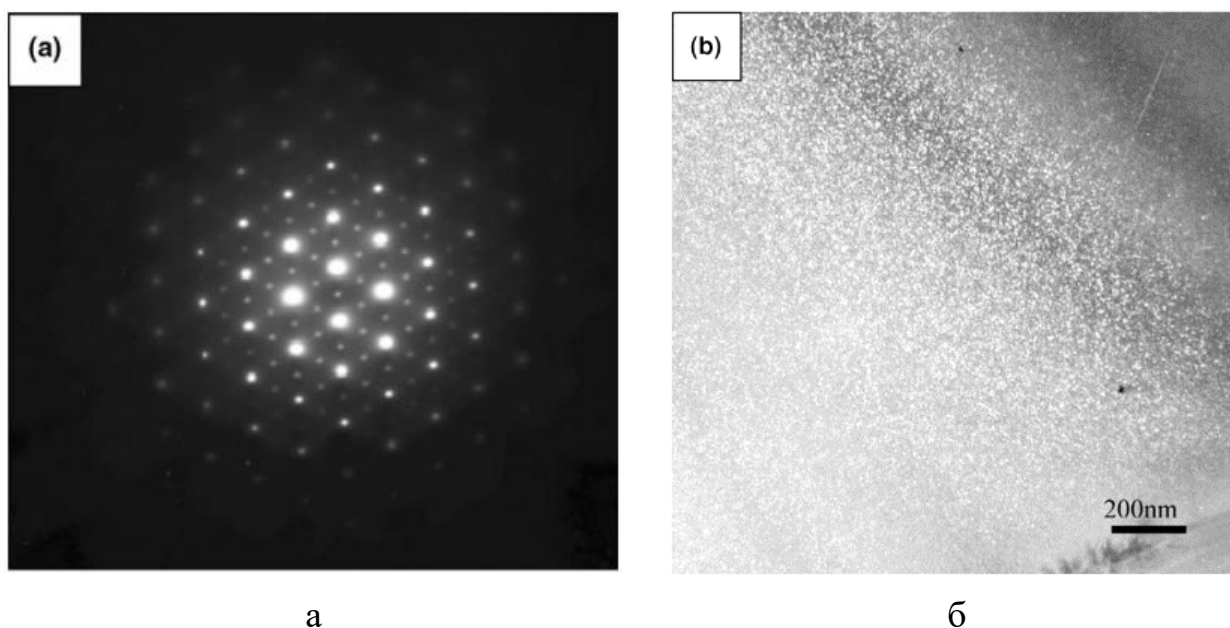


Рисунок 1.14 Темнопольное изображение мелкодисперсных выделений Ti_3Al в α -зерне после старения при 550 °С, 168 ч; $g = 1/2 [0\bar{1}12]\alpha$ [49]

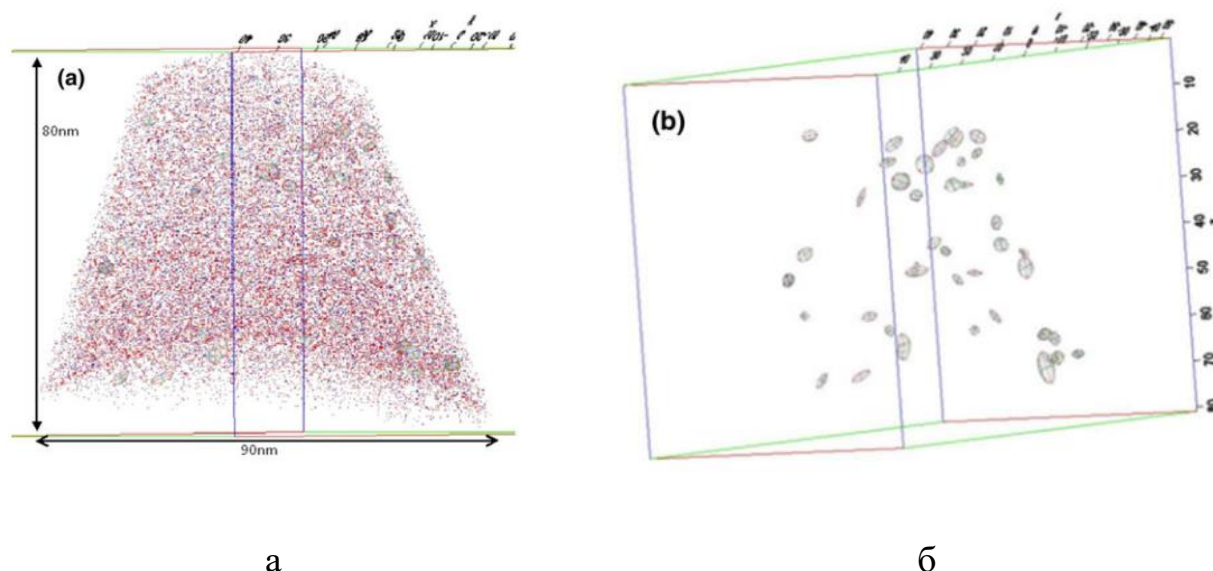
В работе [50] проведен анализ аналогичного сплава $Ti-6Al-4V$, подвергнутого старению в течение 5 недель при температуре 500 °С. На рисунке 1.10 приводится характерная микроэлектронограмма, на которой хорошо визуализируются интенсивные сверхструктурные рефлексы α_2 -фазы. На темнопольном изображении выявляются мелкодисперсные частицы α_2 -фазы размером от 5 до 10 нм, равномерно распределенные по всему объему зерен (рисунок 1.15, б).



а – электронограмма с «б»; б – темнопольное изображение

Рисунок 1.15 Микроструктура сплава Ti-6Al-4V после старения при 500 °С, 5 недель [50]

Далее для уточнения локального атомного состава областей была проведена атомно-зондовая томография данных образцов. На рисунке 1.16 (а) представлена атомная (или ионная) перестройка ионов Al в α -области исследуемого образца (объемом 90 x 90 x 80 нм). Использование трехмерного моделирования и программного обеспечения для анализа позволило выявить обогащенные по Al кластеры, которые были четко определены и ограничены эллипсоидами. Для более удобной визуализации эти кластеры были отделены от окружающих ионов и нанесены на график на рисунке 1.16 (б). Постобработка восстановленных данных позволила провести подробный анализ состава отдельных кластеров, обогащенных Al, а также изменение состава в пределах того же кластера.



а – атомное распределение в сплаве; б – кластеры, обогащенные по Al
 Рисунок 1.16 Атомная перестройка ионов Al в α -области в сплаве Ti-6Al-4V состаренном при 500 °С в течение 5 недель [50]

Обогащенные Al кластеры, зафиксированные в α -области, соответствовали α_2 -фазе, представленной на рисунке 1.10. Проведенный анализ показал, что в центре выделений α_2 -фазы содержалось приблизительно 20 ат. % Al, когда внешние области обогащенных Al кластеров содержали примерно 10 ат. % Al. Таким образом внешние области имели значительные отличия от стехиометрического состава Ti_3Al . Однако, в то же время, измеренное содержание V в обогащенных Al кластерах составляло около 2 ат. %, что намного выше расчетных значений, которые должны быть ниже 0,1 ат. %. Повышенная концентрация может быть обоснована более медленной диффузией его атомов, препятствующей установлению равновесия [51]. Кроме того, по-видимому, причины обогащения V центрального объема кластеров, в настоящее время недостаточно изучены.

Г. Велш и В. Бунк [52] исследовали два сплава Ti-6Al-4V, один из которых имел концентрацию кислорода 0,07 мас. % (сплав I) и 0,19 мас. % кислорода (сплав II), типичную для промышленных сплавов. Было установлено, что старение сплава Ti-6Al-4V не только влияет на характеристики деформации в α -фазе, но также приводит к упрочнению областей β -фазы

посредством вторичных выделений α [53]. Наиболее высокие прочностные характеристики достигались после старения при температуре 350 °С в течение 115 часов и при 550 °С после относительно короткого времени старения (0,5 часа). Продолжительные обработки при температуре 550 °С стимулировали укрупнение вторичных α -выделений внутри областей β -фазы. В тоже время в обогащенном кислородом сплаве эта обработка приводила к появлению на электронограммах сверхструктурных рефлексов характерных для Ti_3Al .

На рисунке 1.17 показано формирование полосы скольжения в сплаве II после состарения при 550 °С и последующей деформации на 1 % при комнатной температуре. Полосы скольжения проходили как через субграницы в областях α -фазы, так и через области ($\beta + \alpha_{\text{вторичные}}$) между α -пластинами. Неоднородные полосы скольжения легко объясняются наличием в структуре сплава выделений Ti_3Al . Известно, что Ti_3Al способствует формированию полос скольжения преимущественно на призматических плоскостях $\{1\bar{1}00\}$. Поскольку склонность к выделению Ti_3Al в титановых сплавах значительно зависит не только от концентрации алюминия, но и от концентрации кислорода, то отсутствие выделений α_2 -фазе в сплаве I и ее наличие в сплаве II легко объясняется с более высокой концентрацией кислорода [52].

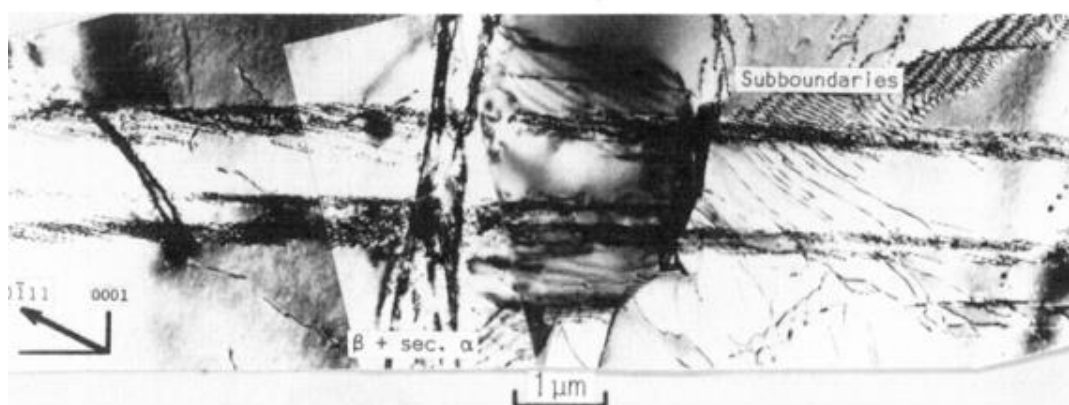


Рисунок 1.17 Сплав II после старения 550 °С, 115 часов [52]

В работе [52] был сделан вывод о том, что режим старения влияет на деформационное поведение α -фазы, способствуя неоднородности скольжения дислокаций. Особенно это заметно в обогащенном кислородом сплаве. Так

низкотемпературное старение, например, при температуре 350 °С может изменить преобладающие плоскости скольжения от призматических к пирамидальным. Мелкое плоскостное скольжение происходит на пирамидальных плоскостях типа $\{10\bar{1}1\}$, если сплав содержит достаточно большую концентрацию кислорода. По всей видимости, увеличение концентрации кислорода в сплаве от 0,07 до 0,19 мас. %, является достаточным для перехода к пирамидальному скольжению. Данный феномен происходил только после низкотемпературного старения образцов. Старение при более высокой температуре, например, при 550 °С приводит к образованию мелких выделений Ti_3Al в α -фазе. Следовательно, выделения Ti_3Al способствуют появлению хорошо известных полос скольжения по призматическим плоскостям $\{10\bar{1}0\}$.

В работе [54] было показано, что сольвус α_2 -фазы лежит между 550 и 600 °С в зависимости от содержания алюминия и кислорода. Старение в течение 24 часов при 500 °С приводило к образованию частиц α_2 . Повышение температуры термообработки до 600...700 °С проводило к снятию напряжений и подавлению выделений частиц интерметаллидной фазы, а лишь снимает напряжения. Следует отметить, что стандартная завершающая термообработка типичных жаропрочных $\alpha + \beta$ титановых сплавов (Ti-6242, IMI 834) проводится при температурах ниже сольвуса α_2 -фазы (8 часов 595 °С, и 2 часа 700 °С, соответственно), т.е. эти сплавы всегда содержат α_2 частицы.

Лютерингом и Вейсманом были проведены исследования характеристики выделений α_2 -фазы в Ti-Al сплавах [55, 56]. Было показано, что температурный диапазон для выделения α_2 -фазы может быть разделен на три области. В сплаве Ti-6Al-4V α_2 -фаза формируется при температурах ниже 560...600 °С при длительных выдержках и в достаточно узком интервале температур (около 100 °С). Наиболее активное выделение частиц происходит в сплавах с пластинчатой структурой, а появление Ti_3Al приводит к планарному расположению дислокаций в α -матрице [55].

В работе [57] образцы сплава Ti-6-22-22 (Ti-6Al-2Cr-2Mo-2Sn-2Zr) нагревали до 1000 °С, а затем охлаждали до комнатной температуры с четырьмя различными скоростями охлаждения: с закалкой в воду (приблизительно 500 °С/с), 5,5 °С/с, 0,55 °С/с и 0,055 °С/с. Закалка в воду из области β -фазы приводила к образованию однофазной структуры, состоящей из метастабильного гексагонального α' -мартенсита, состоящего из отдельных α' пластинок, которые были сильно сдвоены. В структуре образца не были обнаружены ни α_2 -выделения, ни сохранившейся β -фазы.

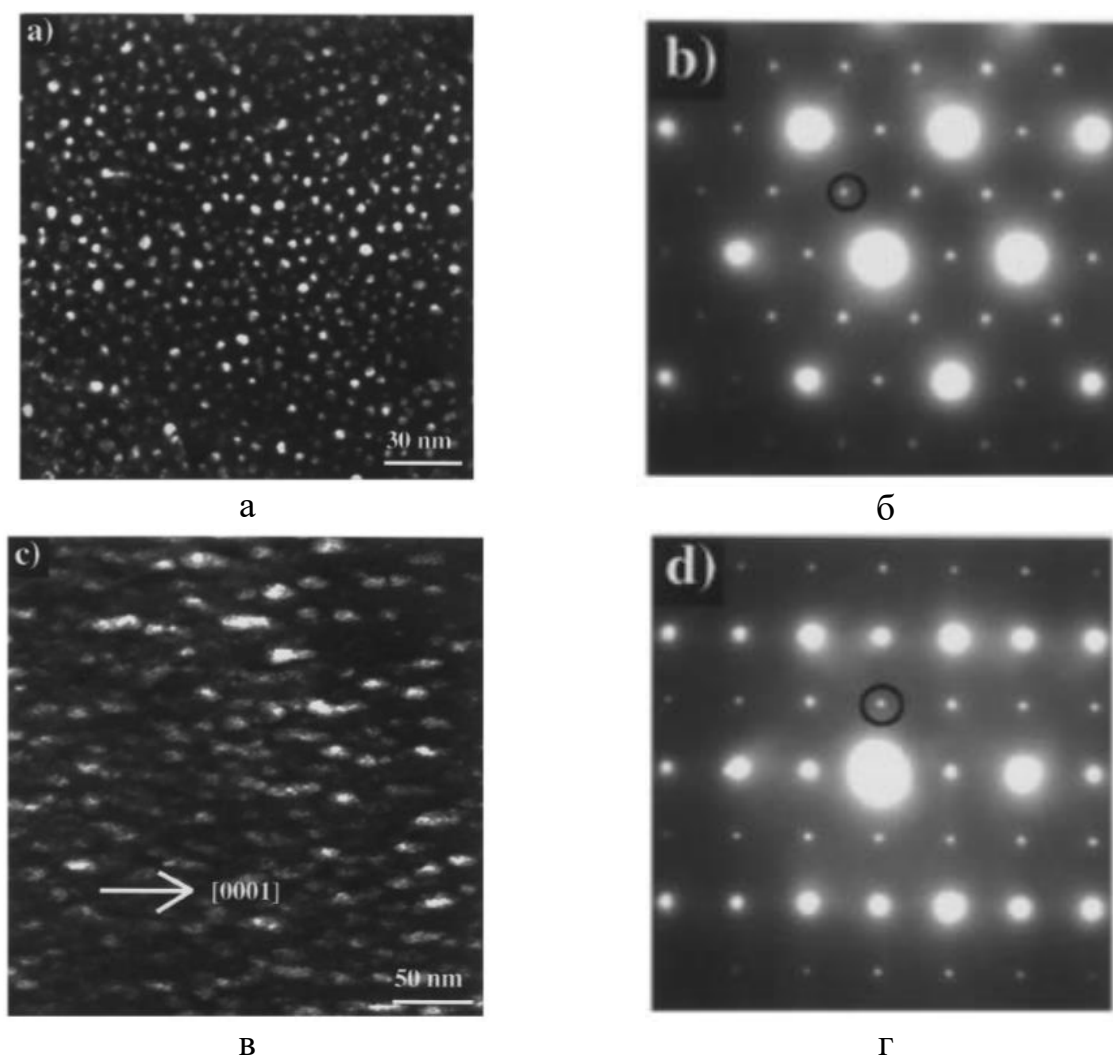
Уменьшение скорости охлаждения до 0,55 °С/с способствовало образованию тонкой видманштеттовой/игольчатой структуры, с некоторым количеством сохраненной межкристаллитной β -фазы. Дальнейшее снижение скорости охлаждения до 0,055 °С/с привело к формированию относительно грубой структуры, состоящей из пластинчатой α и межзеренной β -фаз. При этом уменьшение скорости охлаждения сопровождалось увеличением относительной интенсивности сверхструктурных рефлексов α_2 .

Дополнительно для того, чтобы установить термическую стабильность выделений интерметаллидной α_2 , было проведено старение некоторых образцов при температуре 600 °С с выдержками от 6 до 30 часов [57]. Было показано, что на микроэлектронограммах сверхструктурные рефлексы α_2 - фазы становятся выражены сильнее после старения при более высокой температуре в течение 30 ч по сравнению с теми, которые наблюдаются в образцах, выдерживаемых при более низкой температуре.

На микроэлектронограммах, образцов после нагрева до 815 °С с последующей закалкой в структуру не наблюдается никаких сверхструктурных рефлексов α_2 , что свидетельствует о растворении выделений в матрице при этой температуре. Тем не менее, сверхструктурные рефлексы α_2 -фазы были обнаружены в тех же образцах после последующего старения при 650 °С. Такое поведение сплава Ti-6-22-22 согласуется с тем, что линия сольвуса α_2 составляет около 730 °С [57]. Поэтому α_2 выделения относительно стабильны в интервале температур от 600

до 650 °С. Основываясь на этом наблюдении, были проведены дополнительные долговременные термообработки до 1000 часов при 650 °С для усиления роста α_2 выделений.

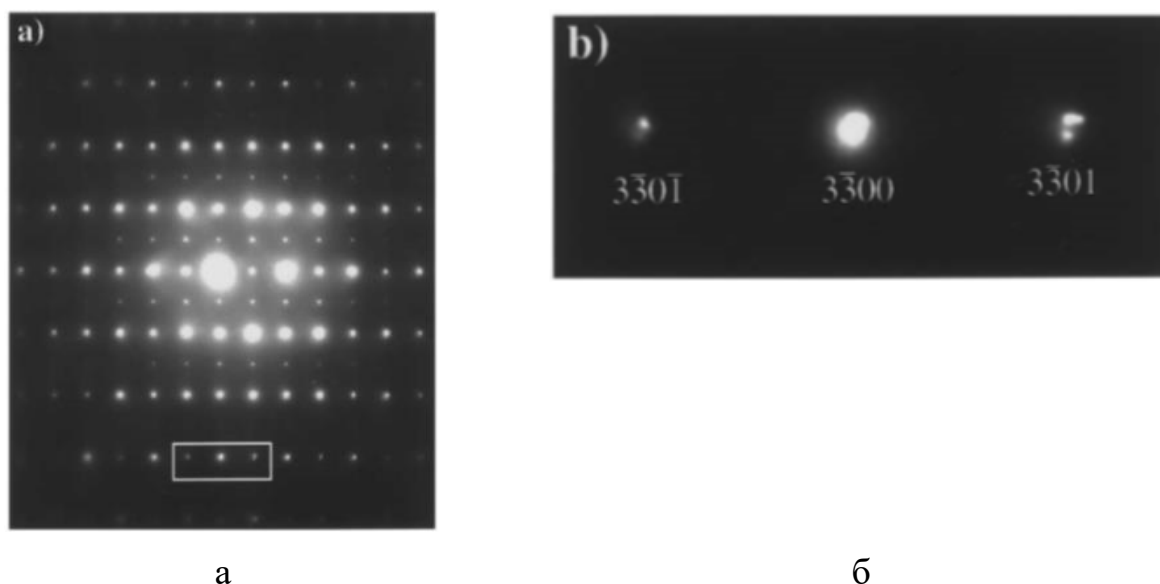
Темнопольные изображения для этих обработок, полученные в сверхструктурных рефлексах α_2 -фазы приводятся на рисунке 1.21 для двух направлений $[0001]_\alpha$ и $[11\bar{2}0]_\alpha$ перпендикулярных оптической оси пучка. Сравнение морфологий α_2 выделений (на рисунках 1.18 (а) и (в)) указывают на то, что α_2 выделения имеют стержнеобразную или эллиптическую форму с продольной осью, параллельной направлению $[0001]$ α -фазы. Размер выделений колеблется от 5 до 15 нм в диаметре от 20 до 50 нм в длину.



а, в – темнопольные изображения; б, г – электронограммы с указанием рефлексов α_2 с направлением пучка $[0001]$ и $[11\bar{2}0]$

Рисунок 1.18 Типичная микроструктура образцов сплава Ti-6-22-22 после старения при 650 °С, 1000 ч [57]

Обнаружение расщепление для некоторых дифракционных максимумов, наблюдаемое на электронограммах образцов после старения в течение 1000 часов при 650 °С (рисунок 1.19, б), может быть обусловлено различиям параметров решетки α_2 выделений и исходной матрицы α [57].



а – микроэлектронограмма, ось зоны $[11\bar{2}0]$; б – увеличенный участок микроэлектронограммы «а»

Рисунок 1.19 Микроэлектронограмма сплава Ti-6-22-22 после старения при 650 °С, 1000 ч [57]

Точное измерение данных расщеплений позволило оценить несоответствие решетки между выделениями и матрицей. Несоответствие в направлении $[1\bar{1}00]$ было определено при расчете микроэлектронограмм с осью зоны $[11\bar{2}0]$, и составило примерно 1,5 %. Также было отмечено, что расщепление рефлекса не наблюдалось вдоль ряда (0001) , что указывает на незначительное несоответствие решетки, нормальное к базису матрицы и выделений. Поэтому параметры решетки α матрицы и α_2 выделений, после длительного старения, были определены как $a = 2,89 \text{ \AA}$, $c = 4,69 \text{ \AA}$ для α -фазы и $a = 5,87 \text{ \AA}$, $c = 4,69 \text{ \AA}$ для α_2 -фазы. Следовательно, можно предположить, что параметр c не зависит от длительности старения, тогда как параметр a уменьшается до меньших значений примерно на 1,0 % для α_2 выделений, и около 2,7 % для α -матрицы [57].

Таким образом в работе [57] было показано, что увеличение температуры и времени старения приводит к изменению формы α_2 выделений от сферической до стержневидной или эллиптической, что объясняется несоответствием между решетками α_2 выделений и α матрицы. На стадии зародышеобразования и на ранних этапах роста очень мелкие области, обладающие ближним порядком типа α_2 - и мелкие α_2 выделения, можно считать полностью когерентными с α матрицей как в направлениях a , так и в c . Пока выделения относительно малы, упругие напряжения, возникающие на границе α/α_2 , почти изотропны. Однако с ростом температуры и времени старения, как α , так и α_2 , фазы становятся стабильными, и их состав и параметры решетки приближаются к равновесным значениям. Поэтому нарастающая разница в параметрах решетки для α и α_2 фаз будет приводить к более существенным полям напряжений на межфазной границе, что в свою очередь, будет влиять на особенности роста выделений. Было отмечено, что несоответствие составляет около 1,5 % в направлениях a , в то время как в направлении c оно отрицательно. В результате анизотропное поле упругих напряжений, связанное с большим несоответствием решетки в направлениях a может нарастать, по сравнению с нормальными к базисной плоскости в направлении c . Следовательно, для уменьшения энергии деформации α_2 выделения растут предпочтительно вдоль направления $[0001]$, что в конечном итоге приводит к стержневой/эллиптической морфологии, как показано на рисунке 1.19.

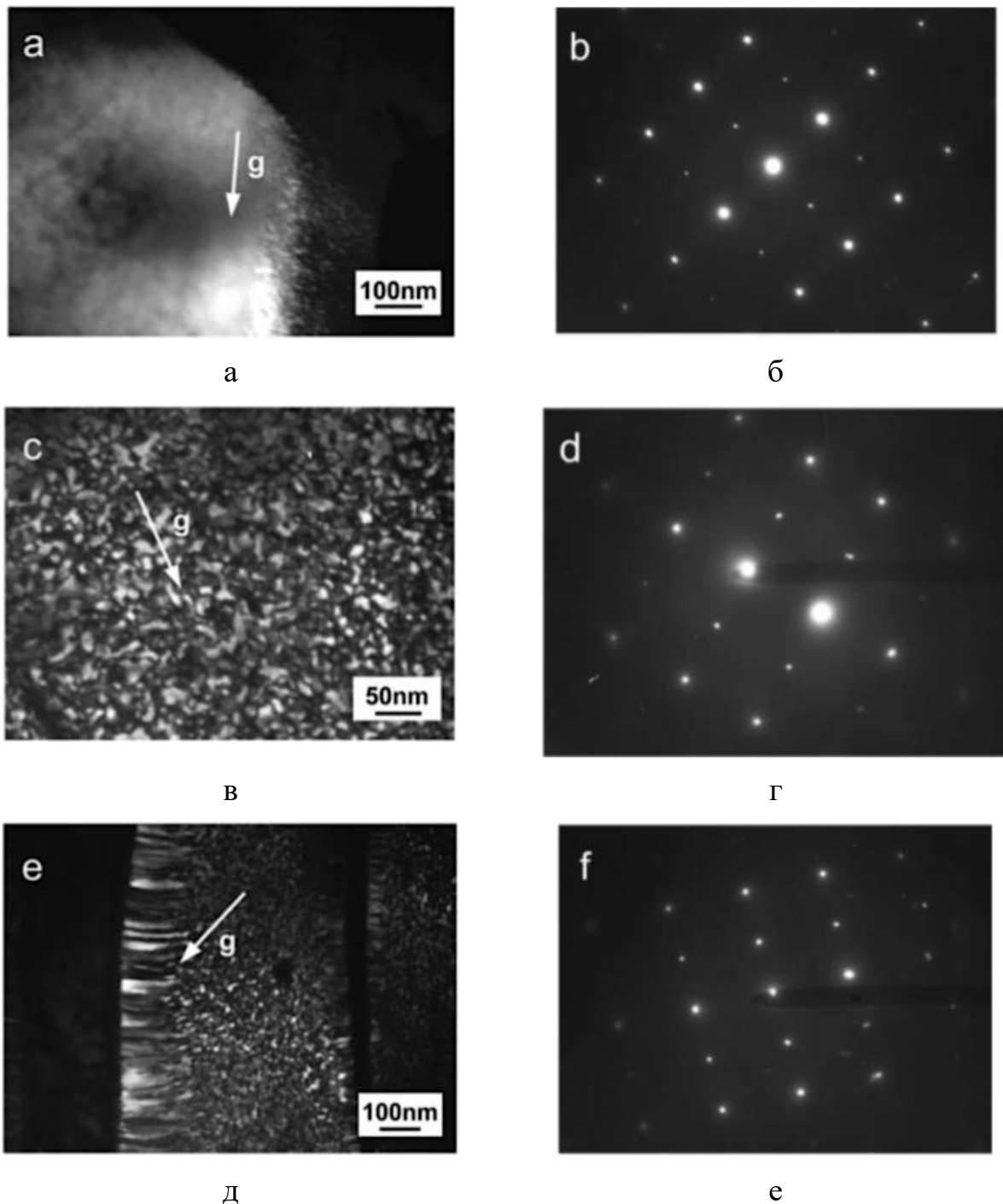
В работе [58] схема термической обработки сплава Ti-14Al-2Zr-3Sn-3Mo-0,5Si включала в себя две стадии: (1) гомогенизационная обработка в течение 2 часов при 1080 или 1030 °C (температуры двухфазной ($\alpha + \beta$) области), с последующим охлаждением на воздухе или закалкой в воде; (2) старение при 750 °C в интервале от 2 до 100 часов, что определяет окончательное строение и количество α_2 -фазы.

Поскольку количество содержания Al и Sn в сплаве Ti-14Al-2Zr-3Sn-3Mo-0,5Si составляет всего около 18 ат. %, а β -стабилизатор Mo понижает температуру упорядочения α/α_2 [59], то в образцах,

гомогенизированных при 1080 °С содержание α_2 должно быть мало. На участках микроэлектронограмм тонкой фольги после длительных выдержек с предварительной закалкой с 1080 °С присутствовали слабые сверхструктурные рефлексы, (рисунке 1.20, б). Также на рисунке 1.20, а наблюдались высоко дисперсные выделения α_2 (от 3...5 нм), вблизи межфазных границ (в объеме α -зерен не наблюдалось α_2 -частиц обнаружено не было). Следовательно, были сделано два вывода: 1) закалка в воде не может полностью подавить выделения α_2 в данном сплаве; 2) при 1080 °С малое количество α_2 -фазы наблюдалось в образцах после первой стадии термообработки, сформировавшееся во время последующего охлаждения на воздухе [58].

В образцах, охлажденных на воздухе, α_2 выделения размером частиц около 10 нм равномерно распределялись между первичными α зернами и α пластинками преобразованных зерен. Исследование показывает, что α_2 частицы отделены друг от друга только антифазными доменными границами (рисунок 1.20, в), давая сильные сверхструктурные рефлексы на электронограмме (рисунок 1.20, г). Это отличается от α_2 выделений в обычных α титановых сплавах, где упорядоченные частицы разделены α фазой. Таким образом, выделение α_2 в данном сплаве демонстрируют характеристики объемного упорядочивающего преобразования с предстационарной кинетикой, и почти завершенного в течение короткого времени после охлаждения на воздухе [58].

Наиболее заметные отличия от обычного выделения α_2 наблюдались для выделений вдоль границ α/β фазы, где упорядоченные частицы имеют игольчатую форму, как показано на рисунке 1.20, д. Игольчатое выделение соответствуют межфазным границам.



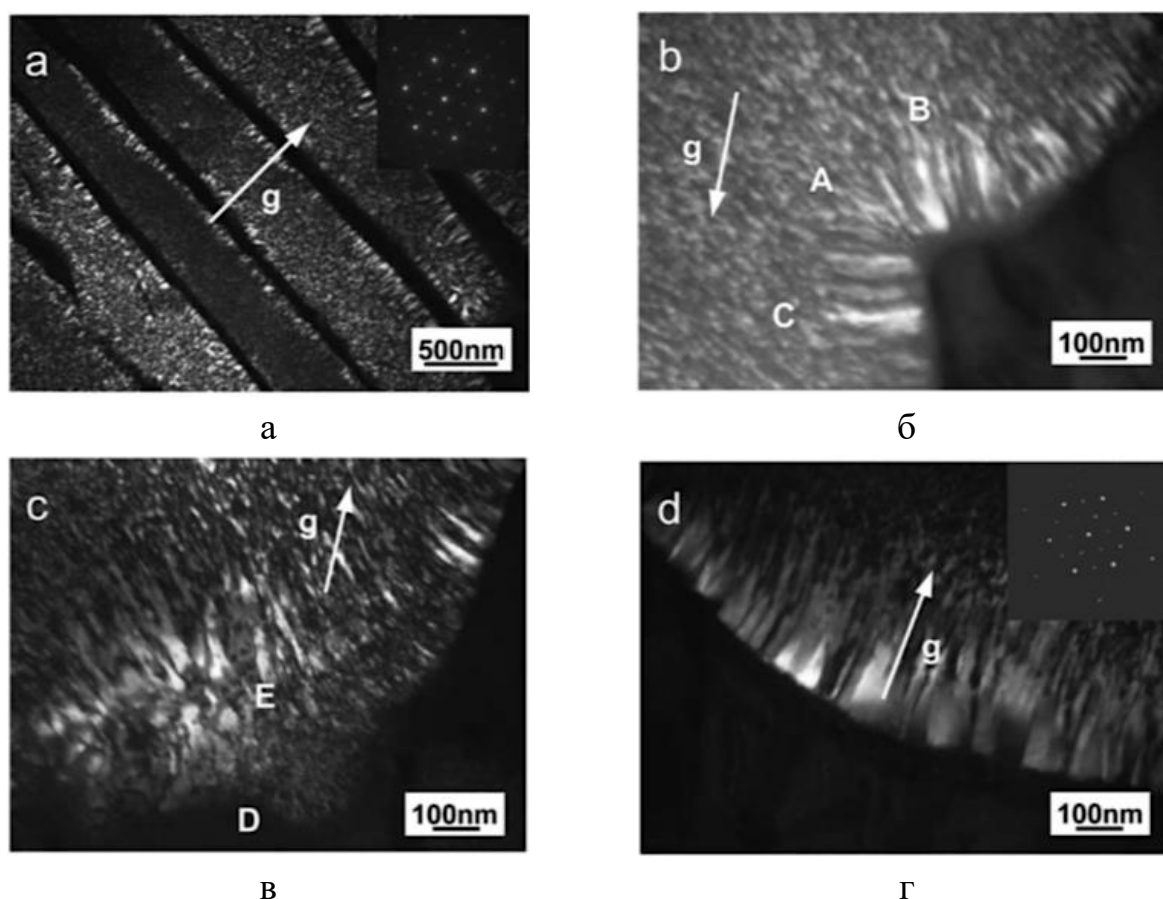
а, в, д – темнопольные изображения сплава Ti -14Al-2Zr -3Sn-3Mo-0,5Si;
б, г, е – электронограммы соответствующие «а», «в» и «д»

Рисунок 1.20 Микроструктура сплава Ti -14Al-2Zr -3Sn-3Mo-0,5Si [59]

Длина и ширина игольчатых α_2 выделений возрастала с увеличением размера β зерен, также отмечено, что форма α/β межфазной границы заметно влияла на размер игольчатых частиц. В общем случае если межфазная граница остро выпуклая (с учетом β зерна), то α_2 -фаза может быть, как игольчатой, так и

относительно равноосной формы. При таких обстоятельствах игольчатые частицы α_2 обычно расположены ближе к центру α зерен (вместо того, чтобы сталкиваться с межфазными границами), как показано на рисунке 1.21 (в).

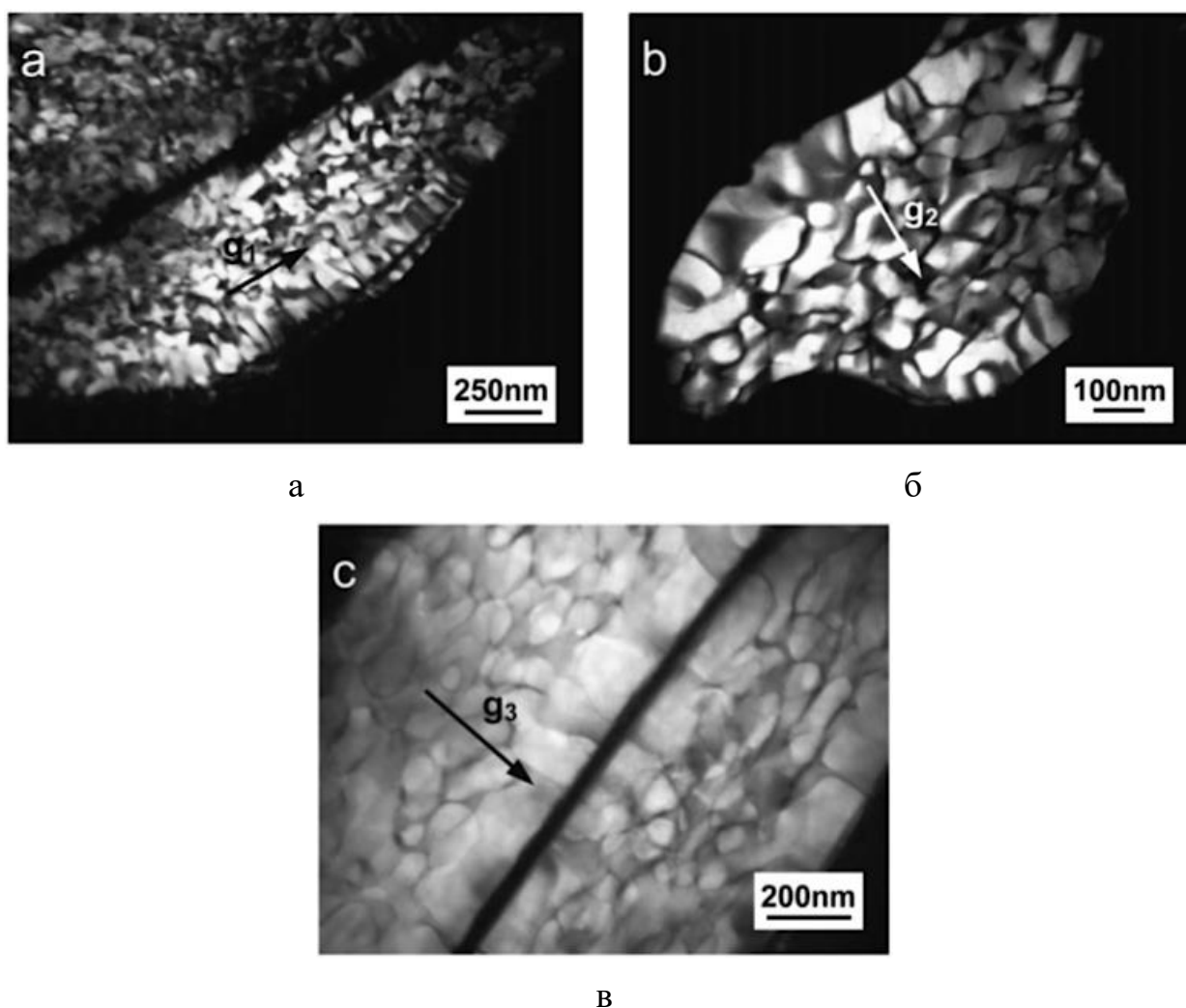
При вогнутых межфазных границах игольчатые α_2 выделения имеют тенденцию располагаться ближе к ним, а размеры игл увеличиваются со степенью кривизны. На рисунке 1.21 (б) видно, что игольчатые частицы на участке А тоньше, чем на В и С. Такие локальные вариации строения α_2 обусловлены распределением растворенных веществ, таких как Al и Sn, в соответствии с эффектом Гиббса-Томсона [60]. Размер игольчатых α_2 частиц меньше в пластинках вторичной α , чем в первичных α зернах (рисунок 1.24 (а) с (г)). Аналогичные явления наблюдались также в образцах, гомогенизированных при 1030 °С [58].



а – вид частиц α_2 с $g = 11\bar{2}0$; б – игольчатые α_2 с осями, нормальными к границе вогнутой фазы ($g = 0\bar{1}11$ и $Z = [11\bar{2}3]$); в – морфология α_2 выделений по отношению к внутренней части того же зерна; г – α_2 частицы в первичном зерне, просматриваемом вдоль $Z = [0001]$ с $g = 11\bar{2}0$

Рисунок 1.21 Темнопольные изображения сплава Ti-14Al-2Zr-3Sn-3Mo-0,5Si, показывающие выделения игольчатой α_2 из разных регионов [58]

В образцах, гомогенизированных и состаренных при 750 °С в течение 4 часов, морфология α_2 частиц сильно изменилась. Помимо роста и укрупнения α_2 доменов внутри исходных зерен, игольчатая структура α_2 вдоль границ α/β , почти преобразовалась в столбчатую форму, как показано на рисунке 1.22 (а). Увеличение времени старения дополнительно уменьшало соотношение сторон длины к ширине игольчатых α_2 частиц, что приводило к коротким столбчатым и кубическим формам. Примеры, наблюдаемые в образцах в результате старения 10 и 100 часов при 750 °С, показаны на рисунке 1.22 (б) и (в) [58].



а – 4 часа; б – 10 часов; в – 100 часов;

Рисунок 1.22 Морфология выделений α_2 – фазы в образцах после гомогенизации при 1080 °С и старения при 750 °С в течение разного времени [58]

Игольчатая форма α_2 выделений, наблюдаемая в данном сплаве, отличается от обычно описываемой эллипсоидальной формы [61, 62] с ее длинной осью,

лежащей на $[0001]$, вдоль которой упругие напряжения минимальны. Такая анизотропия исчезает в исследуемом сплаве и предпочтительный рост пластин происходит вдоль $\langle 11\bar{2}0 \rangle$.

Согласно работе [63], скорость диффузии Al, в направлении параллельном $[0001]$, составляла примерно половину скорости вдоль перпендикулярного направления, что влияло на распределение Al по различным атомным направлениям. Диффузия Al протекает быстрее вдоль оси a создавая лучшее условие роста α_2 фазы и приводя к вытянутой форме α_2 частиц. Более однородное распределение Al по всему объему α зерен во время последующего старения при 750°C приводило к изменению морфологии выделений α_2 -фазы: от игольчатой к столбчатой, а затем и кубической форме, тем самым понижая поверхностную энергию. Таким образом, игольчатое строение α_2 выделений может быть обусловлено совместным действием как анизотропической скорости диффузии атомов, так и быстрой упорядочивающей кинетики, и эффекта Гиббса-Томсона и [58].

Особенно интересная дислокационная структура на выделениях α_2 -фазы, образующихся в α - фазе сплава Ti-Al-Ga была показана в работе [64] (рисунок 1.23). Дислокации с вектором Бюргерса $a \langle 0001 \rangle$, располагаются в параллельной матрице на границе раздела. Видно, что когерентные области между дислокациями имеют отклонения, в положении, которое позволяет локализовать баланс межфазной энергии с линией напряжения дислокационной петли, которая предположительно окружает выделение.

Таким образом, было показано, что так как характеристики выделения α_2 -фазы на границах и дислокациях различны, то для эффективного контроля выделения α_2 -фазы могут быть выбраны: подходящая температура и длительность старения, а также одно или двухступенчатое старение [65].

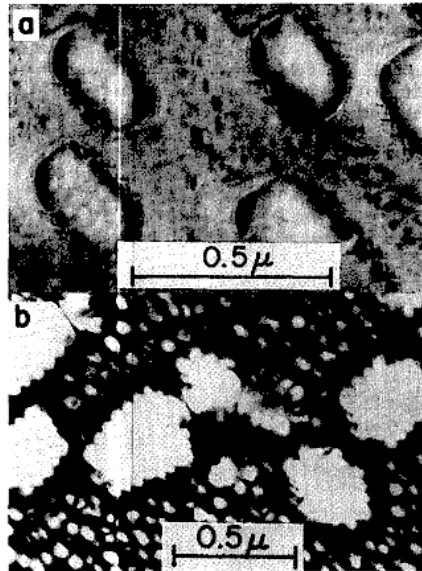


Рисунок 1.23 Межфазная структура α_2 выделений в сплаве Ti-Al-Ga [64]

Воздействие термических обработок на механические свойства сплава Ti-6Al-4V, было подробно рассмотрено в многочисленных исследованиях [54, 66, 67]. Установлено, что температур отжига выше $T_{\text{шп}}$ следует избегать, из-за чрезмерного роста зерен β -фазы в этом диапазоне температур. В свою очередь, температура отжига в двухфазной области ($\alpha + \beta$) может улучшить механическую прочность и незначительно уменьшить пластичность [68].

Характерные условия, влияющие на зарождение и рост частиц Ti_3Al позволяют контролировать размер частиц и, следовательно, расстояние между ними [55]. Один из наиболее важных параметров, который определяет центр зародышеобразования частиц – это параметр несоответствия δ . Если этот параметр несоответствия незначителен, что характерно для когерентных выделений Ti_3Al в Ti-Al сплавах, то достаточно очень маленького критического радиуса зародыша для образования частиц. Следовательно, плотность зародышей будет высока, и зародышеобразование будет происходить гомогенно по всей матрице в течение большого интервала температур старения.

1.4 Постановка задачи исследования

Анализ литературных данных свидетельствует о том, что для получения повышенных жаропрочных свойств в сплавах желательна присутствие выделений α_2 -фазы, образование которой возможно при содержании Al более 9%. Однако выделение α_2 в виде дисперсных частиц приводит в большинстве случаев к охрупчиванию при комнатных температурах, что не позволяет конструкторам широко применять материалы с $(\alpha + \alpha_2)$ структурой.

Образование интерметаллидной α_2 -фазы возможно по двум различным механизмам: гетерогенному (зарождения и роста) и гомогенному (фазового превращения 2 рода). В зависимости от механизма выделения образующаяся фаза может приводить к существенному различию в комплексе эксплуатационных характеристик. Также на свойства оказывает влияние и морфология фазы, которая изменяется с повышением температуры и времени старения. Таким образом анализ процессов распада и упорядочения в модельных сплавах позволит изучить закономерности выделения интерметаллидной фазы Ti_3Al и исключить влияние прочих элементов. Полученные результаты обеспечат научно обоснованный выбор режимов термической обработки, уже существующих промышленных сплавов и позволят проводить разработку новых жаропрочных материалов.

В связи с этим целью данной работы является изучение закономерностей процессов выделения интерметаллидной фазы Ti_3Al в высоколегированных алюминием модельных сплавах с различной структурой, определяемой режимами термической обработки, выявление особенностей формирования двухфазной $(\alpha + \alpha_2)$ структуры, а также установление ее влияния на комплекс механических свойств. В ходе работы будут решены следующие задачи:

1. Исследовать особенности процессов формирования структуры после нагрева в однофазную β -область и последующего отжига в сплаве на основе α_2 -фазы $Ti-26Al$.

2. Изучить процессы выделения интерметаллида Ti_3Al в двухфазном ($\alpha + \alpha_2$) сплаве Ti-17Al после нагрева в однофазную β -область и последующего старения.
3. Выяснить влияние условий термической обработки на механизмы образования двухфазной структуры и формирующийся комплекс механических свойств в сплаве Ti-17Al.

ГЛАВА 2 Материалы и методики исследования

2.1 Материалы исследования

Материалом исследования служили образцы из модельных титановых сплавов Ti-26Al и Ti-17Al в литом состоянии, химический состав которых и температуры полиморфного превращения ($T_{\text{пн}}$) приведены в таблице 2.1. При этом сплав Ti-26Al практически соответствует стехиометрии исследуемого интерметаллидного соединения Ti_3Al , а сплав Ti-17Al находится в двухфазной ($\alpha + \alpha_2$)-области и был выбран из-за соответствия наиболее используемым промышленным сплавам по алюминиевому эквиваленту (рисунок 2.1.1). Слитки были выплавлены методом двойного вакуумно-дугового переплава с расходуемым электродом на ВСМПО-АВИСМА. Полученные слитки имели массу около 7 кг.

Таблица 2.1. Химические составы, температуры полиморфного превращения ($T_{\text{пн}}$) образцов исследуемых сплавов

Условное обозначение сплавов	Содержание химических элементов, ат. %		$T_{\text{пн}}$, °C
	Ti	Al	
Ti-17Al	82,6	17,4	1100
Ti-26Al	73,9	26,1	1180

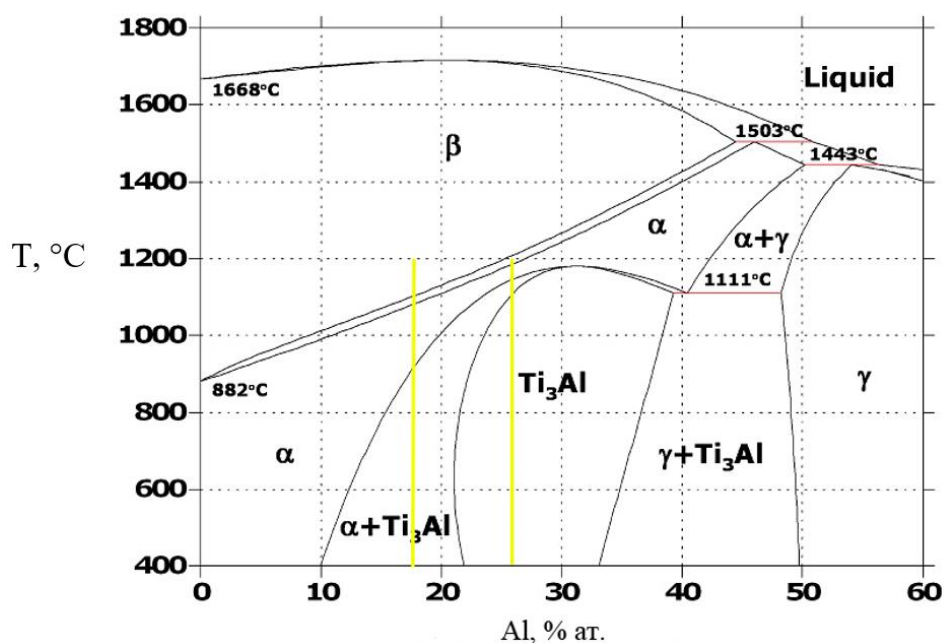


Рисунок 2.1.1 Диаграмма Ti-Al с нанесенными составами сплавов

2.2 Термическая обработка сплавов

На первоначальном этапе был выполнен гомогенизирующий отжиг обоих слитков в вакуумной печи в однофазной β -области при температуре 1200 °С в течение 3 часов с последующим охлаждением в печи. Все дальнейшие термические обработки проводились в лабораторных муфельных печах.

Термическая обработка полуфабрикатов для сплава Ti-26Al проводилась по следующим режимам: нагрев до температур 1200 °С с выдержкой 1 час, охлаждение на воздухе и последующем отжиге при температурах 500, 700 °С с выдержкой 5 часов (рисунок 2.2.1, а)

В свою очередь термические обработки для сплава Ti-17Al проводились по следующим режимам:

1. нагрев до температуры 1200 °С с выдержкой 1 час, охлаждение на воздухе и последующем старением при температурах 500 и 700 °С, 5 ч с последующим увеличением выдержки до 25 часов для меньшей температуры 600 и 900 °С, 1 час (рисунок 2.2.1, б)
2. нагрев до температуры 1200 °С с выдержкой 1 час, закалка в воду и последующее старение при 500 °С, 10, 50, 100 и 150 часов; при 700 °С, 150 и 300 часов; при 850 и 950 °С, 1 часа (рисунок 2.2.1, в).
3. нагрев до температуры 950 °С с выдержкой 1 час и последующее переохлаждение в печи при 400, 500 и 600 °С с выдержками до 10 часов (рисунок 2.2.1, д).
4. нагрев до температуры 950 °С с выдержкой 1 час, закалка в воду и последующее старение при 500 °С, 100, и 150 ч; при 650 и 700 °С, 150 и 300 часов (рисунок 2.2.1, г).

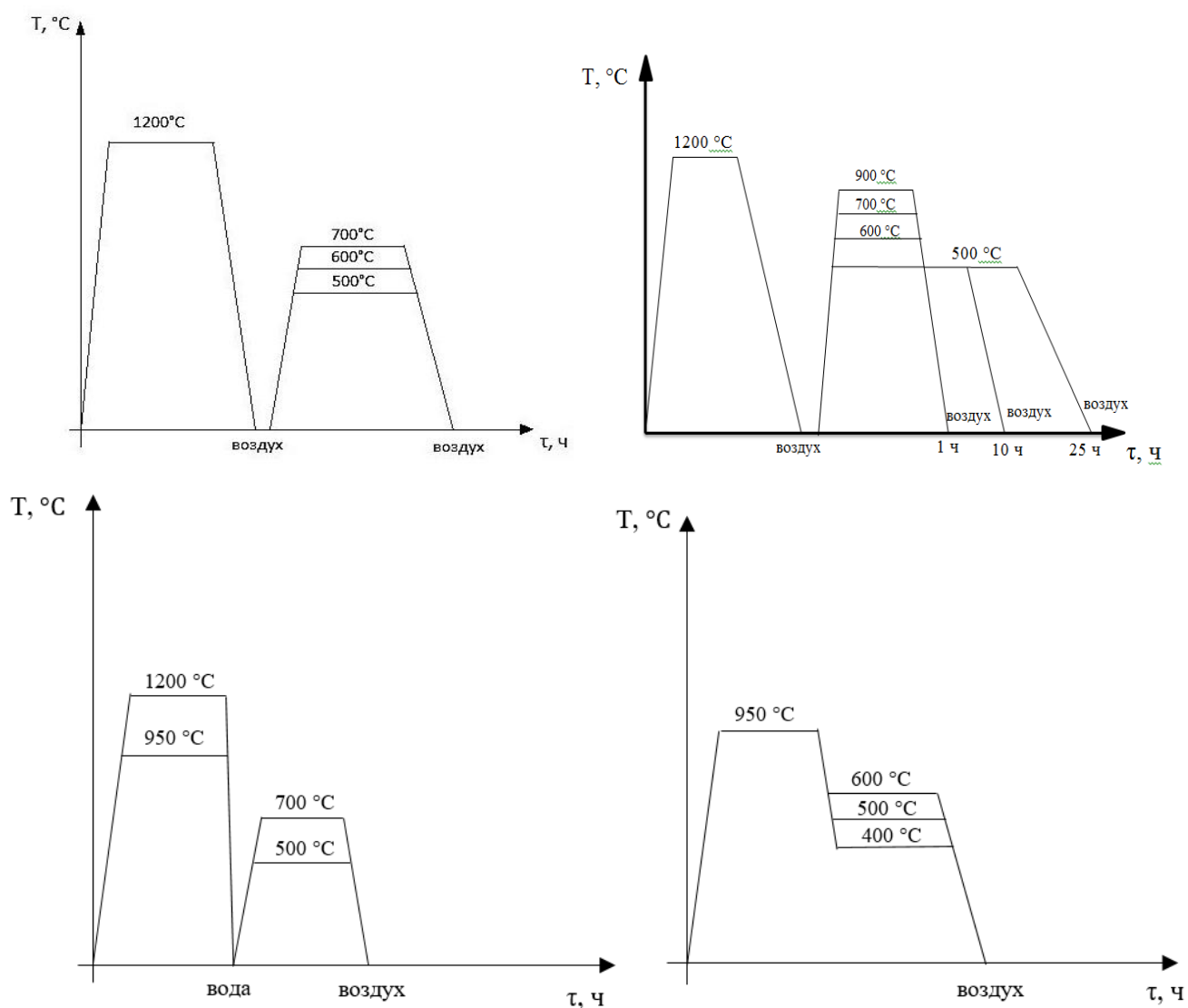


Рисунок 2.2 Общие схемы термической обработки сплавов

2.3 Методика исследований

Основными методами структурных исследований служили оптическая металлография, растровая и просвечивающая электронные микроскопии (РЭМ и ПЭМ соответственно), рентгеноструктурный фазовый анализ, микрорентгеноспектральный анализ (МРСА). Тепловые эффекты были исследованы при помощи дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК). Также были проведены дюротметрия, микродюротметрия и испытания механических свойств при сжатии и ползучести.

Металлографический анализ осуществляли с применением оптического микроскопа OLYMPUS GX-51 при увеличениях 100...500 крат. Шлифы были

изготовлены по методике общепринятой для титановых сплавов: а именно шлифовке на корундовой бумаге с последовательным уменьшением дисперсности абразива и последующей полировкой на коллоидном кремнии. Для травления микрошлифов использовались реактивы:

- 1 часть HF + 2 части HNO₃.
- 1 часть HF + 1 часть HNO₃ + 10 частей H₂O.
- 21 мл HF + 64 мл HCl + 106 мл HNO₃ + 160 мл H₂O.

Применение первых двух травителей позволяет хорошо выявить внутризеренную структуру, третьего - границы зерен [3].

Исследования структуры методом растровой электронной микроскопии проводили на микроскопе JEOL JSM 6490 LV. В качестве образцов служили образцы, подготовленные для металлографических исследований.

Микрорентгеноспектральный анализ проводили на растровом электронном микроскопе JEOL JSM 6490 LV с помощью системы энерго-дисперсионного микроанализа OXFORD INCA ENERGY 350. Параметры съемки выбирались так, чтобы область генерации характеристического рентгеновского излучения не превышала 0,5 мкм, что соответствовало ускоряющему напряжению $U = 15$ кВ, диаметру зонда 100 нм и току зонда 45 мкА.

Электронно-микроскопическое исследование тонкой структуры проводили на просвечивающих электронных микроскопах JEM-200С при ускоряющем напряжении 160 кВ; «Теснаі G² 30» - 300 кВ, и JEM-2100С - 200 кВ.

Приготовление фольги для электронномикроскопического исследования включало в себя следующие операции:

- Вырезка на электроискровом станке ECOCUT пластин толщиной 0,3...0,5 мм из массивных образцов. Процесс резки производился с принудительным водяным охлаждением без разогрева образцов.

- Предварительное утонение пластин на корундовой бумаге до толщины ~ 0.1 мм.
- Окончательное утонение посредством электрополировки.

Электрополировку проводили в два этапа: первоначально в хлорно – уксусном электролите (хлорная кислота 100 мл, уксусный ангидрид – 500 мл) при напряжении 30...50 В, не допуская разогрева электролита выше 30...40°C, второй этап - в метиловом электролите (метиловый спирт - 300 мл, бутиловый спирт - 180 мл, хлорная кислота - 30 мл), поддерживая температуру не выше –50°C, для чего применяли жидкий азот. Электрополировка осуществлялась в открытом пинцете по всей поверхности фольги.

Исследование тонкой структуры и фазовый анализ проводили методом ПЭМ с использованием стандартных методик светлопольных и темнопольных изображений, а также микродифракции электронов [69...72]. Линейные размеры элементов структуры определяли непосредственными измерениями на плоскости наблюдения и рассчитывали их средние размеры. Идентификацию выделившихся вторых фаз, проводили, рассчитывая межплоскостные расстояния по дополнительным рефлексам на электронограммах. Для выявления морфологии и характера распределения вторых фаз проводили анализ темнопольных изображений в дополнительных рефлексах этой фазы.

Рентгеноструктурный фазовый анализ проводился на установке «Bruker Advance-D8» в медном K_{α} -излучении ($K_{\alpha\text{cp}} = 0,15418$ нм) с диапазоном углов отражения $2\theta = 17...105^{\circ}$. Определение периодов кристаллических решеток α - и β -фаз проводили в соответствии с методикой [73]. Методом РСА определяли фазовый состав материалов и параметры кристаллической решетки различных фаз.

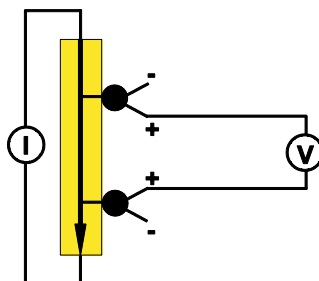
Термический анализ проводили на приборе синхронного термического анализа STA 449 C JUPITER методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), основанной на разностном определении температурных интервалов фазовых и структурных превращений. Запись кривых ДСК проводили

в две стадии: первая включала нагрев от температуры от 30 °С до 1150 °С со скоростью нагрева 50 °С/мин, последующее переохлаждение до 600 °С со скоростью охлаждения 50 С/мин; вторая – повторный нагрев от 600 до 1150 °С со скоростью нагрева 50 °С/мин. При этом нагрев и охлаждение осуществляли в проточной атмосфере аргона технической чистоты. Кривые ДСК получаем в координатах DSC-Температура-DDSC.

Измерения удельного электрического сопротивления проводились на приборе “Linseis LSR-3”. Принципиальная схема измерительной ячейки прибора представлена на рисунке 2.3. Сопротивление рассчитывалось по закону Ома на основе измеренного напряжения при импульсном пропускании тока по образцу [74]:

$$R = \frac{V}{I} \quad (2.1)$$

где R – сопротивление, мкОм; V – напряжение между контактами, мВ; I – сила тока, пропускаемого через образец, мА.



V – милливольтметр; I – миллиамперметр (желтый - исследуемый образец)

Рисунок 2.3 Схема измерительной ячейки прибора "Linseis LSR-3" [74]

При расчете удельного электрического сопротивления использовались данные о сечении образцов и о расстоянии между контактами, между которыми измерялось напряжение [74]:

$$\rho = \frac{R \cdot S}{L} \quad (2.2)$$

где ρ – удельное электрическое сопротивление, мкОм·м; S – площадь поперечного сечения образца, м²; L – расстояние между контактами, на которых измерялось напряжение, м.

Измерения проводились в процессе изотермических выдержек при заданных температурах. Нагрев между температурами измерений, осуществлялся со скоростью 3 °/мин в статической атмосфере гелия. При расчете не учитывалось изменение геометрических размеров, исследуемых образцов при изменении температуры.

Микродюрометрические измерения проводили с помощью прибора MHTXCSM INSTRUMENTS по методике Оливера и Фарра [75]. При этом использовали следующие условия эксперимента: индентор – алмазная пирамидка, скорость нагружения 18 Н/мин, максимальная нагрузка 9 Н, время выдержки 15 секунд, скорость снятия нагрузки 18 Н/мин. Твердость образца определяли по глубине отпечатка, модуль упругости – по кривой разгрузки.

Испытания механических свойств при сжатии были выполнены на машине Instron 3382 на цилиндрических образцах при комнатной температуре по ГОСТу 25.503-97. Для каждого структурного состояния испытывалось не менее 3 образцов.

Испытания на ползучесть проводились при температуре 600 °С, с нагрузкой 12 кгс/мм² в течение 250 часов по ГОСТу 10145.

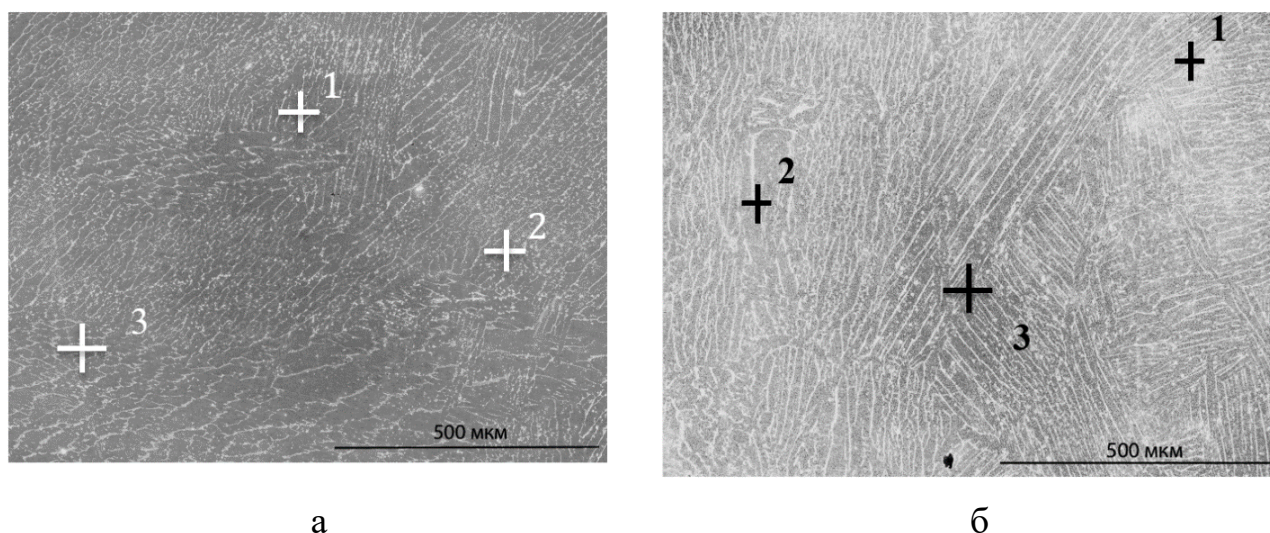
ГЛАВА 3 Влияние режимов старения на структуру сплавов, охлажденных на воздухе и состаренных

3.1 Структурные особенности после высокотемпературной обработки литых сплавов

Поскольку в настоящее время существует рост требований к жаропрочным сплавам то увеличивается интерес к сплавам, содержащим интерметаллиды, а именно к сплавам на основе алюминидов титана. Данные соединения обладают достаточно высокой температурой плавления, а также повышенными прочностными характеристиками. Однако основным недостатком сплавов на основе данных интерметаллидов является их низкая пластичность и возможное охрупчивание сплава при выделении данных соединений в виде частиц, которые могут затруднять скольжение дислокаций при деформации. Поэтому было проведено изучение механизмов выделения (формирования) интерметаллидных частиц в модельных сплавах, содержащих различное количество Al.

Электронномикроскопическое исследование литой структуры изучаемых сплавов Ti-26Al и Ti-17Al выявило ее достаточно высокую неоднородность. Для выравнивания химического состава сплавов был проведен высокотемпературный гомогенизирующий отжиг. Образцы исследуемых сплавов нагревали в однофазную β -область на 1200 °C с выдержкой 1 час с последующим охлаждением на воздухе. В результате проведенной термической обработки в образцах сплавов сформировалась пластинчатая структура (рисунок 3.1).

Проведение микрорентгеноспектрального анализа показало, что после высокотемпературной обработки наблюдается достаточно высокая однородность сплава по химическому составу (таблица 3.1, 3.2).



а – сплав Ti-26Al; б – сплав Ti-17Al

Рисунок 3.1 Микроструктуры сплавов после нагрева на 1200 °С, 1 ч с последующим охлаждением на воздухе с указанием определения областей химического состава.

Таблица 3.1 Химический состав выбранных областей сплава Ti-26Al, после нагрева на 1200 °С, 1 ч и последующего охлаждения на воздухе

Место съемки	Содержание основных элементов сплава, ат. %	
	Ti	Al
Область 1	75,5	24,5
Область 2	73,6	26,4
Область 3	74,5	25,5

Таблица 3.2 Химический состав выбранных областей сплава Ti-17Al, после нагрева на 1200 °С, 1 ч и последующего охлаждения на воздухе

Место съемки	Содержание основных элементов сплава, ат. %	
	Ti	Al
Область 1	83,8	16,2
Область 2	83,3	16,7
Область 3	83,5	16,5

Для выбора оптимального интервала температур последующих термических обработок в изучаемых сплавах, методами дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) были изучены тепловые эффекты, наблюдаемые при

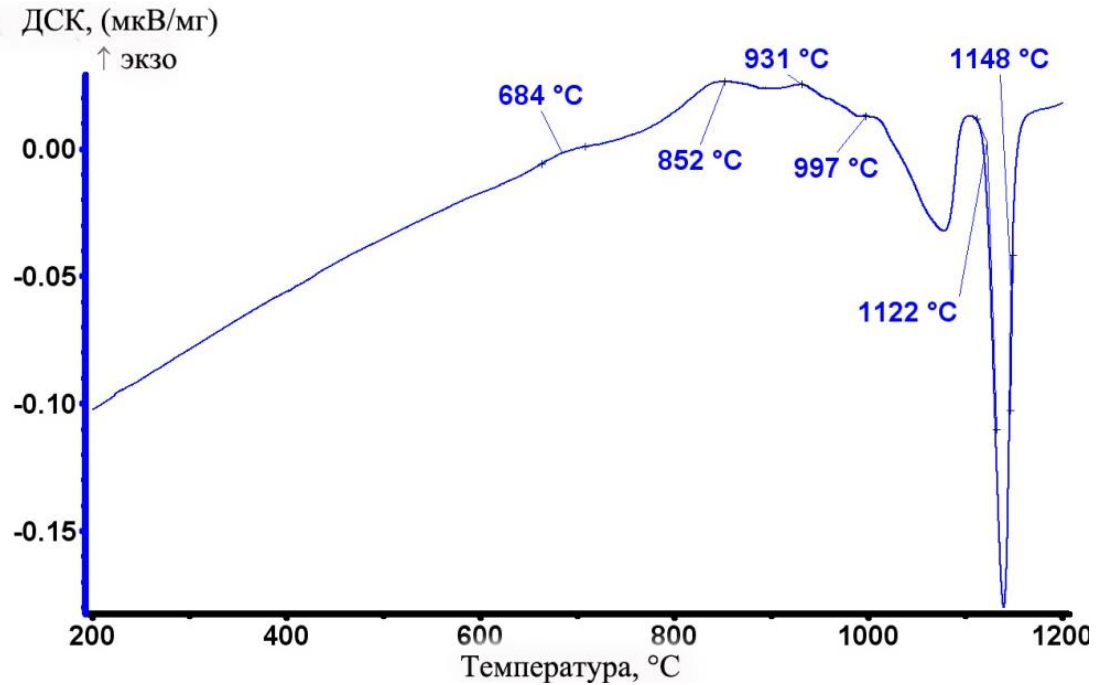
непрерывном нагреве образцов после гомогенизирующего отжига при 1200 °С и охлаждения на воздухе.

При нагреве образцов со скоростью 20 °С/мин от 20 до 1200 °С на кривых ДСК наблюдаются тепловые эффекты: экзоэффекты в интервале температур 650...911 °С для сплава Ti-17Al и 650...940 °С для сплава Ti-26Al, а также эндоэффекты в интервале 911...1100 °С для сплава Ti-17Al и 997...1150 °С для Ti-26Al (рисунок 3.2).

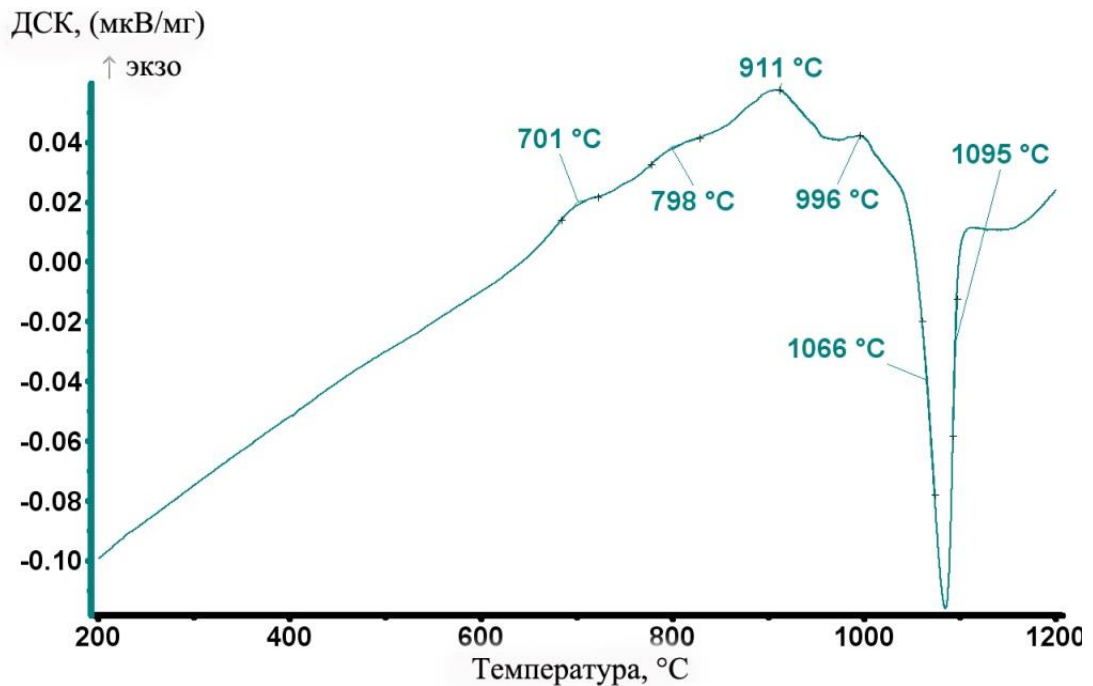
Сопоставление кривых ДСК с диаграммой Ti-Al позволяет утверждать, что для сплава Ti-26Al эндоэффект в интервале от 997 до 1100 °С видимо обоснован разупорядочением, происходящим в α -фазе. Следующий перегиб при 1122 °С обусловлен переходом из однофазной α_2 области в двухфазную ($\alpha + \alpha_2$). Эндоэффект в интервале температур 1100...1200 °С с соответствующим минимумом при температуре 1130 °С связан с переходом из однофазной α -области в двухфазную ($\alpha + \beta$), а температура 1150 °С с переходом в β – область. Экзоэффект при 650...720 °С с максимумом при 684 °С не находит подтверждения на диаграмме. Как показано в [32] температура упорядочения-разупорядочения для сплава с 26% Al лежит в интервале температур 850-970 °С. В свою очередь для сплава Ti-17Al экзоэффект в интервале 690...720 °С, также, как и для сплава Ti-26Al не находит подтверждения на диаграмме и будет структурно исследован при старении. Следующий наблюдаемый экзоэффект с максимумом при 800 °С обусловлен переходом α_2 -фазы из упорядоченного состояния в неупорядоченное. Температура 911 °С соответствует температуре перехода в однофазное α - состояние из ($\alpha + \alpha_2$). Последний эндоэффект в интервале температур 1050...1100 °С с минимумом, соответствующим температуре 1075 °С связан с переходом из α - области в β – область.

Прочие перегибы, обнаруженные на термограммах нагрева, могут быть связаны с эффектами окисления образцов в процессе нагрева, а также с изменением степени порядка в сплаве Ti-26Al и процессом выделения вторых фаз в сплаве Ti-17Al.

Следовательно, для уточнения природы превращений происходящих в интервале температур от 660 до 710 °С, как в сплаве Ti-26Al так и в Ti-17Al одной из температур для последующего старения (отжига) была выбрана 700 °С.



а



б

а – сплав Ti-26Al; б – сплав Ti-17Al

Рисунок 3.2 Термограммы нагрева образцов исследуемых сплавов, после нагрева на 1200 °С, 1 ч с последующим охлаждением на воздухе

Анализ термограмм, полученных при охлаждении образцов, подтверждает температурные интервалы описанных выше фазовых превращений. На кривых наблюдаются пики, которые связаны с соответствующими превращениями. Также в интервале температур 700...800 °С для сплава Ti-17Al наблюдается экзоэффект, который может быть обусловлен процессами упорядочения происходящими в интерметаллидной α_2 -фазе. Согласно литературным данным данное превращение проходит при температурах от 730 до 850 °С [32, 76] (рисунок 3.3).

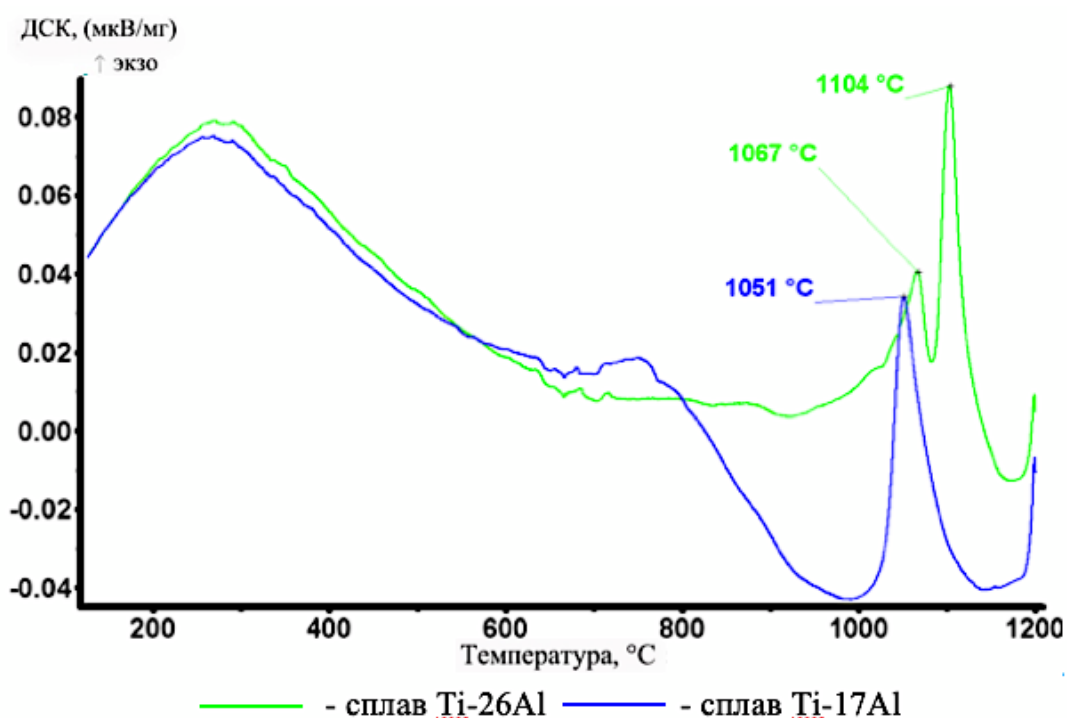


Рисунок 3.3 Термограммы охлаждения образцов из исследуемых сплавов, после гомогенизирующего отжига при 1200 °С, 1 ч с последующим охлаждением на воздухе

Также для уточнения температур отжига и старения изучаемых сплавов было исследовано электросопротивления металлов, поскольку данный метод является более структурно-чувствительным по сравнению с ДСК. Прецизионное измерение электросопротивления является весьма эффективным методом изучения структурного состояния металлов так как данный показатель может существенно меняться при изменении фазового состава материалов, в частности, в условиях термообработки. Запись кривой электросопротивления производилась для сплава Ti-17Al в интервале температур от комнатной до 600 °С. Анализ проводится до

температур порядка 600 °С поскольку при температуре выше 620 °С наблюдается сильное окисление металла, которое приводит к аномальным пикам на кривой относительного изменения электросопротивления.

В результате эксперимента выявлено, что происходит некоторое понижение относительного электросопротивления в интервале температур от 300 до 580 °С (рисунок 3.4). Предположительно это может быть связано с процессами упорядочения/разупорядочения в α -твердом растворе. Выяснение причин отклонения от линейной зависимости графика изменения $\Delta\rho/\rho$ в указанном интервале температур была выбрана температура минимума перегиба кривой, а именно 500 °С.

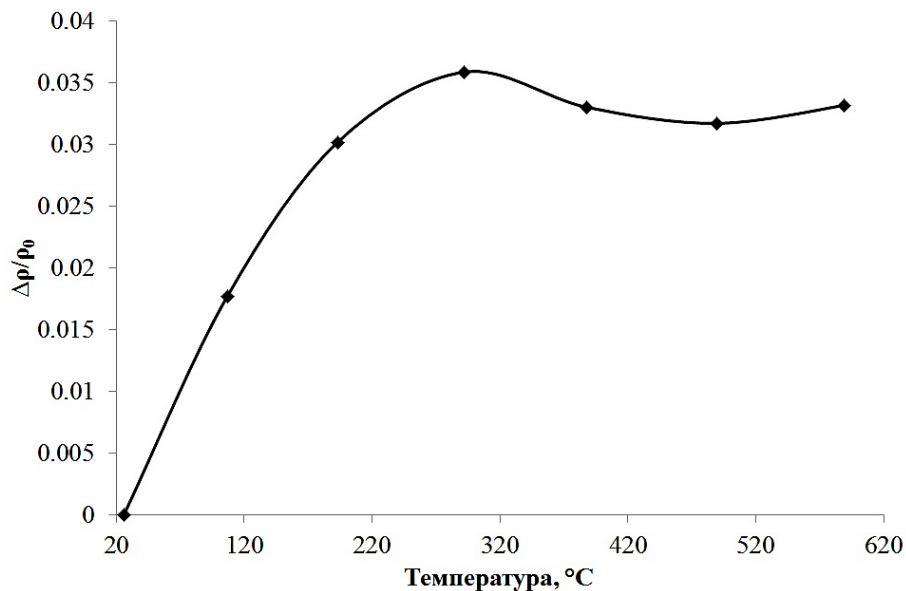
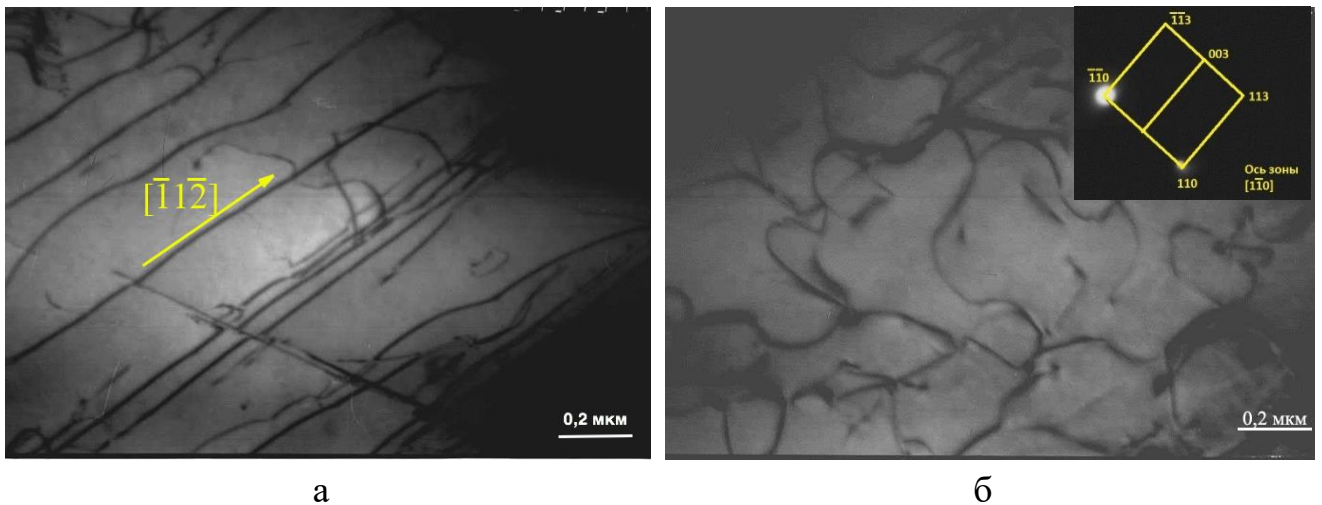


Рисунок 3.4 Кривая относительного изменения электросопротивления Ti-17Al при нагреве после гомогенизирующего отжига при 1200 °С, 1 ч с последующим охлаждением на воздухе

Таким образом для дальнейшего старения (сплав Ti-17Al) и отжига (сплав Ti-17Al) были выбраны температуры 500 и 700 °С.

3.2 Процессы отжига сплава Ti-26Al

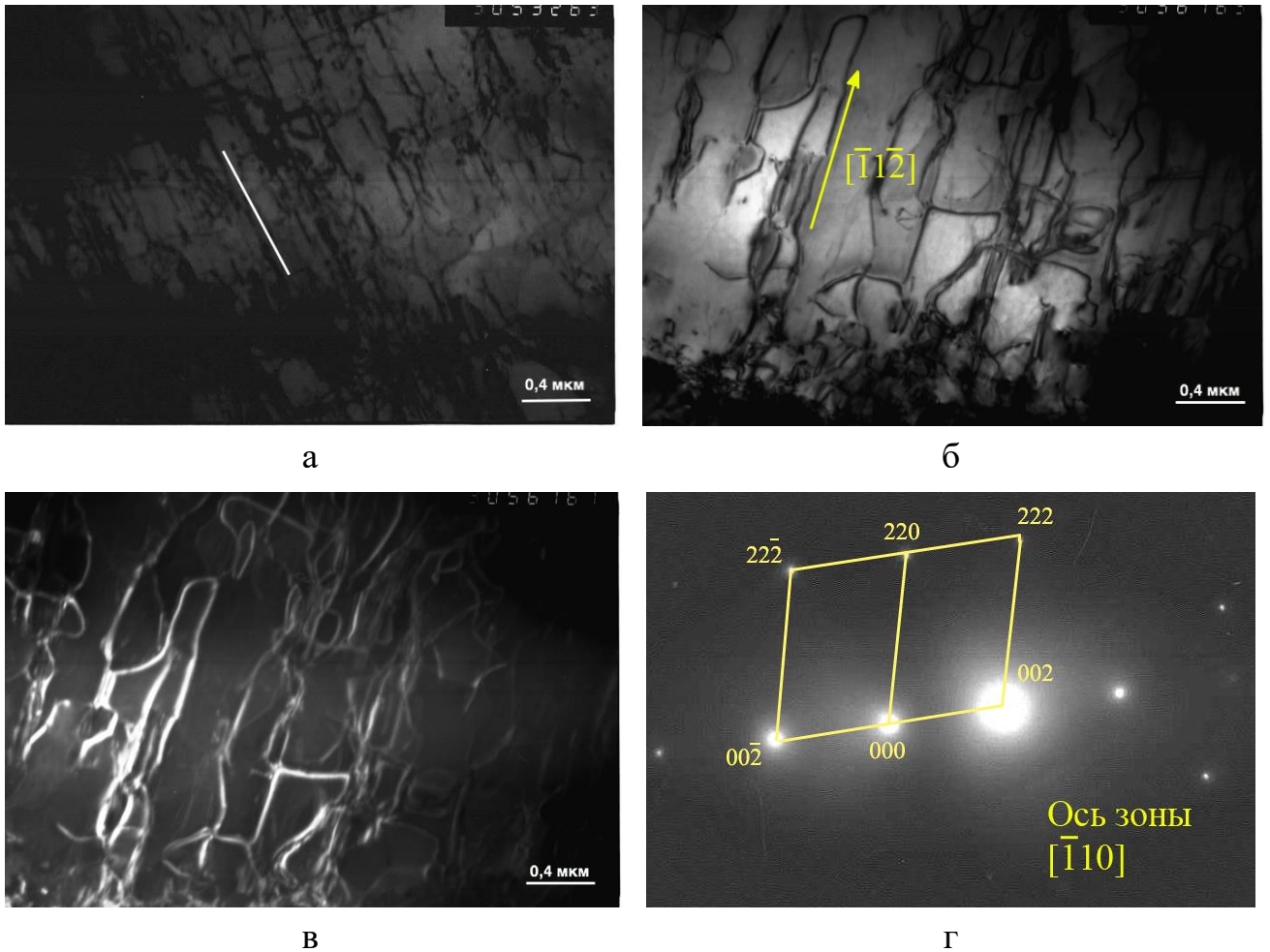
Электронномикроскопическое исследование показало, что для структуры сплава Ti-26Al в литом состоянии характерны вытянутые дислокации и их скопления в отдельных микрообъемах (рисунок 3.5). Наблюдаемые в структуре упорядоченного сплава дислокации являются винтовыми $2c+a$ -сверхдислокациями согласно расчетам электронограмм.



а, б – светлопольные изображения микроструктур сплавов;

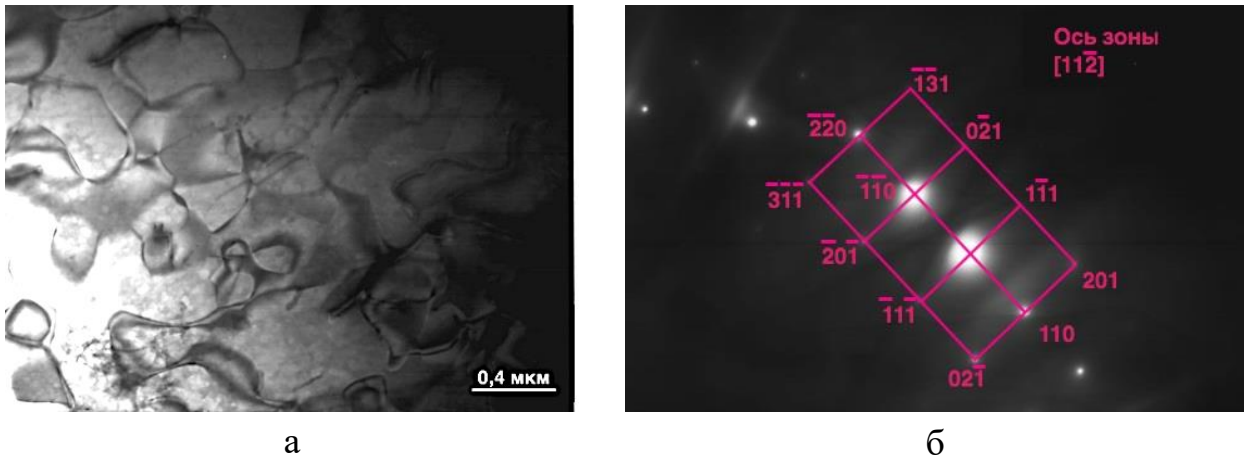
Рисунок 3.5 Микроструктуры исследуемого сплава Ti-26Al в литом состоянии

После нагрева сплава Ti-26Al на 1200 °С и последующего охлаждения на воздухе в структуре появляются большие скопления дислокаций, которые в большинстве случаев также являются винтовыми сверхдислокациями типа $2c+a$ (рисунок 3.6, а), а также отдельные обрывки антифазных границ, меняющие контраст на противоположный при переходе к темнопольному изображению (рисунок 3.6, б, в). На соответствующих электронограммах выявляются четкие рефлексы α_2 -фазы (рисунок 3.6, г).



а, б – светлопольные изображения; в – темнопольное изображение в рефлексе $(110) \alpha_2$; г – электронограмма соответствующая «а» и схема ее расшифровки
 Рисунок 3.6 Микроструктура сплава Ti-26Al после нагрева на 1200 °С, 1 час и последующим охлаждением на воздухе

Проведение последующего отжига сплава Ti-26Al при температуре 500 °С, 5 ч приводит к формированию завершенных антифазных границ в структуре сплава (рисунок 3.7, а). Наблюдаемые микроструктуры свидетельствуют о совершенствовании упорядоченной структуры, образование которой является результатом развития гомогенного превращения без образования частиц по механизму зарождения и роста.



а

б

а – светлопольное изображение;

б – электронограмма соответствующая «а» и схема ее расшифровки

Рисунок 3.7 Микроструктура сплава Ti-26Al после нагрева на 1200 °С, 1 час и отжига при 500 °С, 5 часов

Последующее увеличение температуры отжига сплава Ti-26Al до 700 °С не приводит ни к каким изменениям в структуре: сохраняются протяженные наблюдаемые ранее антифазные границы, дисперсных частиц α_2 -фазы в структуре не выявлено (рисунок 3.8).

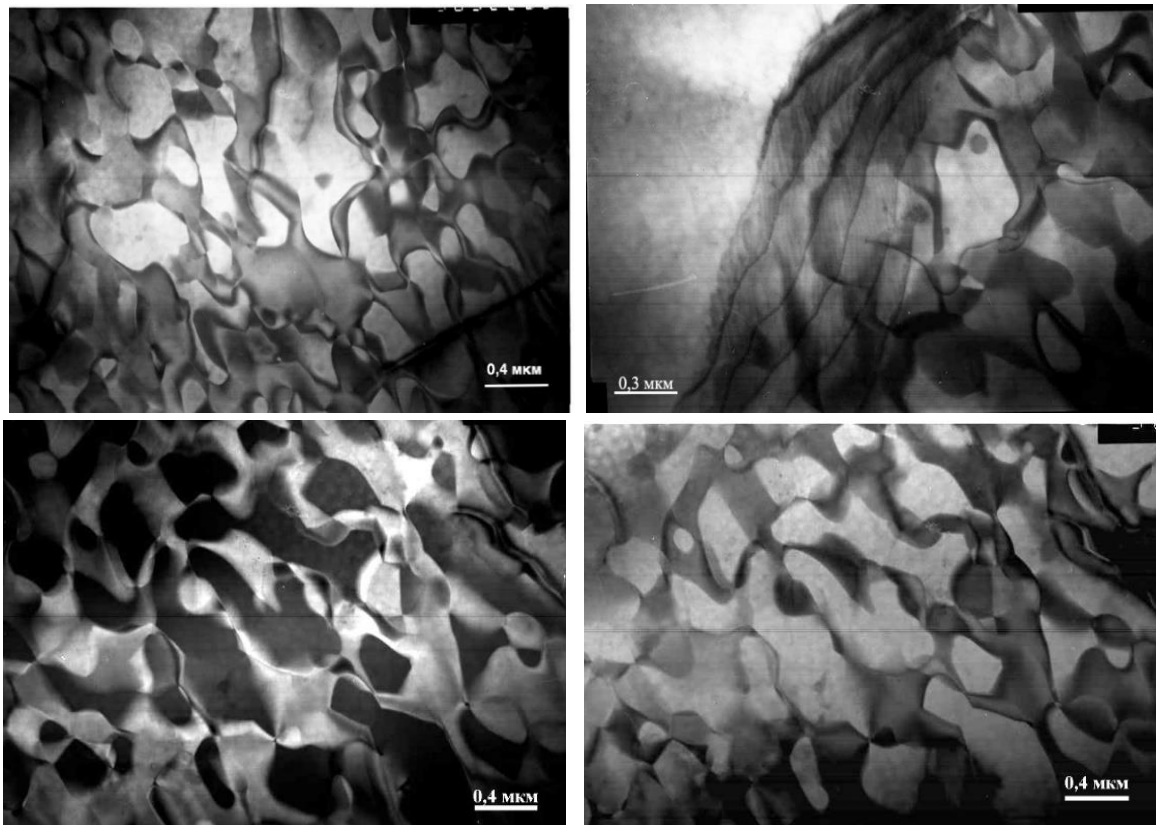


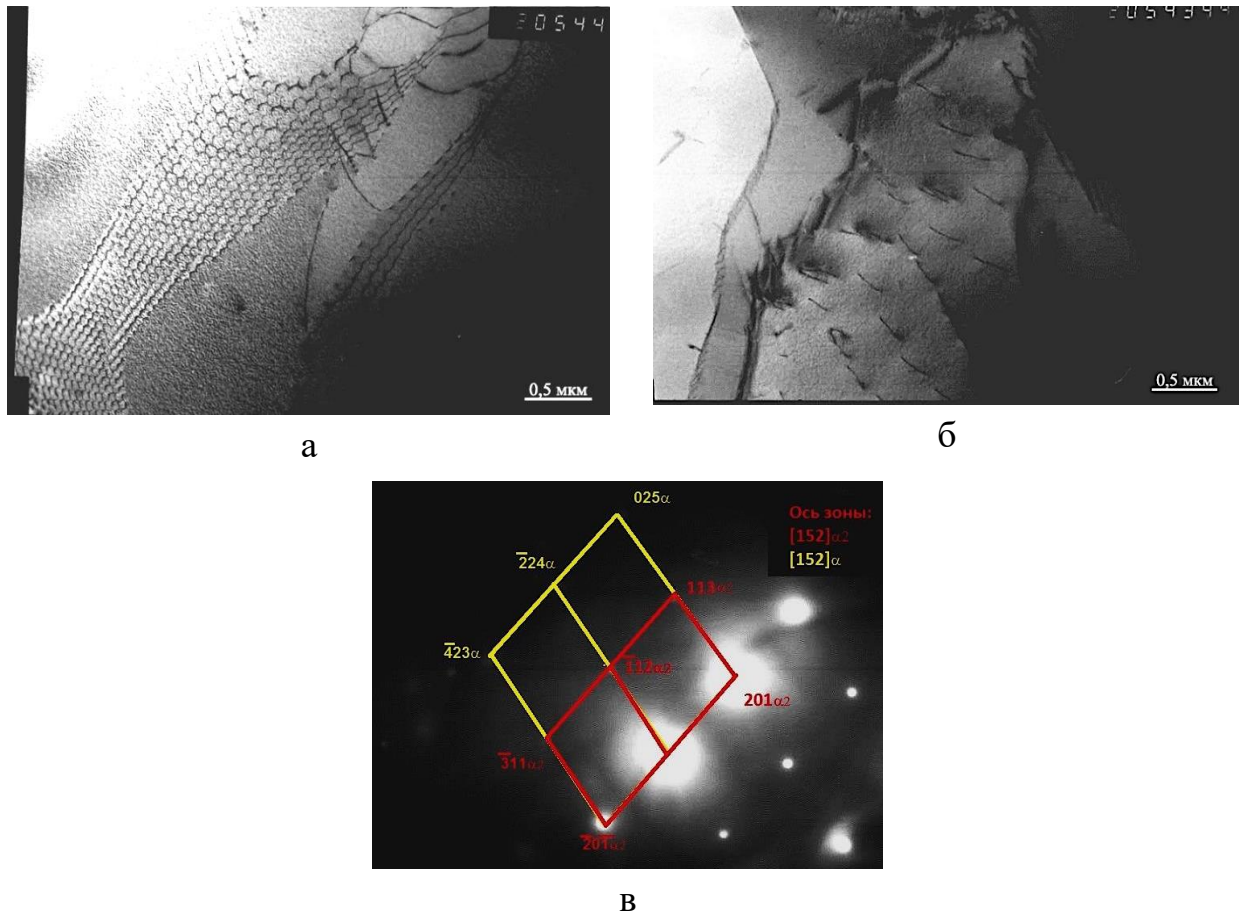
Рисунок 3.8 Микроструктура сплава Ti-26Al после нагрева на 1200 °С, 1 час и отжига при 700 °С, 5 часов

Наблюдаемые в структуре антифазные границы свидетельствуют о выделении интерметаллидной фазы Ti_3Al образовавшейся по гомогенному механизму. Аналогичная структура была получена в [36], где на сплаве $Ti-23 \text{ ат.}\%Al$ после старения при температуре $700 \text{ }^\circ C$ наблюдали стабильные сетки АФГ. Следует отметить, что состав изучаемого сплава соответствует однофазной области α_2 -фазы на диаграмме состояния титан – алюминий и, соответственно процесс упорядочения происходит по всему объему сплава и в сплавах формируется дальний порядок, как результат фазового превращения второго рода.

Проведенный рентгеноструктурный анализ показал, что с увеличением температуры отжига происходит увеличение периода a и уменьшение периода c интерметаллидной α_2 -фазы. Согласно литературным данным периоды ее решетки равны: $a = 0,577 \text{ нм}$, $c = 0,46 \text{ нм}$ [3]. Обнаруженная α_2 - фаза в образцах, гомогенизированных при $1200 \text{ }^\circ C$ имеет существенные отличия от литературных значений: $a = 0,567 \text{ нм}$, $c = 0,4697 \text{ нм}$. Однако после отжига при $500 \text{ }^\circ C$ параметры становятся более близкими к известным литературным данным и численно равны: $a = 0,5788 \text{ нм}$, $c = 0,467 \text{ нм}$. Последующее увеличение температуры отжига приводит к дальнейшему росту a и уменьшению c : $a = 0,5807 \text{ нм}$, $c = 0,463 \text{ нм}$. Данные изменения периода решетки могут быть обусловлены изменением степени порядка в α_2 - фазе, которая возрастает к $500 \text{ }^\circ C$ и несколько уменьшается при $700 \text{ }^\circ C$.

3.3. Процессы старения сплава Ti-17Al

Изучение исходной литой структуры сплава с меньшим содержанием алюминия при помощи просвечивающей электронной микроскопии показало, что в структуре сплава Ti-17Al в отдельных α -пластинах присутствуют полигональные дислокационные сетки (рисунок 3.9, а) и плоские скопления дислокаций (рисунок 3.9, б).

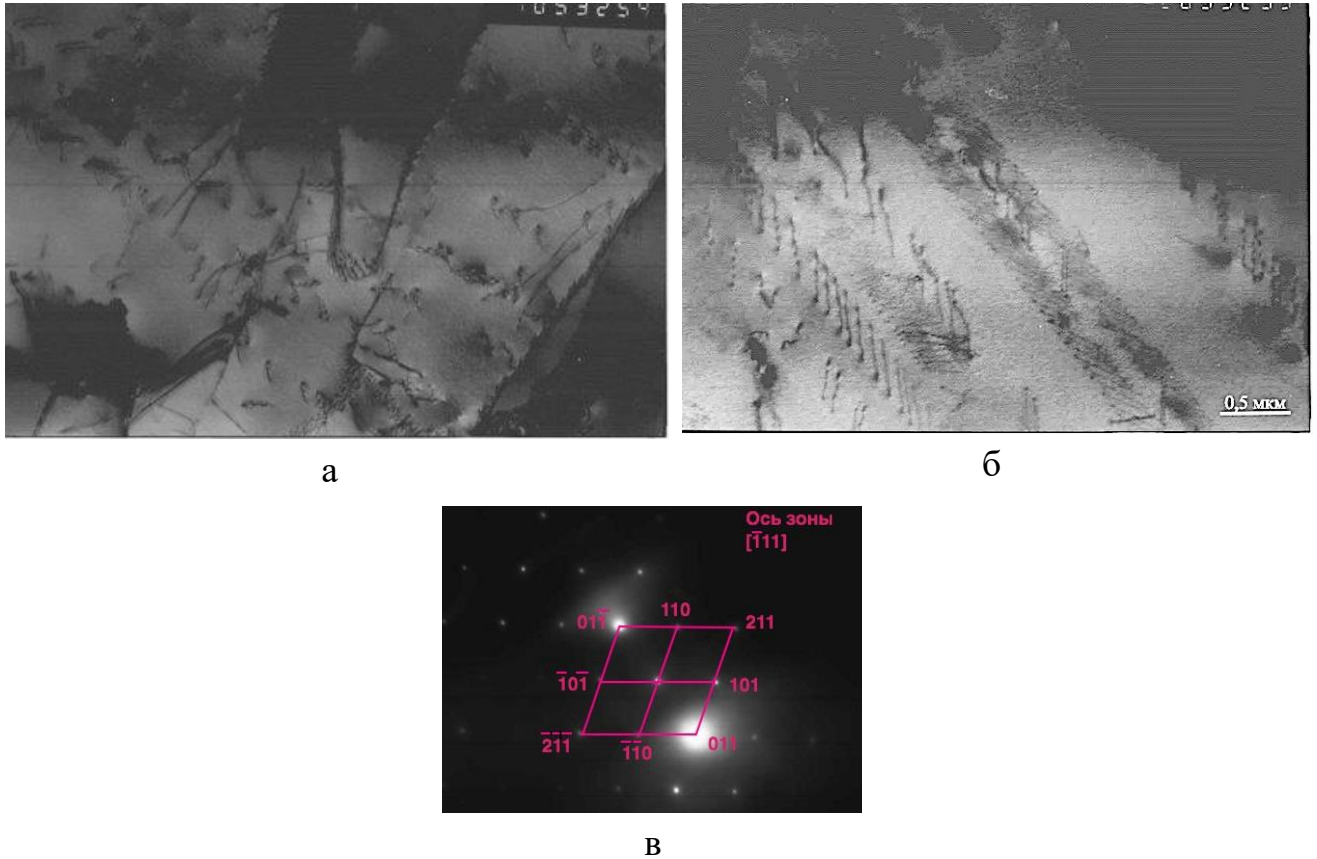


а, б – светлопольные изображения; в – электронограмма соответствующая «б» и схема ее расшифровки

Рисунок 3.9 Микроструктуры исследуемого сплава Ti-17Al в литом состоянии.

Гомогенизирующий отжиг данного сплава при 1200 °С с последующим охлаждением на воздухе сопровождается появлением в структуре плоских скоплений дислокаций на границах пластин α -фазы (рисунок 3.10, а), а также образованием микродвойников (рисунок 3.10, б). На микроэлектронограммах

выявляются рефлексы α_2 -фазы (рисунок 3.10, в), однако данные рефлексы обладают настолько слабой интенсивностью, что темнопольных изображений α_2 -фазы получить не удалось.

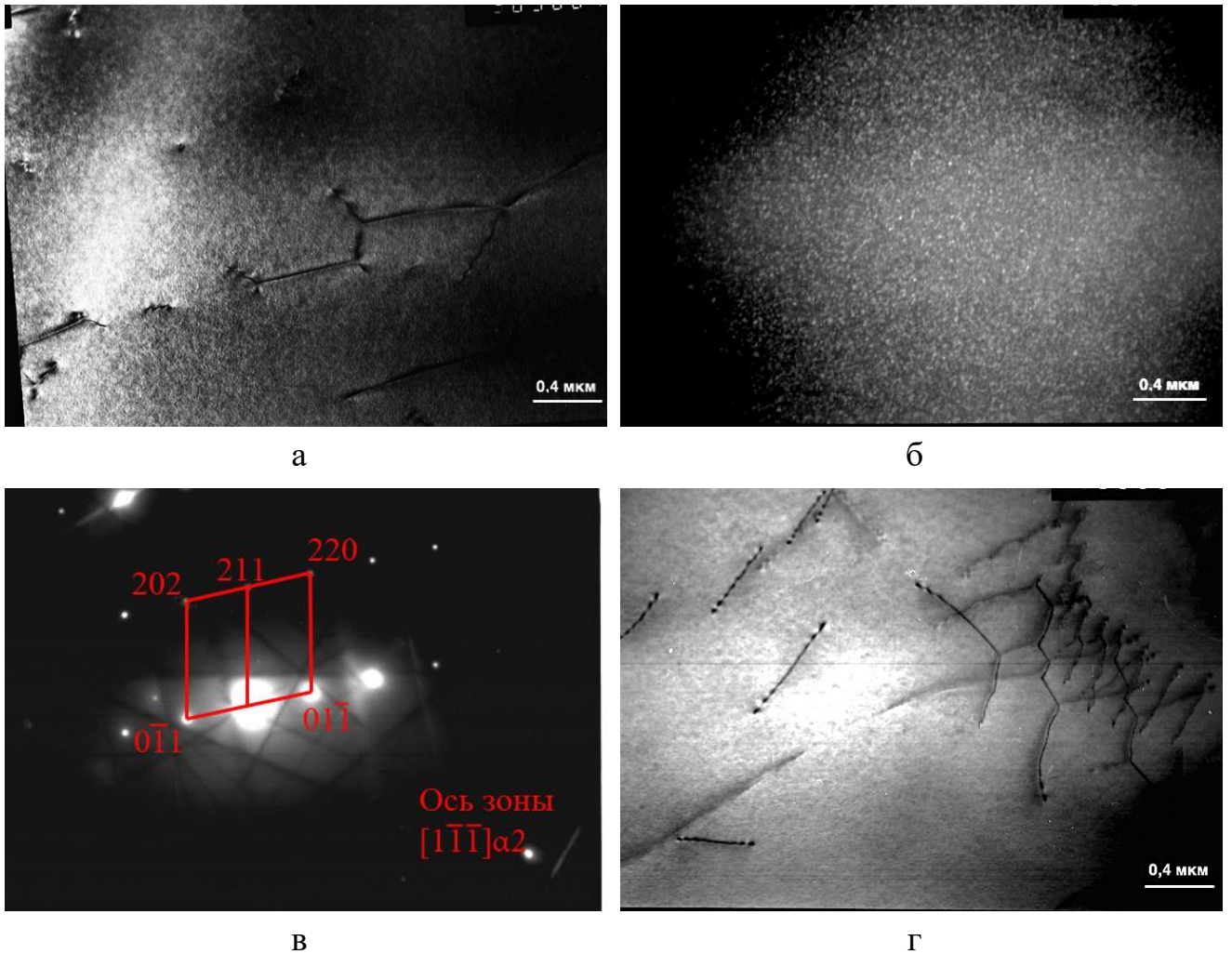


а, б – светлопольные изображения;

в – электронограмма, соответствующая «б» и схема ее расшифровки

Рисунок 3.10 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 час с последующим охлаждением на воздухе

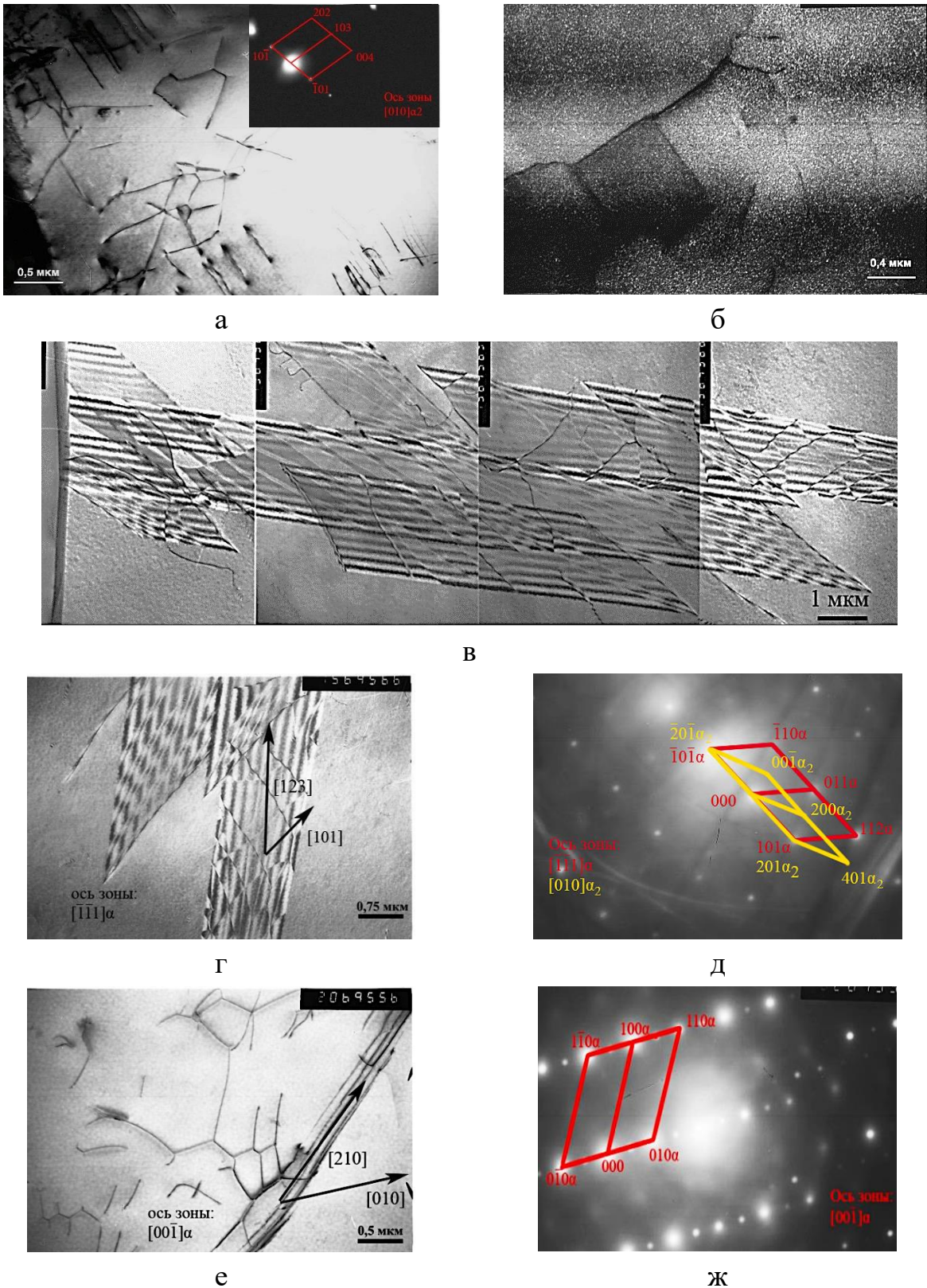
Проведение последующего старения сплава Ti-17Al при температуре 500 °С, 5 ч приводит к увеличению объемной доли α_2 -фазы. На темнопольных изображениях, полученных в сверхструктурном рефлексе $(220)_{\alpha_2}$, в отдельных микрообъемах наблюдали дисперсные частицы интерметаллидной α_2 -фазы (рисунок 3.11, б). Помимо этого, в некоторых областях наблюдали скопления дислокаций, образующих полигональные сетки (рисунок 3.11, г).



- а, г – светлопольное изображение;
 б – темнопольное изображение в рефлексе $(0\bar{1}1) \alpha_2$
 в – электронограмма с «а» и схема ее расшифровки;

Рисунок 3.11 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 час и старением при 500 °С с выдержкой 5 часов

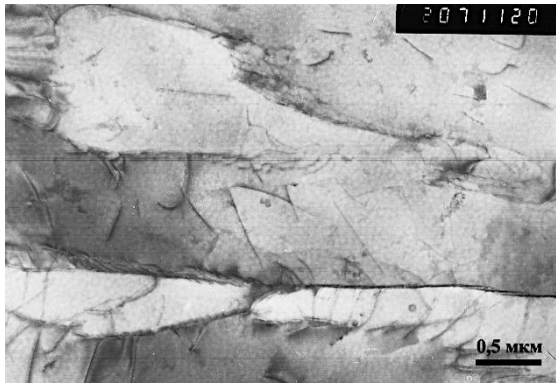
Увеличение продолжительности старения до 10 часов при температуре 500 °С приводит к появлению в структуре достаточно крупных дефектов упаковки (рисунок 3.12, в). Дислокационная структура, размеры, морфология и плотность распределения частиц α_2 -фазы практически не меняется (рисунок 3.12, а, б).



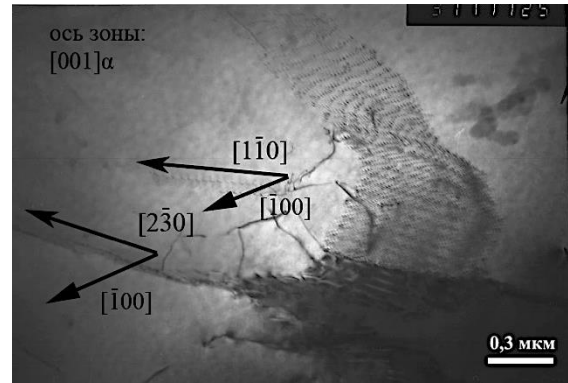
а, в, г, е – светлопольные изображения; б – темнопольное изображение в рефлексе $(\bar{1}01)\alpha_2$; д – электронограмма, соответствующая «г» и схема ее расшифровки; ж – электронограмма, соответствующая «е» и схема ее расшифровки

Рисунок 3.12 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 ч, охлаждение на воздухе и последующее старение при 500 °С, 10 ч

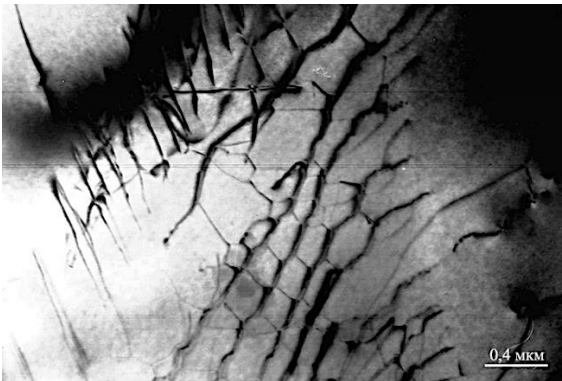
Дальнейший рост продолжительности выдержки до 25 часов при температуре 500 °С приводит к активизации процессов полигонизации и формированию малоугловых границ (МУГ), вероятно обусловленных появлением поперечного скольжения дислокаций (рисунок 3.13, б). Также в структуре сохраняются выделяющиеся дисперсные частицы интерметаллидной α_2 -фазы (рисунок 3.13, в).



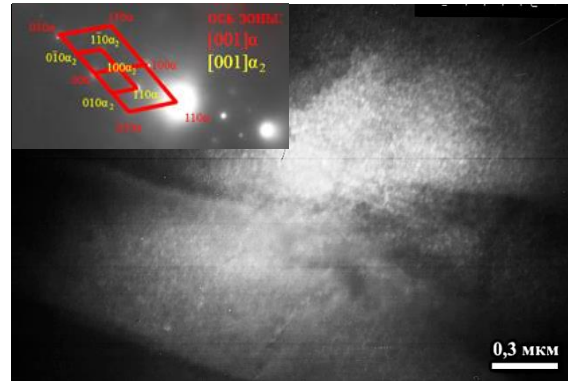
а



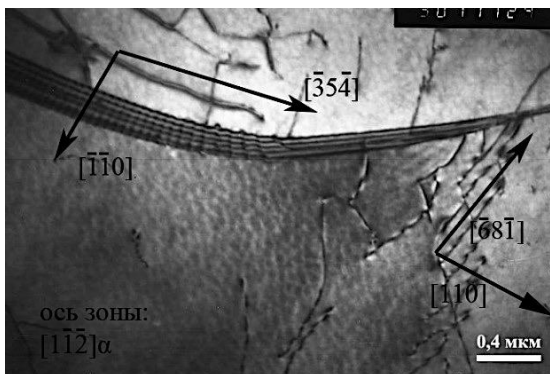
б



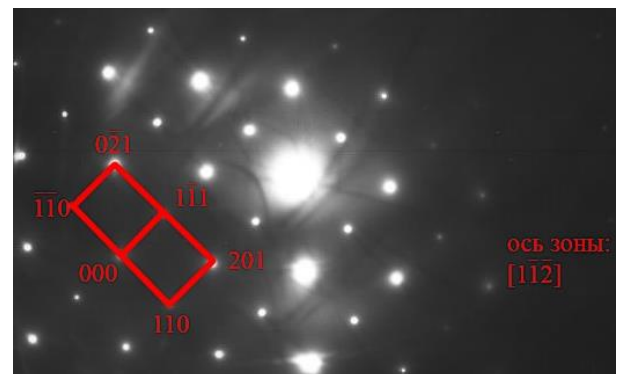
в



г



д

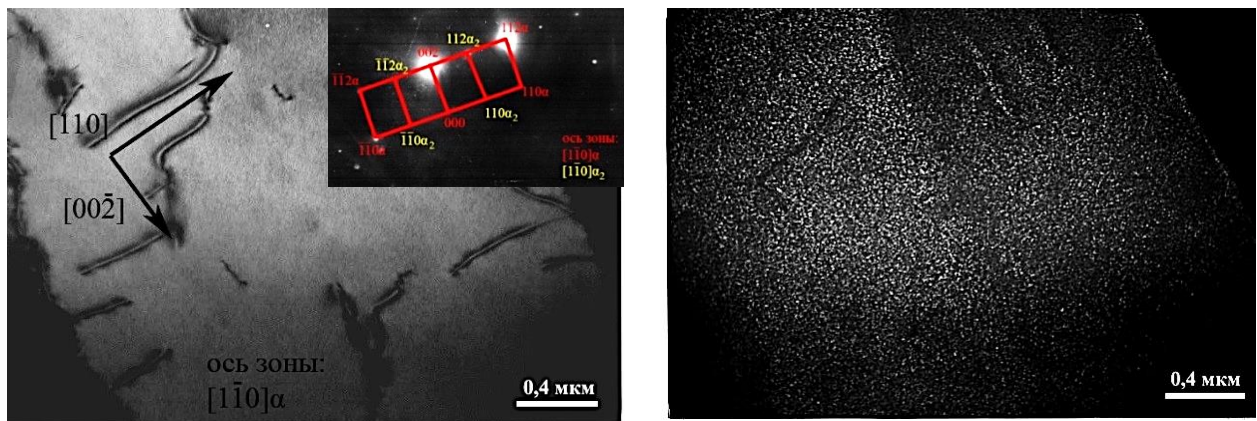


е

а, б, в, д – светлопольные изображения; г – темнопольное изображение в рефлексе $(010)\alpha_2$; е – электронограмма, соответствующая «д» и схема ее расшифровки

Рисунок 3.13 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 ч, охлаждения на воздухе и старения при 500 °С, 25 ч

Далее исследовали старение при 600, 700 и 900 °С для более подробного анализа процессов, протекающих в сплавах, обнаруженных ранее при ДСК анализе. При повышении температуры старения до 600 °С в структуре наблюдаются парные дислокации (рисунок 3.14, а), а также дисперсные частицы α_2 -фазы внутри пластин α -фазы (рисунок 3.14, в). Появление парных дислокаций может свидетельствовать о протекании процессов упорядочения, происходящих в структуре во время старения сплава.



а

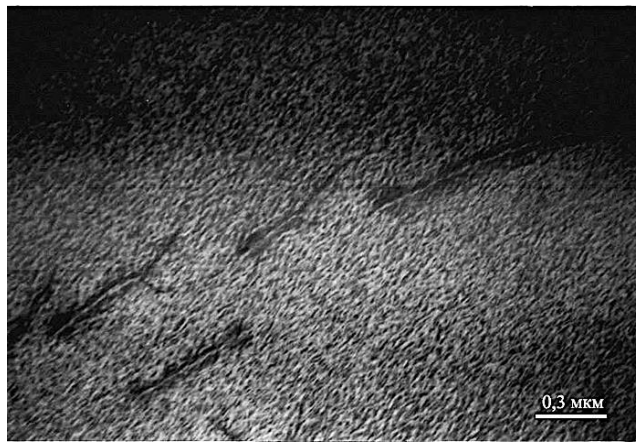
б

а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе $(110)\alpha_2$

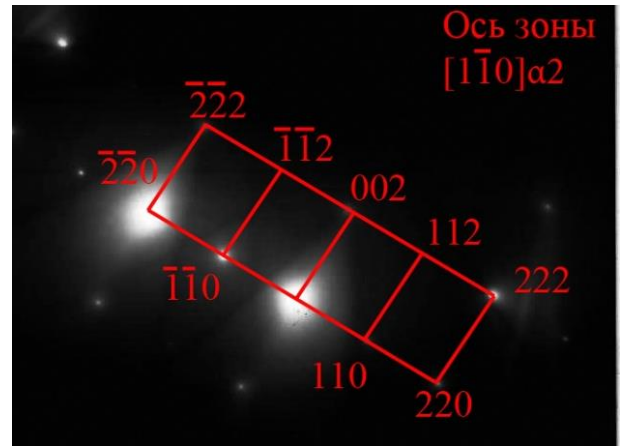
Рисунок 3.14 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 ч, охлаждения на воздухе и старения при 600 °С, 1 ч

Последующее повышение температуры старения до 700 °С с длительностью выдержки 5 часов не приводит к значительным изменениям структуры, наблюдаемую при более низкой температуре старения. В структуре преимущественно наблюдается большое количество дисперсных частиц α_2 -фазы (рисунок 3.15), а в некоторых объемах по-прежнему выявляются парные дислокации.

При максимальной температуре старения 900 °С происходят процессы полигонизации с формированием дислокационных сеток и дислокационных скоплений (рисунок 3.16, а, в). Помимо этого, на темнопольных изображениях в сверхструктурных рефлексах наблюдали дисперсные частицы α_2 -фазы (рисунок 3.16, е).



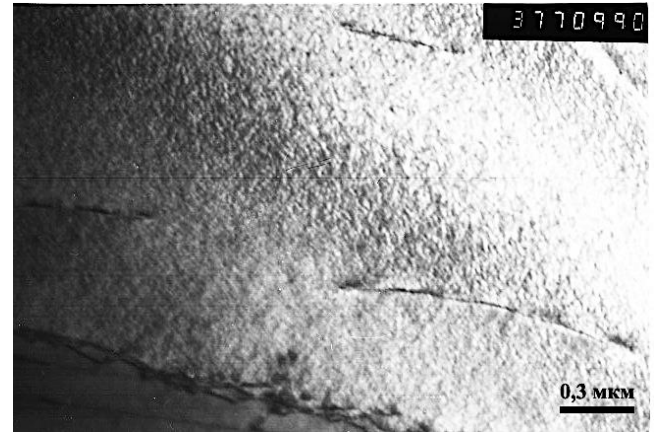
а



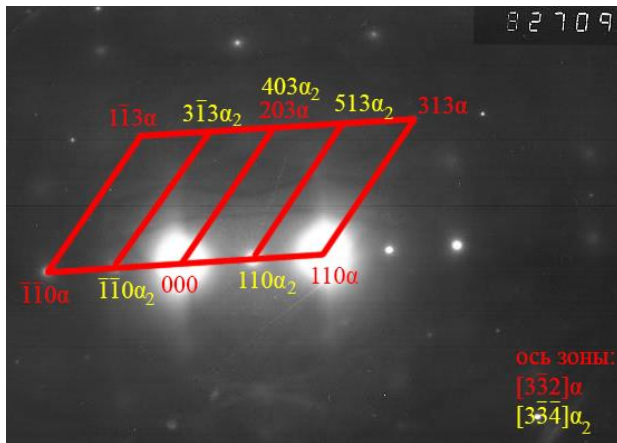
б



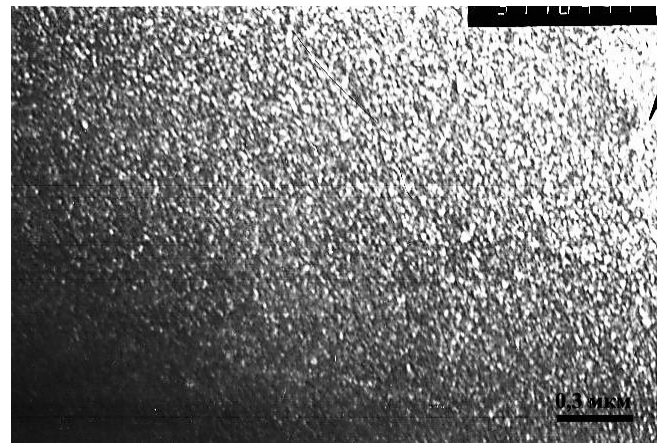
в



г



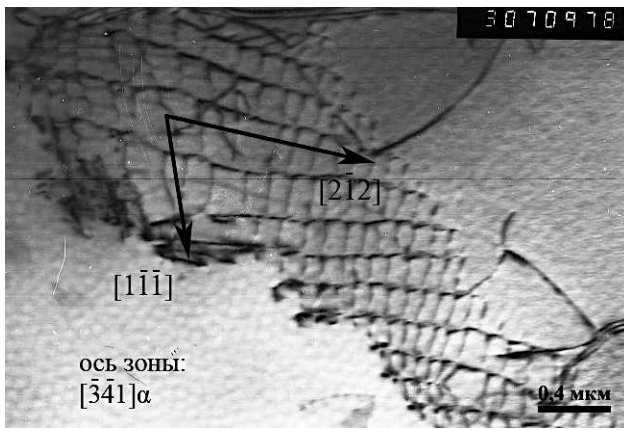
д



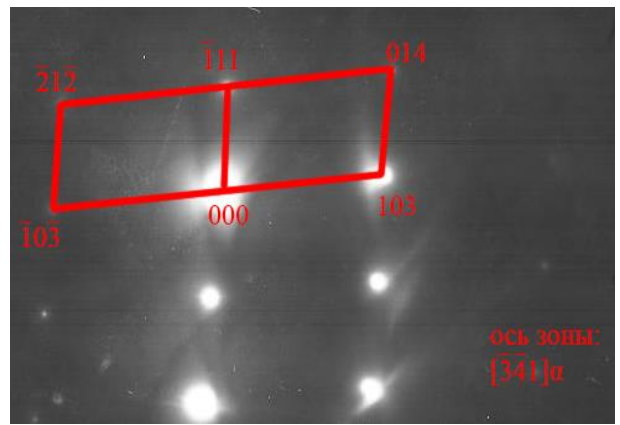
е

а, г – светлопольное изображение; б – электронограмма соответствующая «а» и схема ее расшифровки; в – темнопольное изображение в рефлексе $(\bar{1}\bar{1}0)\alpha_2$; д – электронограмма соответствующая «г» и схема ее расшифровки; е – темнопольное изображение в рефлексе $(\bar{1}\bar{1}0)\alpha_2$

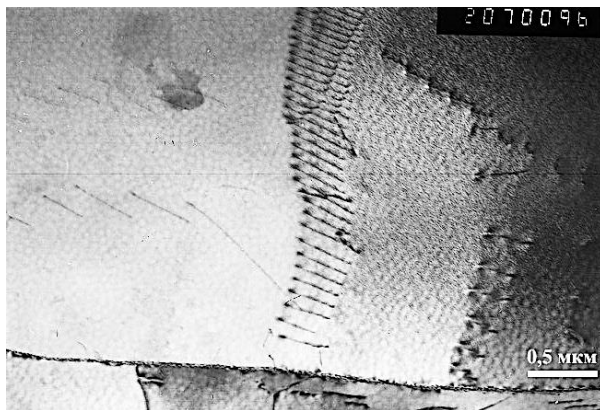
Рисунок 3.15 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 ч, охлаждением на воздухе и старением при 700 °С, 5 ч



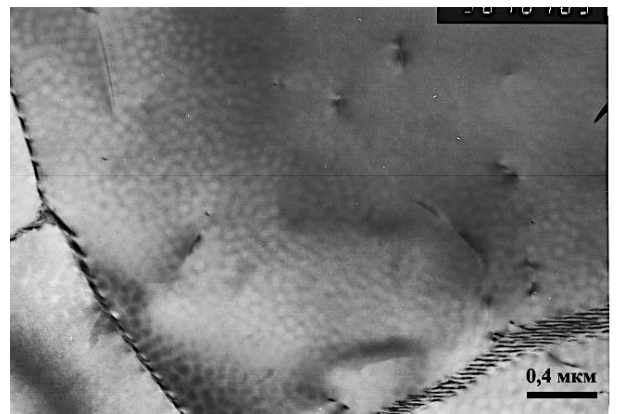
а



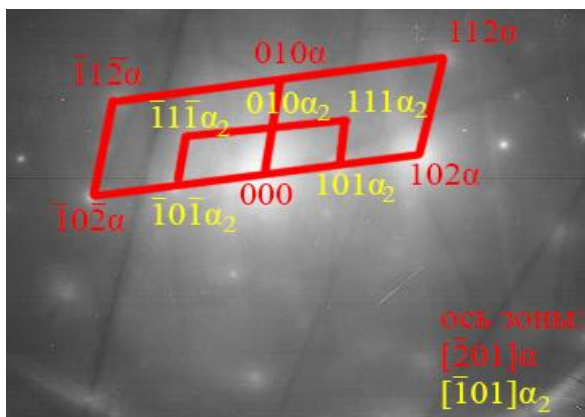
б



в



г



д



е

а, в, г – светлопольное изображение; б – электронограмма с «а» и схема ее расшифровки; д – электронограмма с «г» и схема ее расшифровки; е – темнопольное изображение в рефлексе (101) α_2 -фазы

Рисунок 3.16 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С с выдержкой 1 час, охлаждением на воздухе и последующим старением при температуре 900 °С в течение 1 часа

Проведенный РСА анализ показал зависимость изменения периодов решетки сплава Ti-17Al после старения при температурах 500 и 700 °С аналогичную изменениям периодов сплава Ti-26Al, с увеличением температуры старения происходит увеличение периода a и уменьшение периода c (таблица 3.3). Однако, рассчитанные параметры решетки обнаруженной α_2 -фазы существенно отличаются от известных литературных. Разница периодов может быть обусловлена отличием выявленной α_2 -фазы от стехиометрического состава в связи с широкой областью гомогенности существования α_2 -фазы на диаграмме Ti - Al.

Таблица 3.3 Значения периодов α_2 -фазы в сплаве Ti-17Al

Значения периодов α_2 -фазы, нм	Термическая обработка			Литературные данные [3]
	Нагрев 1200 °С воздух	Нагрев 1200 °С воздух + Старение 500 °С	Нагрев 1200 °С воздух + Старение 700 °С	
a	0,58	0,583	0,583	0,577
c	0,473	0,466	0,465	0,46

По данным работы [77] после низкотемпературной обработки опытных титановых сплавов системы Ti – Al – Sn – Zr – Mo – Si, содержащих до 12,5 ат. % Al в отдельных объемах наблюдалось упорядочение по гомогенному механизму. Как было показано выше в сплаве Ti-17Al непосредственно антифазных границ не наблюдалось, хотя в образцах, состаренных при 500 °С в течение 5 часов наблюдались рефлексы α_2 -фазы без наличия дисперсных частиц. Утверждение механизма выделения упорядоченной α_2 -фазы требует дальнейшего исследования.

Проведенные на данном этапе исследования не позволяют оценить механизмов зарождения упорядоченной интерметаллидной фазы, поскольку в процессе охлаждения на воздухе после гомогенизирующего отжига протекают процессы зарождения и роста. Поэтому в дальнейшем для их исключения было принято решение изменить режим охлаждения на закалку в воду.

Выводы

1. Проведение ДСК позволило уточнить температурные интервалы превращений, происходящих в системе Ti-Al для исследуемых сплавов, а также выявило температуры, процессы при которых были исследованы в работе.

2. Установлено, что отжиг сплава Ti-26Al при температурах 500 и 700 °C после нагрева на 1200 °C с охлаждением на воздухе приводит к совершенствованию упорядоченной структуры в твердом растворе, что подтверждается появлением завершенных антифазных границ, а образование упорядоченной фазы происходит по гомогенному механизму. С увеличением температуры отжига происходит изменение степени порядка, что подтверждается изменением периодов решетки Ti_3Al , а именно: увеличением периода a и уменьшением c .

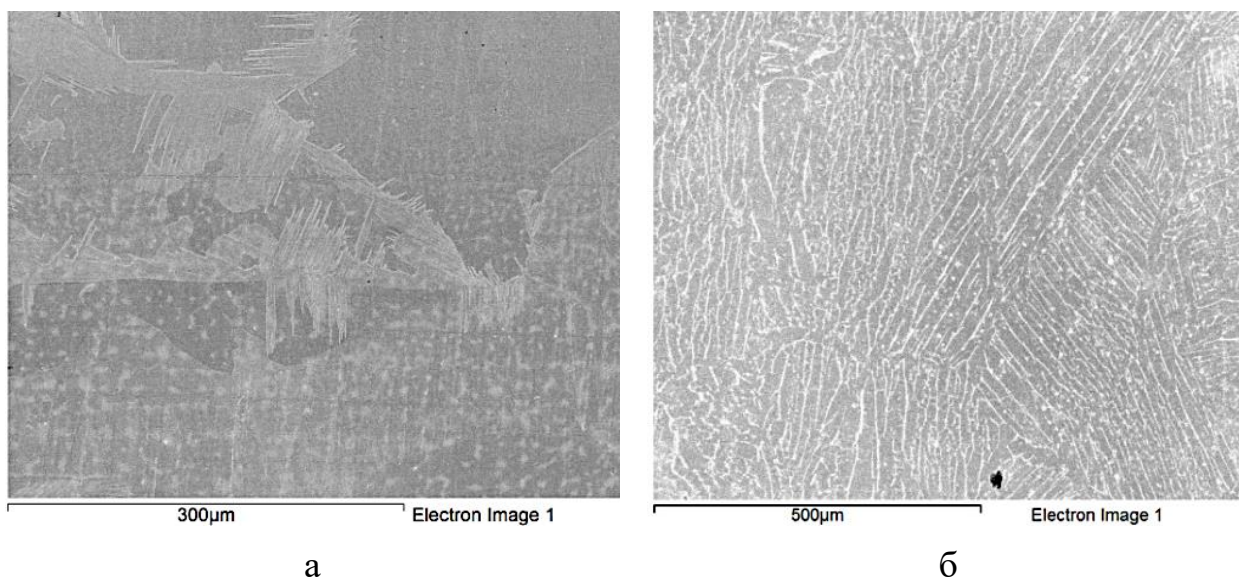
3. Проведение старения после нагрева на 1200 °C с охлаждением на воздухе сплава с меньшим содержанием алюминия Ti-17Al приводит к формированию дисперсных частиц, образующихся по гетерогенному механизму. Анализ изменения периодов решетки показал значительные отличия от табличных данных, что может быть обусловлено широкой двухфазной $\alpha+\alpha_2$ -областью и выделением в этом сплаве частиц, обогащенных по титану и обедненных по алюминию.

ГЛАВА 4 Влияние закалки из β - и α -областей на структуру и свойства состаренного Ti-17Al

4.1 Старение после закалки из β -области

Далее изучали влияние изменения скорости охлаждения после гомогенизирующего отжига перед последующим старением, а также увеличение времени старения на механизмы выделения интерметаллидной фазы.

Сравнивая микроструктуру образца с нагревом на 1200 °С, выдержкой 1 час и последующей закалкой в воде, и образца с нагревом на 1200 °С, выдержкой 1 час и последующим охлаждением на воздухе, можно отметить, что первый имеет мартенситную структуру (рисунок 4.1, а), а у второго же выявлена пластинчатая структура (рисунок 4.1, б), образованная очень тонкими пластинками. Доказательством этого служат результаты рентгеноструктурного фазового анализа (РСФА) (рисунок 4.2 и рисунок 4.3), а именно уширение линии на дифрактограмме для закаленного образца и разделение α -дуплета для образца, охлажденного на воздухе. Ширина линии на дифрактограмме образца в закаленном состоянии составляет более 1 градуса, в то время как после охлаждения на воздухе порядка 0,7-0,8 градуса.



а – охлаждение в воде; б – охлаждение на воздухе

Рисунок 4.1 Типичные микроструктуры сплава Ti-17Al нагрева на 1200 °С в течение часа с разными режимами охлаждения

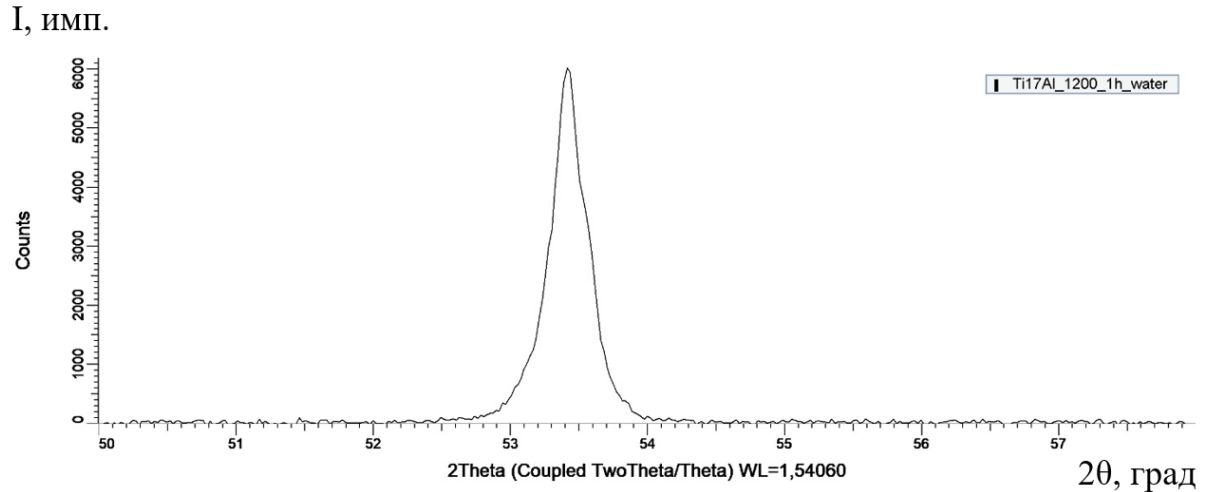


Рисунок 4.2 Участок дифрактограммы сплава Ti-17Al (линия $(102)_\alpha$) гомогенизации при 1200 °С, 1 ч с закалкой в воду

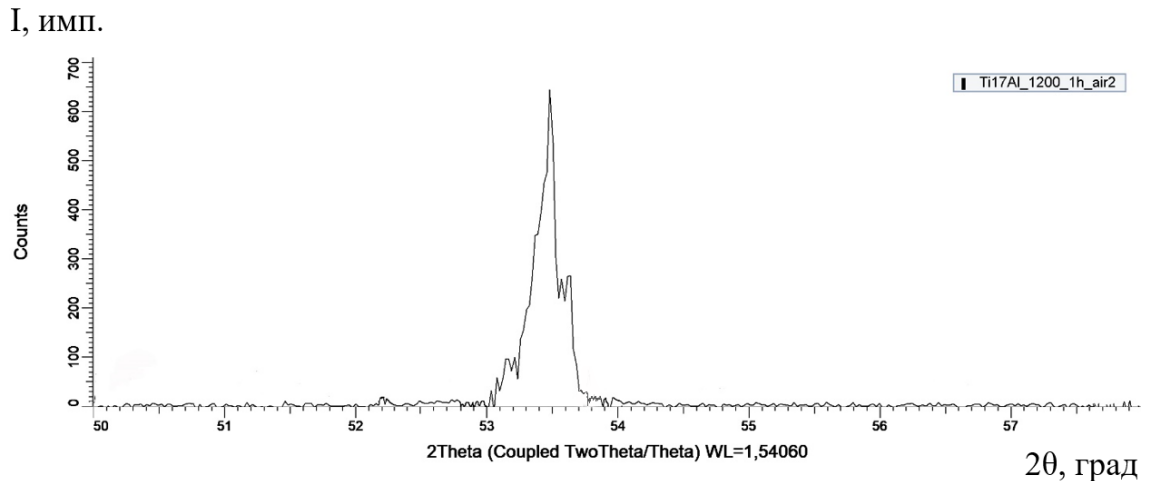
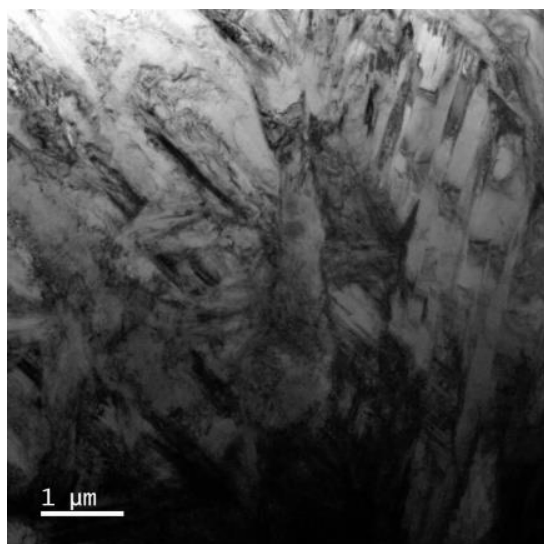
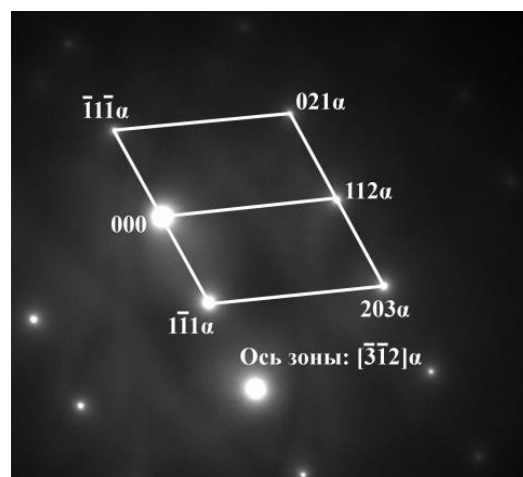


Рисунок 4.3 Участок дифрактограммы сплава Ti-17Al (линия $(102)_\alpha$) после гомогенизации при 1200 °С, 1 ч с охлаждением на воздухе

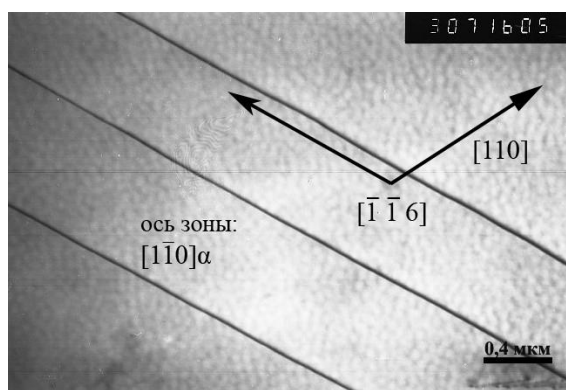
Электронно-микроскопические исследования также подтвердили, что в сплаве Ti-17Al после закалки в воду формируется мартенситная структура (рисунок 4.4, а). На изображениях микроструктуры образца после закалки с 1200 °С наблюдали тонкие пластины мартенсита, в которых фиксируется повышенная плотность дислокаций и отдельные двойники, на электронограммах рефлексов α_2 -фазы не наблюдали, а присутствуют только рефлексы от α (α') – фазы.



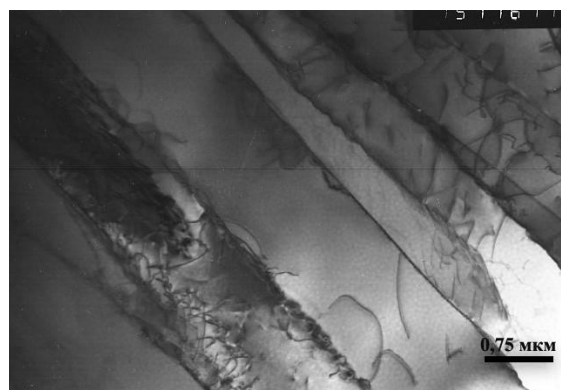
а



б



в



г

а, в, г– светлопольные изображения;

Рисунок 4.4 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 час с последующей закалкой в воде

В результате последующего старения при 500 °С, 10 ч было обнаружено, что увеличивается количество дислокационных скоплений, по сравнению с закаленным образцом. На электронограммах сплава присутствуют четкие сверхструктурные рефлексы α_2 -фазы (рисунок 4.5, б), что подтверждает наличие дисперсных частиц α_2 -фазы, однако получить темнопольные изображения этих частиц не удалось в силу их высокой дисперсности.

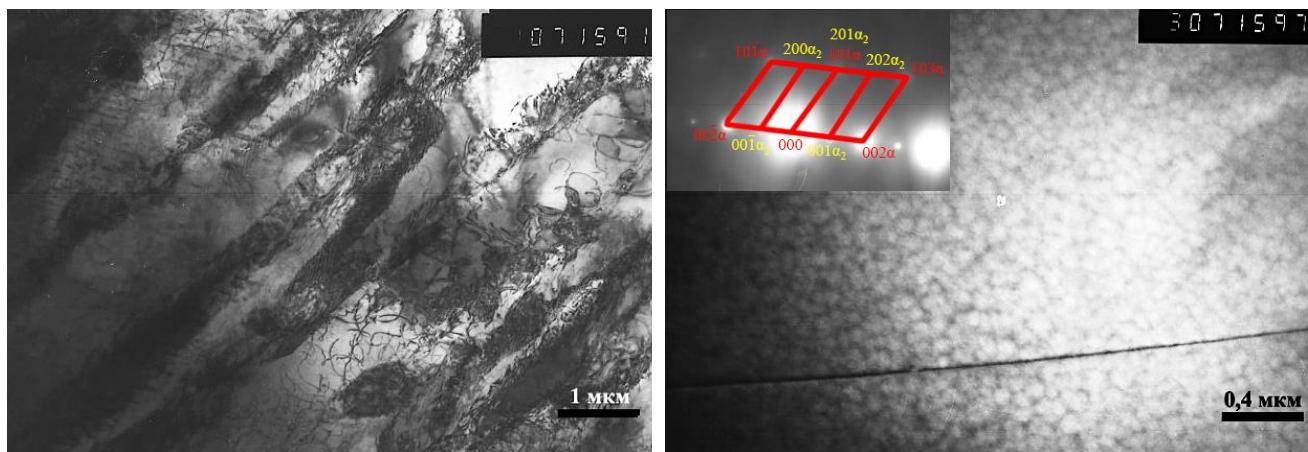
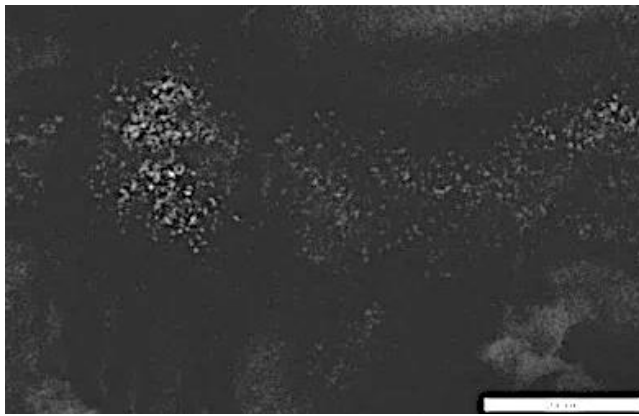


Рисунок 4.5 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 ч с последующим старением при 500 °С, 10 ч

Увеличение продолжительности старения до 50 часов приводит к росту размеров и объемной доли выделений α_2 -фазы. На темнопольных изображениях структуры наблюдаются равномерно распределенные в объеме зерен дисперсные частицы α_2 -фазы (рисунок 4.6, б, г), размер которых составляет 5...10 нм.

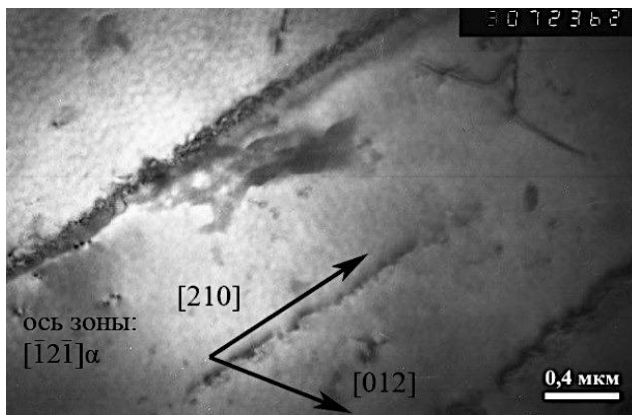
После последующего увеличения выдержки до 100 часов при старении продолжается выделение дисперсных частиц α_2 -фазы (рисунок 4.7, в, ж), а также на снимках микроструктуры наблюдали дефекты упаковки (рисунок 4.7, г) и сохраняется направленность, обусловленная исходной мартенситной структурой. В результате анализа выделяющихся дисперсных частиц установлено, что с увеличением времени выдержки при старении после закалки в воде их размер увеличивается от 5...10 нм при 50 ч до 10...15 нм при 100 ч.



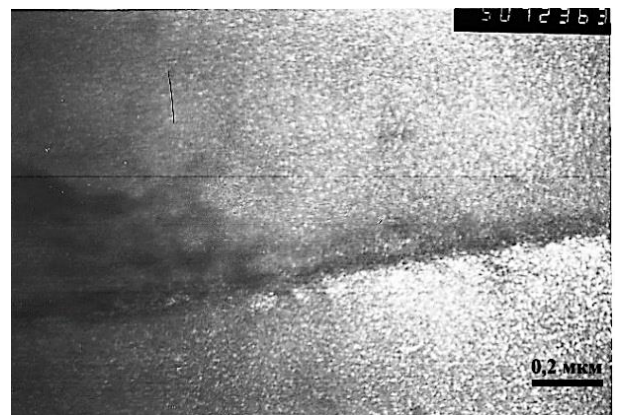
а



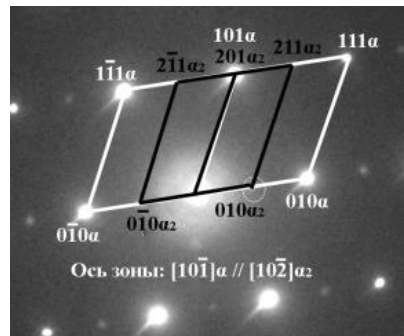
б



в



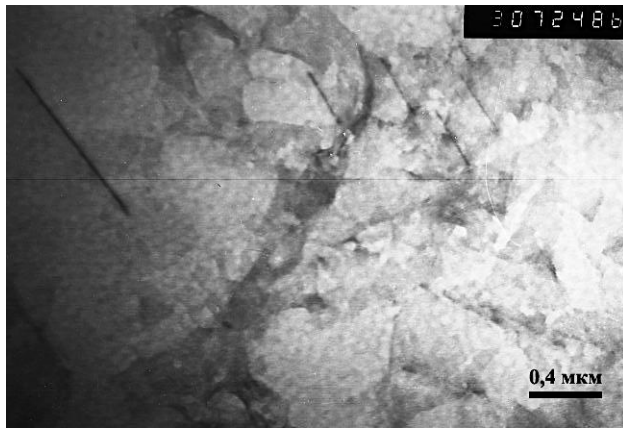
г



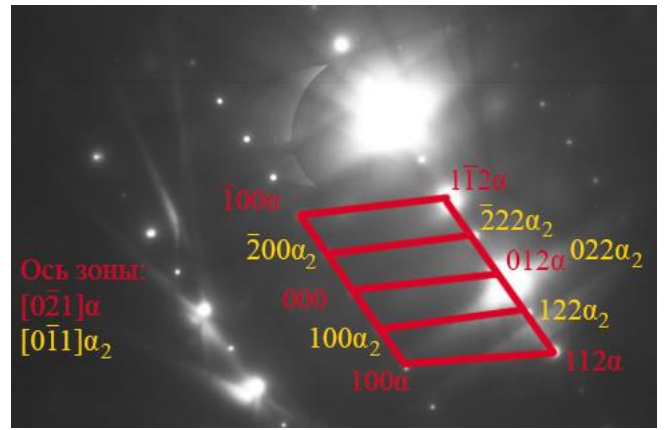
д

а - темнопольное изображение в рефлексе $(010)\alpha_2$; б – темнопольное изображение в рефлексе $(110)\alpha_2$; в – светлопольное изображение; г – темнопольное изображение в рефлексе $(022)\alpha_2$; д – электронограмма, соответствующая «б» и схема ее расшифровки;

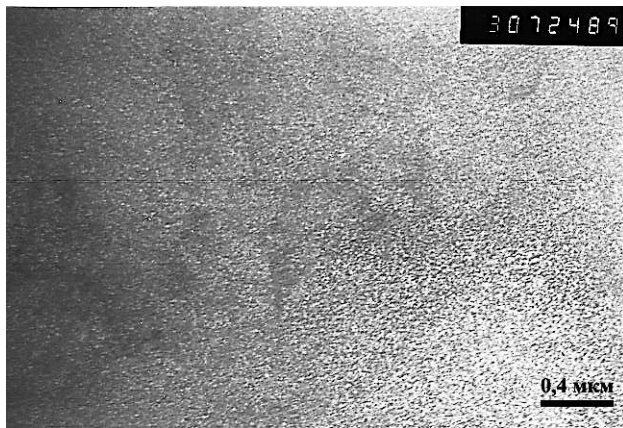
Рисунок 4.6 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на $1200\text{ }^\circ\text{C}$, 1 ч, закалкой и последующим старением при $500\text{ }^\circ\text{C}$, 50 ч



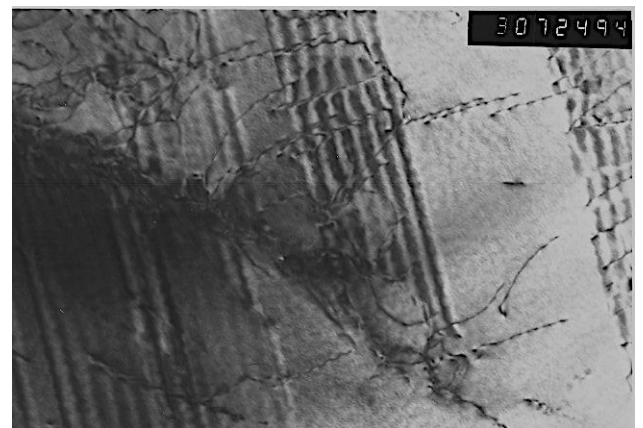
а



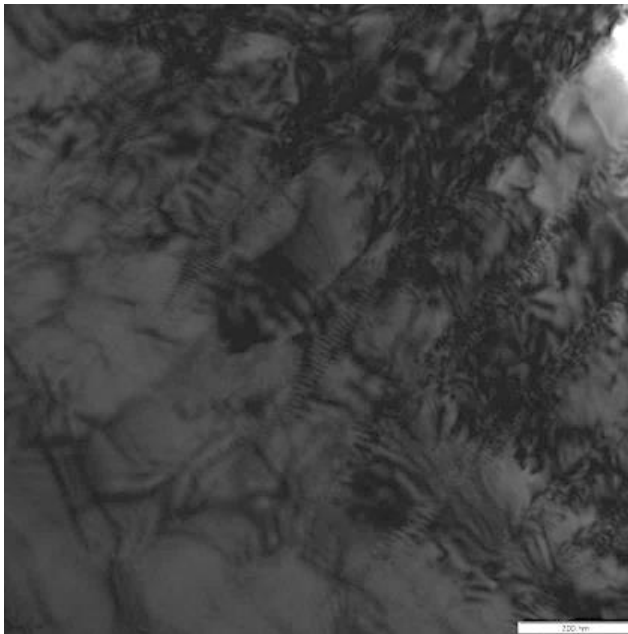
б



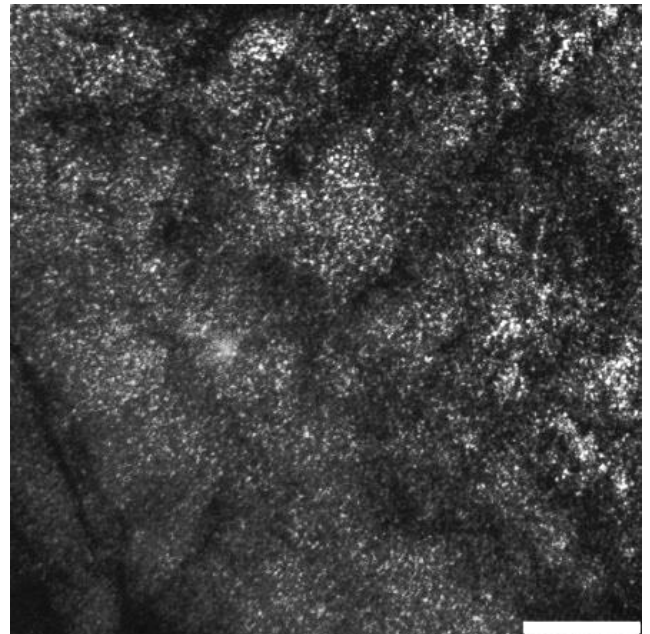
в



г



д

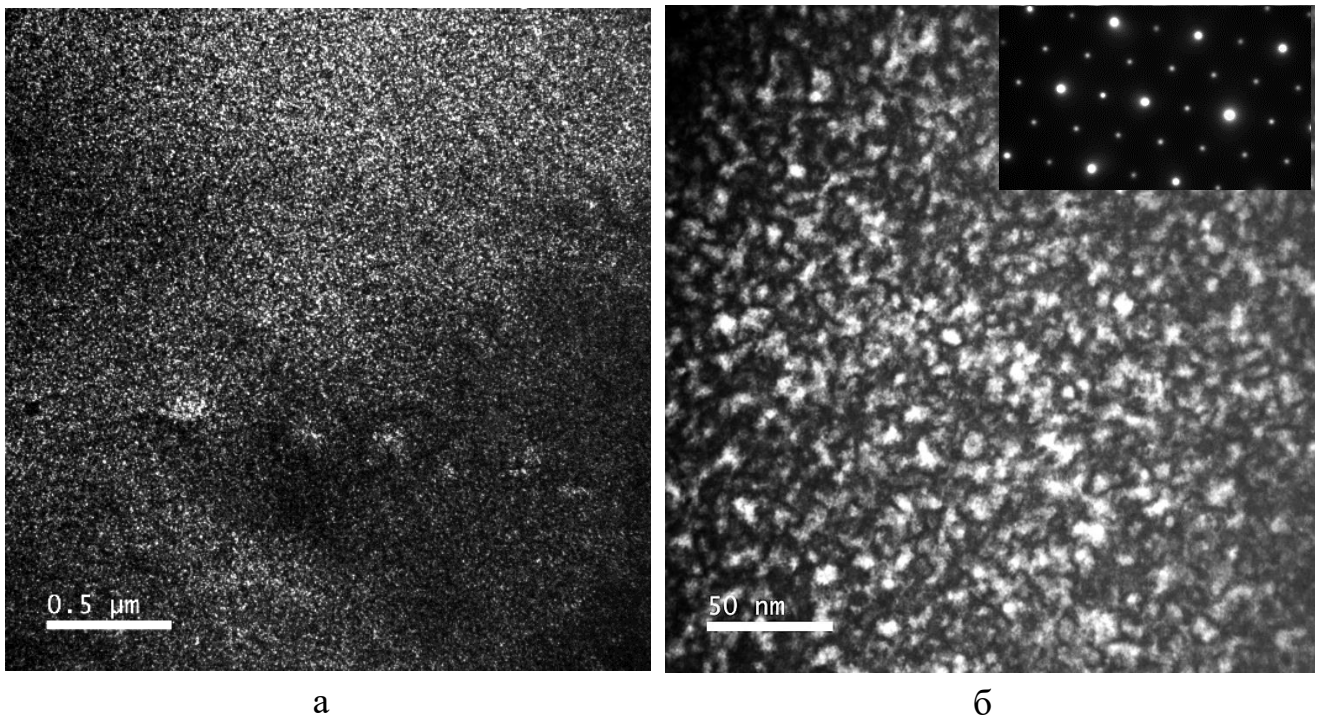


е

а, г, д – светлопольное изображение; б – электронограмма, соответствующая «а» и схема ее расшифровки; в, е - темнопольные изображения;

Рисунок 4.7 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 час, закалки и последующего старения при 500 °С, 100 ч

При дальнейшем увеличении времени старения до 150 часов средний размер частиц не превышает 15...20 нм (рисунок 4.8). Следует отметить, что при всех изученных временах выдержки, частицы, наблюдаемые после старения при температуре 500 °С, характеризуются размытыми границами, поэтому определение размеров частиц после указанных обработок может быть неточным. Однако такая тенденция изменения размеров при увеличении времени выдержки подтверждает параболический закон роста, характерный для диффузионных процессов, что типично для зарождения и роста.

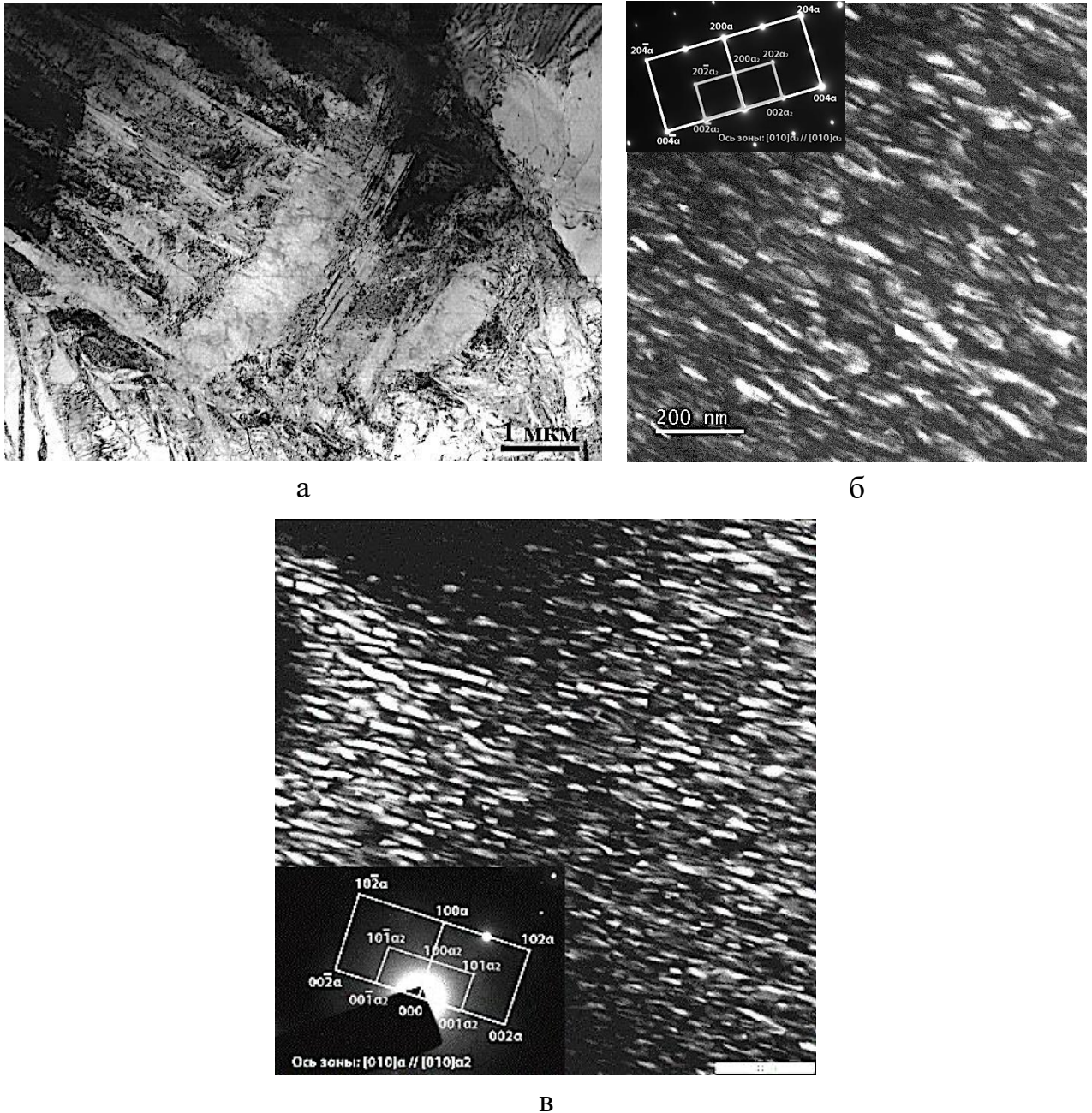


а, б – темнопольные изображения

Рисунок 4.8. Микроструктура сплава Ti-17Al закаленного с 1200 °С и состаренного при температуре 500 °С, 150 ч

Последующее повышение температуры старения до 700 °С с временем выдержки 150 часов показало, что происходит изменение формы дисперсных частиц с сферической на вытянутую и их размер составляет 110 нм в длину и 30 нм в ширину. Также наблюдаемые выделения обладают четкими границами. В тоже время в структуре изучаемого сплава в отдельных объемах сохраняется направленность, обусловленная мартенситной структурой (рисунок 4.9, а, б). Увеличение времени старения до 300 часов приводит к росту вытянутых частиц до

180...200 нм в длину и 50 нм в ширину (рисунок 4.9, в). Вытянутые частицы ориентированы относительно направления $[001]_{\alpha}$.



а, б – 150 часов; в – 300 часов

Рисунок 4.9. Микроструктура сплава Ti-17Al закаленного с температуры 1200 °С и состаренных при температуре 700 °С в течение различного времени

Анализ процессов роста при 500...650 °С позволяет утверждать, что частицы растут по закону, близкому к параболическому, однако их средний размер значительно меньше, чем это следовало ожидать при росте частиц, контролируемых только диффузией. Приближенная оценка коэффициента

диффузии, исходя из среднего размера частиц ($D = R^2/2t$) дает значения, которые на 8...9 порядков меньше, чем рассчитываемые значения, исходя из параметров диффузии алюминия в α -титане [78] (таблица 4.1). При этом, так как закон роста близок к параболическому, то можно утверждать, что рост частиц не контролируется границей раздела. С повышением температуры старения до 700 °С разница в коэффициентах диффузии становится несколько меньше (см. таблицу 4.1), но все равно составляет 8 порядков.

Таблица 4.1. Теоретические и экспериментальные коэффициенты диффузии.

Т старения, °С	D_T см ² / сек	D_3 см ² / сек
500 °С	0.32422×10^{-9}	0.44451×10^{-18}
650 °С	3.96816×10^{-9}	2.83655×10^{-18}
700 °С	7.7027×10^{-9}	6.39468×10^{-18}
850 °С	3.95278×10^{-8}	2.7777×10^{-12}

Следует отметить, что все рассмотренные температуры старения лежат ниже температуры упорядочения/разупорядочения, которая для сплава Ti-17Al, по данным разных авторов составляет 750...830 °С [33, 36, 43, 79, 80]. В этой связи было проведено старение сплава при 850 °С. В результате данной обработки происходит образование доменов, которые при анализе фольги при комнатной температуре являются упорядоченными областями α_2 -фазы, что подтверждается темнопольными изображениями в сверхструктурном рефлексе $(120)\alpha_2$. При последующем росте данных доменов возможно образование АФГ. Выделившиеся частицы имеют удлиненную форму с средним размером вдоль вытянутой оси 1,0...1,5 мкм (рисунок 4.10). В этом случае разница в значениях коэффициентов диффузии значительно меньше и не превышает 4 порядков (см. таблицу 4.1).

Значительное отличие расчетных и теоретических коэффициентов диффузии при старении ниже 850 °С по всей видимости связано с выделением упорядоченной интерметаллидной фазы. Вероятно, формирование и рост упорядоченной фазы происходит медленнее, чем неупорядоченной. В пользу этого говорит тот факт, что при повышении температуры старения выше, чем температура упорядочения

различие в величине коэффициентов сокращается, следовательно, рост частиц второй фазы начинает происходить более активно. Однако исследование структуры при комнатной температуре показывает, что выделения α_2 -фазы находятся в упорядоченном состоянии, что означает прохождение процессов упорядочения в сплаве, состаренном при 850 °С, происходит при охлаждении на воздухе после термической обработки.

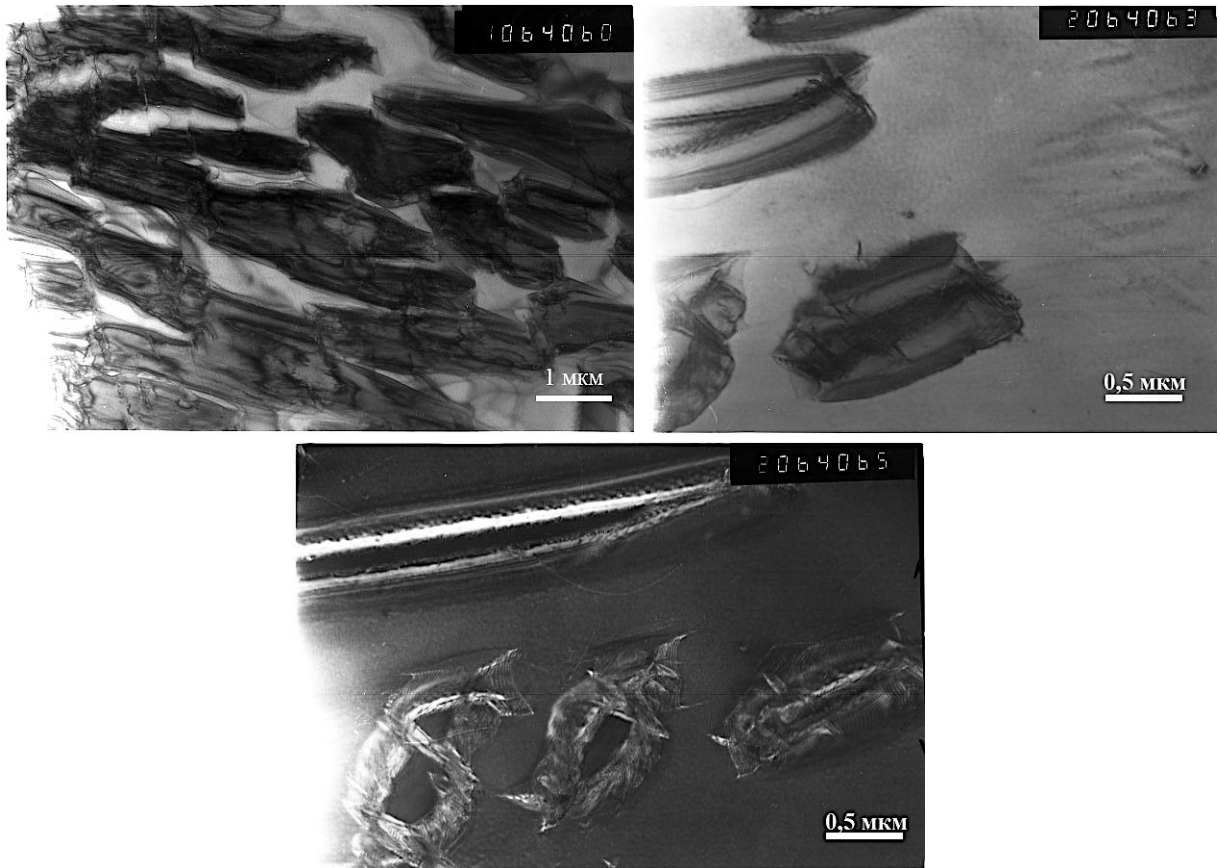


Рисунок 4.10 Микроструктура сплава Ti-17Al после закалки с 1200 °С и последующего старения при 850 °С, 1 ч

В свою очередь, повышение температуры старения сплава до 950 °С приводит к переходу сплава в однофазное α -состояние и растворению α_2 -фазы, однако встречаются области, в которых она сохраняется (рисунок 4.11). Это может быть обусловлено вышеупомянутой неоднородностью состава, то есть концентрация Al в этих областях может превышать 17 ат.%. При этом в отдельных объемах наблюдается пластинчатая структура, однако электронограммы однофазны, что подтверждает разупорядочение.

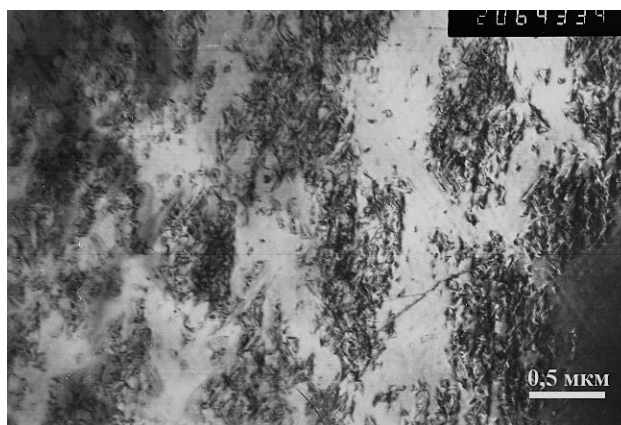


Рисунок 4.11 Микроструктура сплава Ti-17Al после закалки с 1200 °С и последующего старения при 950 °С, 1 ч

Из полученных результатов можно заключить, что в том случае, когда процесс выделения происходит при температурах выше температуры упорядочения, образование и рост частиц происходит по механизму зарождения и роста. В этом случае возрастает роль объемной диффузии, которая и контролирует процесс формирования двухфазной ($\alpha+\alpha_2$) – структуры. Полученные результаты находятся в удовлетворительном соответствии с данными работ [21-23], в которых также было показана смена механизмов образования α_2 -фазы в зависимости от температуры старения.

4.2 Процессы после обработки в однофазной α -области при 950 °С

Для того чтобы исключить влияние $\beta \rightarrow \alpha$ превращения на последующее образование α_2 -фазы была проведена обработка из α -области по двум различным вариантам:

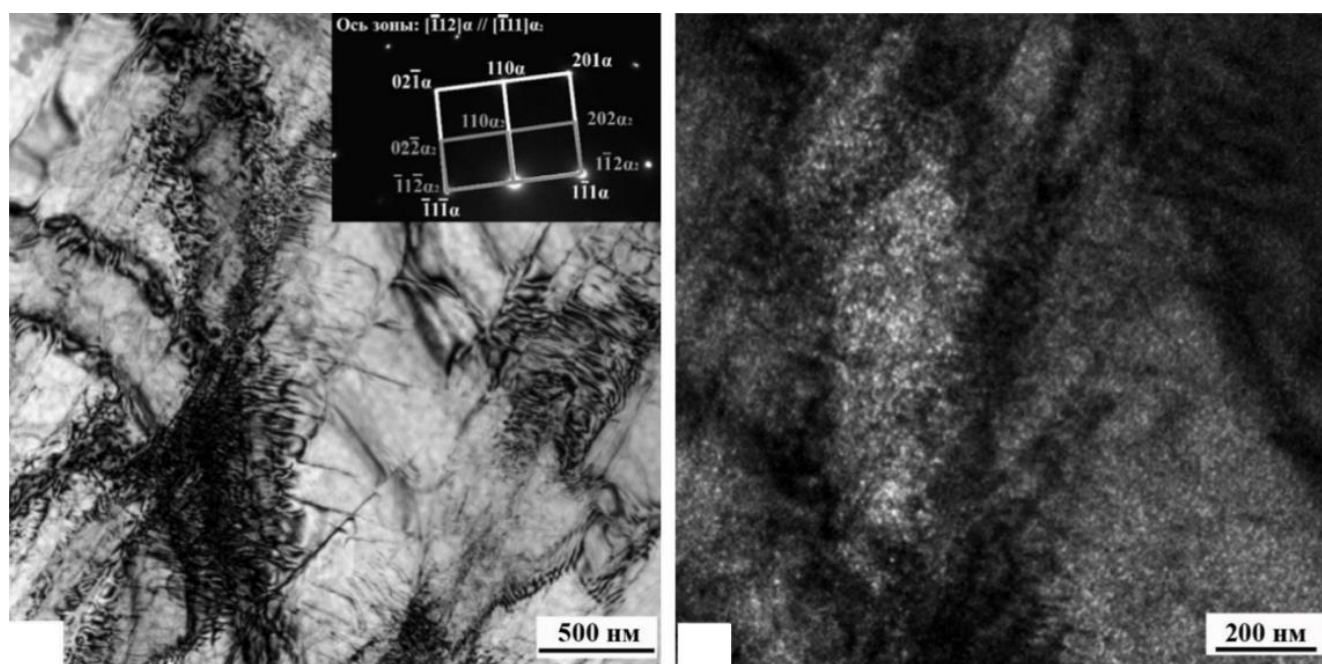
1. Изотермический распад переохлажденной α -фазы из однофазной α -области (с 950 °С) при 400, 500 и 600 °С в течение 10 часов.
2. Закалка с 950 °С с последующим старением при 500, 650 и 700 °С в течение 100, 150 и 300 часов.

Температуру нагрева 950 °С выбирали исходя из данных ДСК и литературных данных, которые свидетельствуют от однофазном α -состоянии.

4.2.1 Изотермический распад переохлажденной α -фазы из однофазной α -области при 400-600 °С

При проведении дальнейшего исследования механизмов выделения интерметаллидной фазы для первоначальной высокотемпературной обработки была выбрана температура однофазной α -области 950 °С, а последующими обработками переохлаждение и изотермическая выдержка при 400, 500, 600 °С с выдержками до 10 часов. Такой вариант термообработки предполагает возможность только $\alpha \rightarrow \alpha_2$ превращения.

В структуре образца после переохлаждения до 400 °С и последующей выдержки на темнопольных изображениях, полученных в сверхструктурных рефлексах α_2 -фазы, наблюдались мелкодисперсные частицы, а также присутствовали парные дислокации (рисунок 4.12).



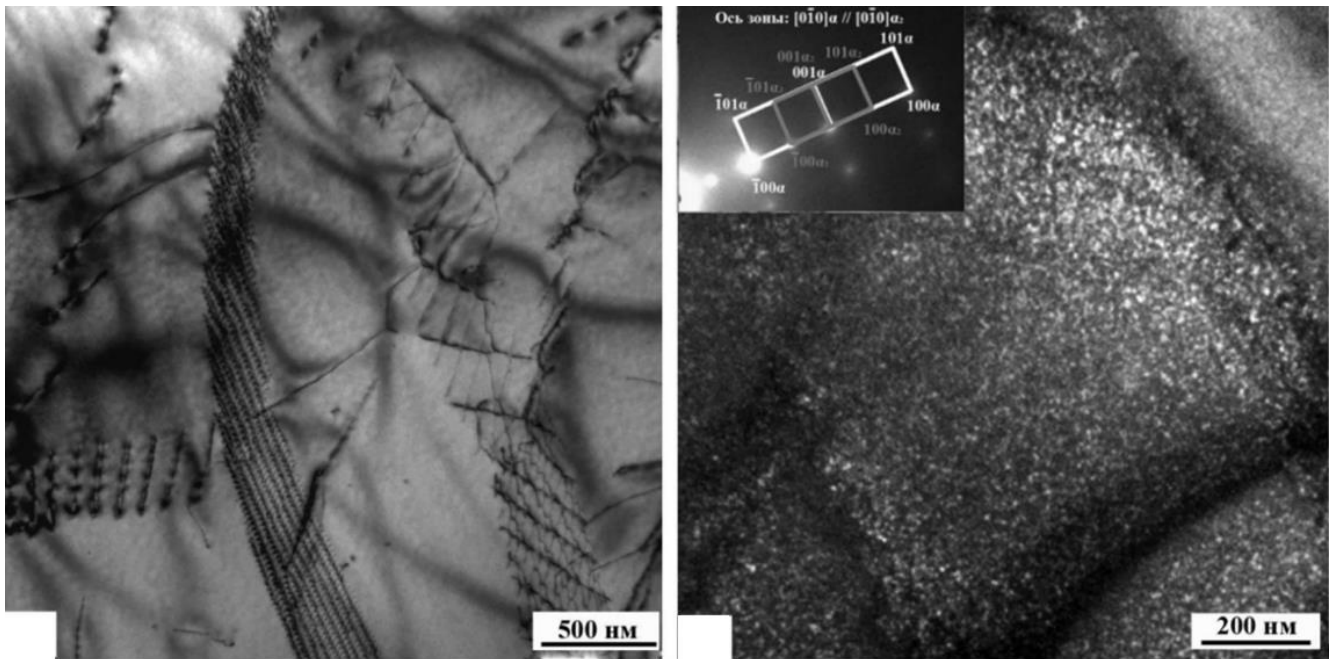
а

б

а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе $110\alpha_2$

Рисунок 4.12 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на $950\text{ }^\circ\text{C}$ и последующей изотермической выдержки при $400\text{ }^\circ\text{C}$, 10 ч

Повышение температуры переохлаждения и последующей выдержки до $500\text{ }^\circ\text{C}$ приводит к формированию полигональных сеток, которые не наблюдались при более низкой температуре, в структуре так же сохраняются парные дислокации и дисперсные частицы. Увеличение температуры выдержки способствует росту размеров дисперсных частиц и их объемной доли. Увеличение продолжительности выдержки при $500\text{ }^\circ\text{C}$ с 5 до 10 часов не приводит к значительным изменениям размеров частиц α_2 -фазы, равно, как и к другим изменениям в структуре образца (рисунок 4.13).



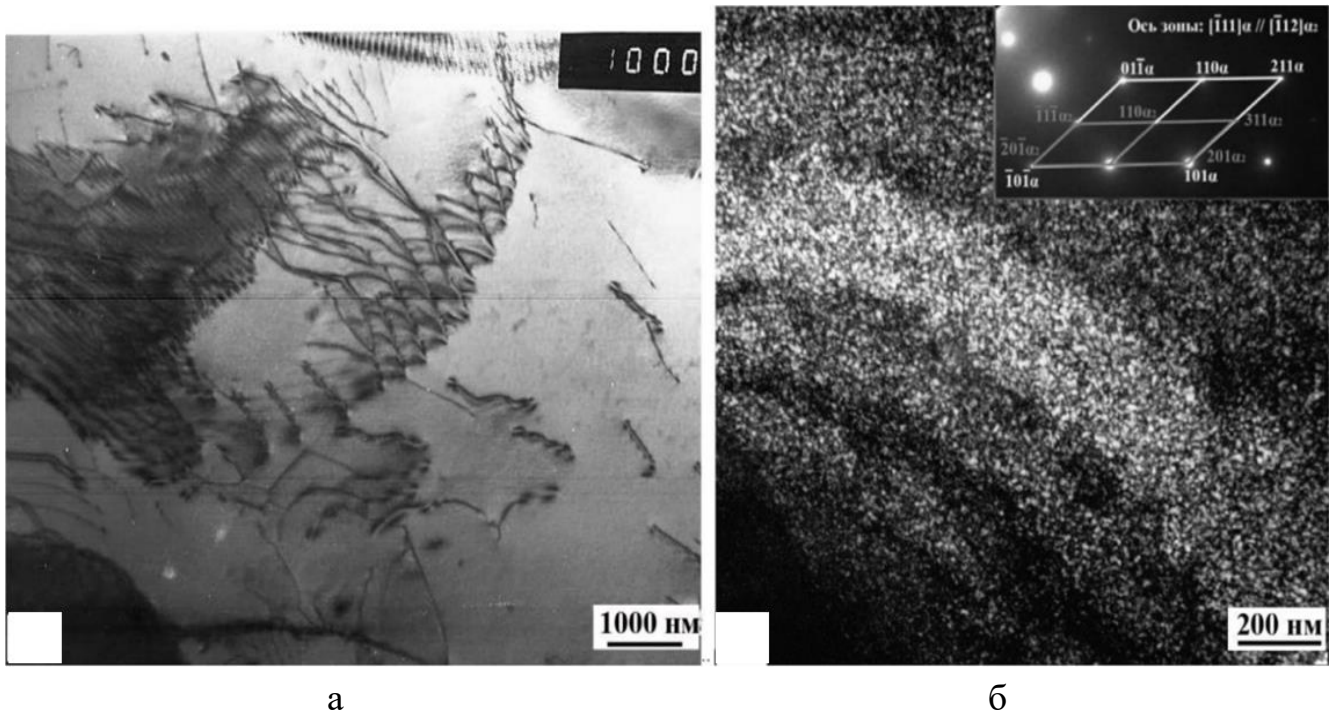
а

б

а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе $100\alpha_2$

Рисунок 4.13 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на $950\text{ }^\circ\text{C}$ и последующей изотермической выдержки при $500\text{ }^\circ\text{C}$, 10 ч

Дальнейший сравнительный анализ показал, что увеличение температуры переохлаждения до $600\text{ }^\circ\text{C}$ существенно не меняет микроструктуру образца исследуемого сплава Ti-17Al, а лишь приводит к дальнейшему увеличению размера и объемной доли дисперсных частиц α_2 -фазы (рисунок 4.14). Никаких признаков появления антифазных границ термического типа, а, следовательно, и смены механизма выделения интерметаллидной фазы на гомогенный с гетерогенного после рассмотренных обработок не наблюдали.



а – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе $\bar{1}1\bar{1}\alpha_2$
 Рисунок 4.14 Микроструктура сплава Ti-17Al после нагрева на 950 °С и последующей изотермической выдержки при 600 °С, 10 ч

Таким образом обработка сплава Ti-17Al из α -области (950 °С) с последующим старением или изотермической выдержкой при температурах 400...600 °С приводит к образованию дисперсных частиц упорядоченной α_2 -фазы, по механизму зарождения и роста зародышей. Однако, наличие в структуре α -твердого раствора парных дислокаций свидетельствует о протекании процессов упорядочения, как фазовых превращений второго рода. Следовательно, при рассматриваемых обработках могут одновременно реализовываться оба механизма образования двухфазной $\alpha+\alpha_2$ структуры. Для более углубленного изучения этого момента проводили исследования процессов старения закаленного сплава с использованием высокоразрешающего электронного микроскопа «Теспаі G² 30».

В результате этого можно судить о том, что в сплаве Ti-17Al изменение режима термической обработки от процесса старения на изотермическую выдержку при температурах 400...600 °С после высокотемпературной обработки не приводит к изменению механизма образования частиц α_2 -фазы и оно происходит

как фазовое превращение зарождения и роста. При этом наблюдаемые в структуре α -твердого раствора парные дислокации свидетельствуют о протекании процессов упорядочения, как фазовых превращений второго рода.

4.2.2 Проведение старения после закалки из α -области

На следующем этапе исследований температура нагрева под закалку была понижена с 1200 до 950 °С для проведения ТО выдержка при старении от 100 до 300 часов.

Исследование показало, что после закалки из однофазной α -области с температуры 950 °С на микроэлектроннограммах наблюдаются рефлексы как от матричной фазы α , так и относительно слабые рефлексы α_2 -фазы (рисунок 4.15). Проведение микроскопического исследования при больших увеличениях выявило, что в процессе старения в структуре формируются небольшие области, размером несколько нанометров (5...10 нм) (рисунок 4.15, б), которые могут соответствовать областям, в которых возможно формирование α_2 -фазы. Границы этих областей сильно размыты, что может быть косвенным свидетельством протекания процесса упорядочения по механизму фазового превращения второго рода (гомогенное превращение).

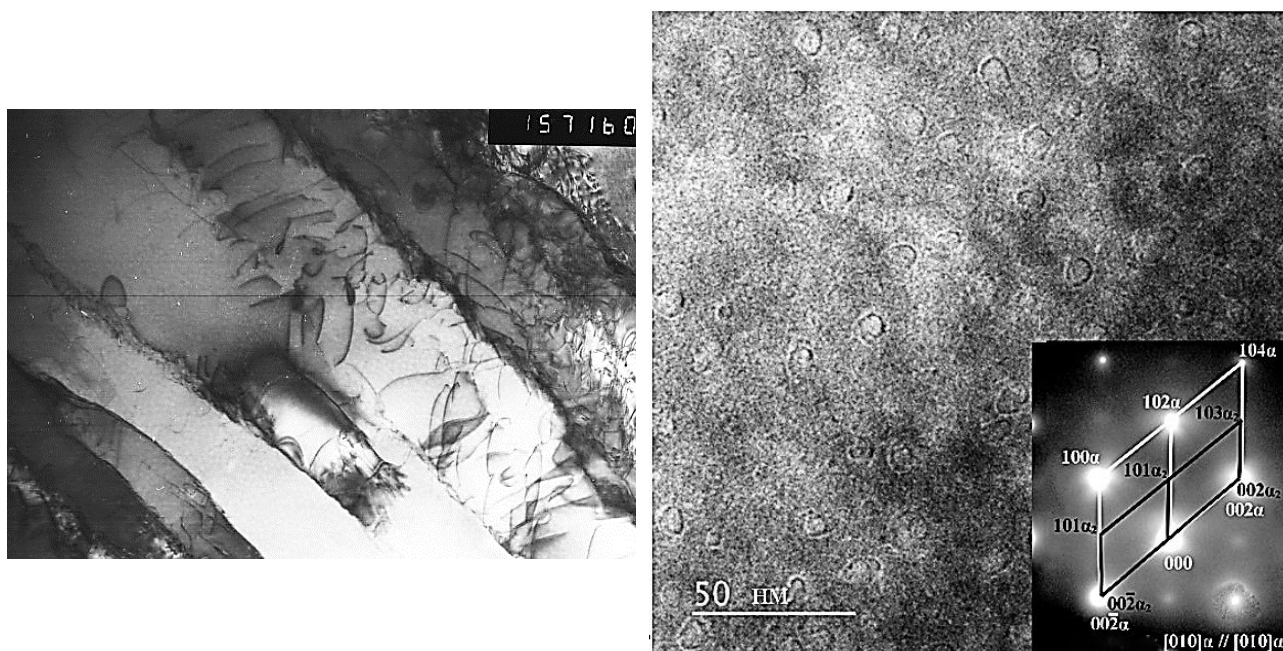
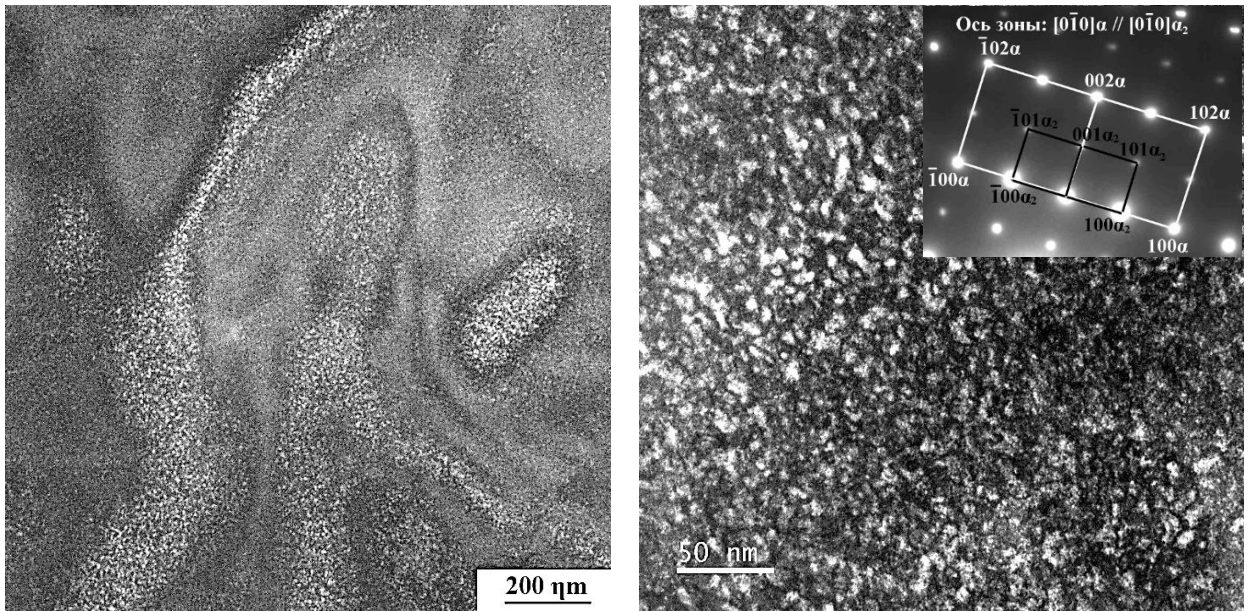


Рисунок 4.15. Микроструктура сплава Ti-17Al закаленного с 950 °С, 1 ч

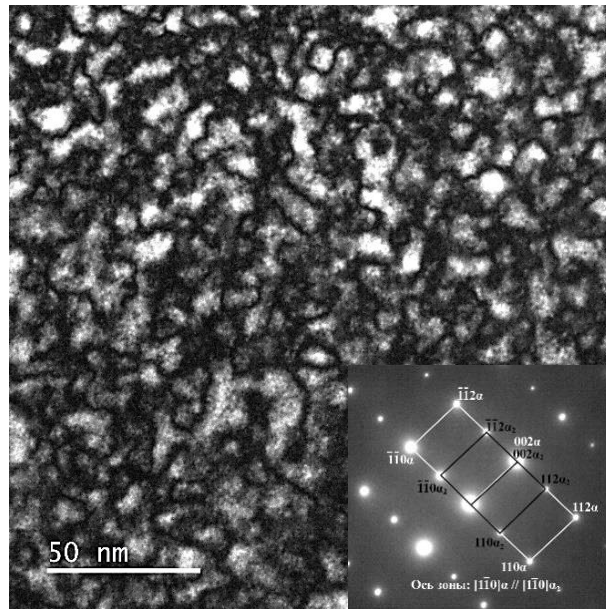
Для дальнейшего исследования механизмов выделения α_2 -фазы закаленные образцы были состарены при температурах 500...700 °С. Проведение электронно-микроскопического исследования выявило, что в процессе старения формируется двухфазная ($\alpha+\alpha_2$) структура. Частицы исследуемой интерметаллидной α_2 -фазы формируются равномерно по телу зерна в виде относительно равноосных выделений (рисунок 4.16, а, б) независимо от того с какой исходной температуры были закалены образцы. Так в образцах, закаленных с 950 °С практически не наблюдается роста частиц, сформировавшихся при старении в течение 100 часов. После 150 часовой выдержки их размер сохраняется на уровне 10...12 нм (рисунок 4.16, в). Интенсивность рефлексов от α_2 -фазы на электронограммах и яркость частиц на темнопольных изображениях увеличивается. Учитывая то, что при температуре 500 °С не происходит значительного изменения размера выделений и границы раздела α/α_2 сильно размыты, можно считать, что протекает гомогенное превращение и механизм процесса близок к спинодальному.

Повышение температуры старения до 650 °С, в образцах, закаленных с 950 °С, приводит к увеличению размеров частиц выделяющейся интерметаллидной фазы, а также изменению их формы (рисунок 4.17). Так после выдержки в течение 150 часов частицы характеризуются вытянутой эллипсовидной формой и средним размером порядка 60 нм (по большей оси) и 15 нм (по меньшей).



а

б



в

а – 100 часов, б – 150 часов

Рисунок 4.16 Микроструктура сплава Ti-17Al закаленного с 950 °С и состаренного при 500 °С в течение:

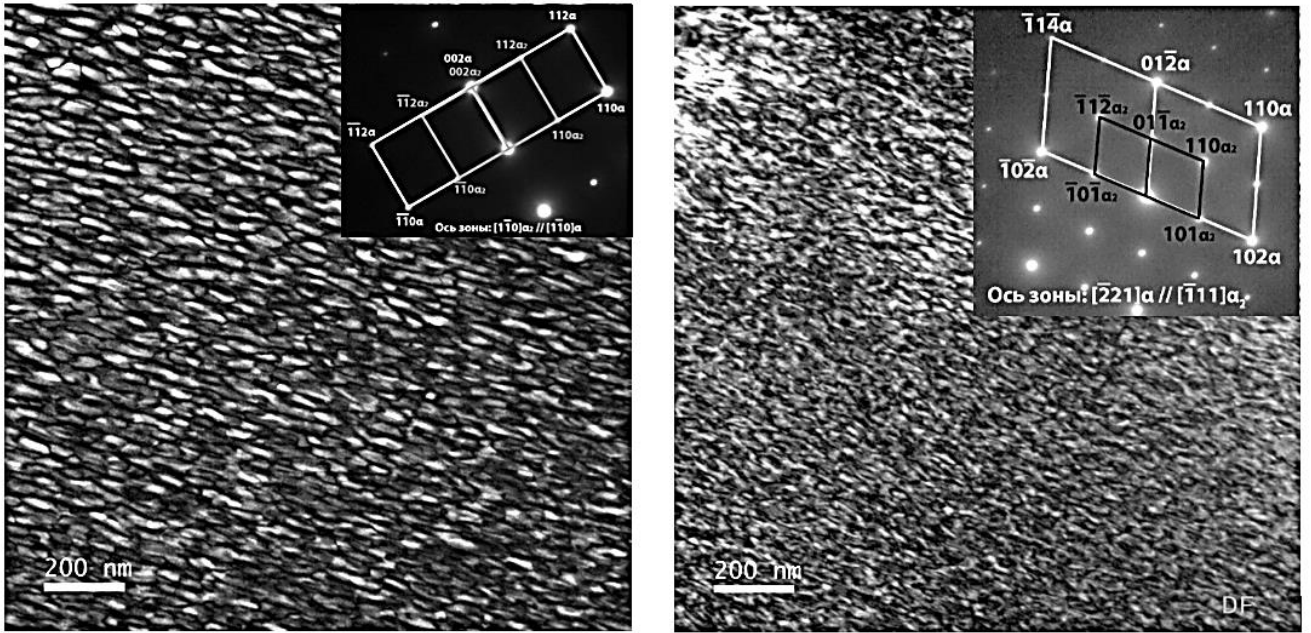


Рисунок 4.17 Микроструктура сплава Ti-17Al закаленного с 950 °С и состаренного при 650 °С, 150 ч

После более длительного старения с увеличением времени старения до 300 часов при температуре 650 °С продолжается рост вытянутых частиц (рисунок 4.18), размер которых увеличились до 65 нм и 25 нм по большей и меньшей оси соответственно.

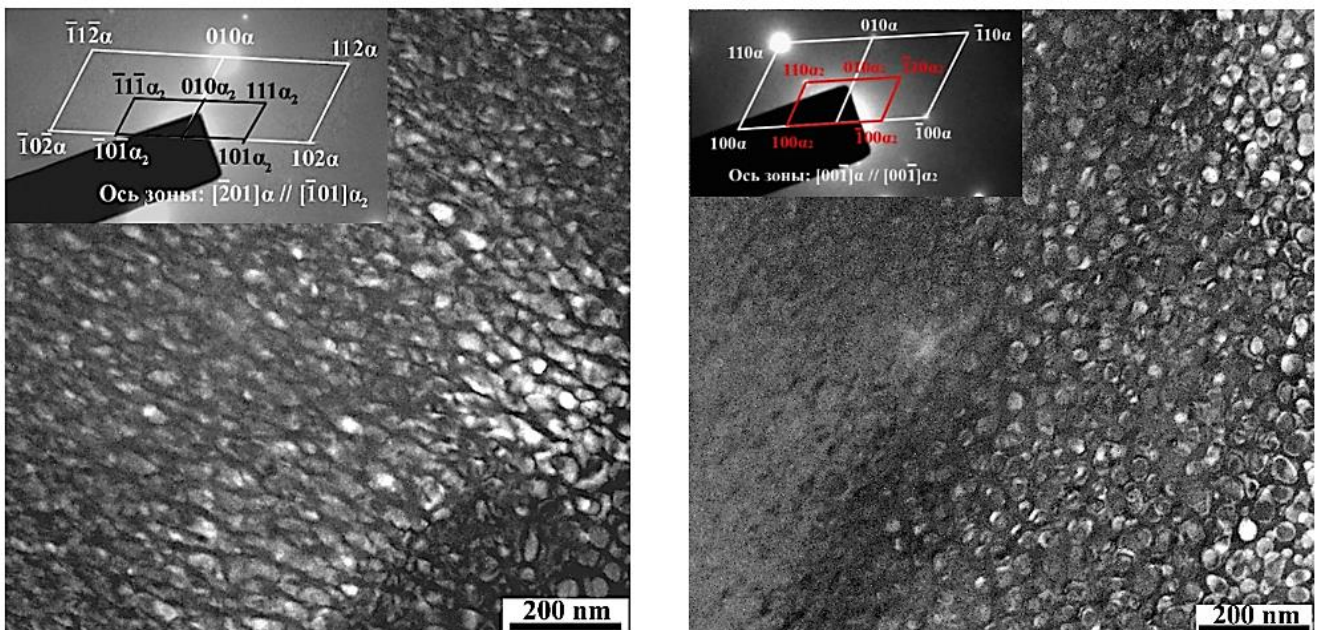
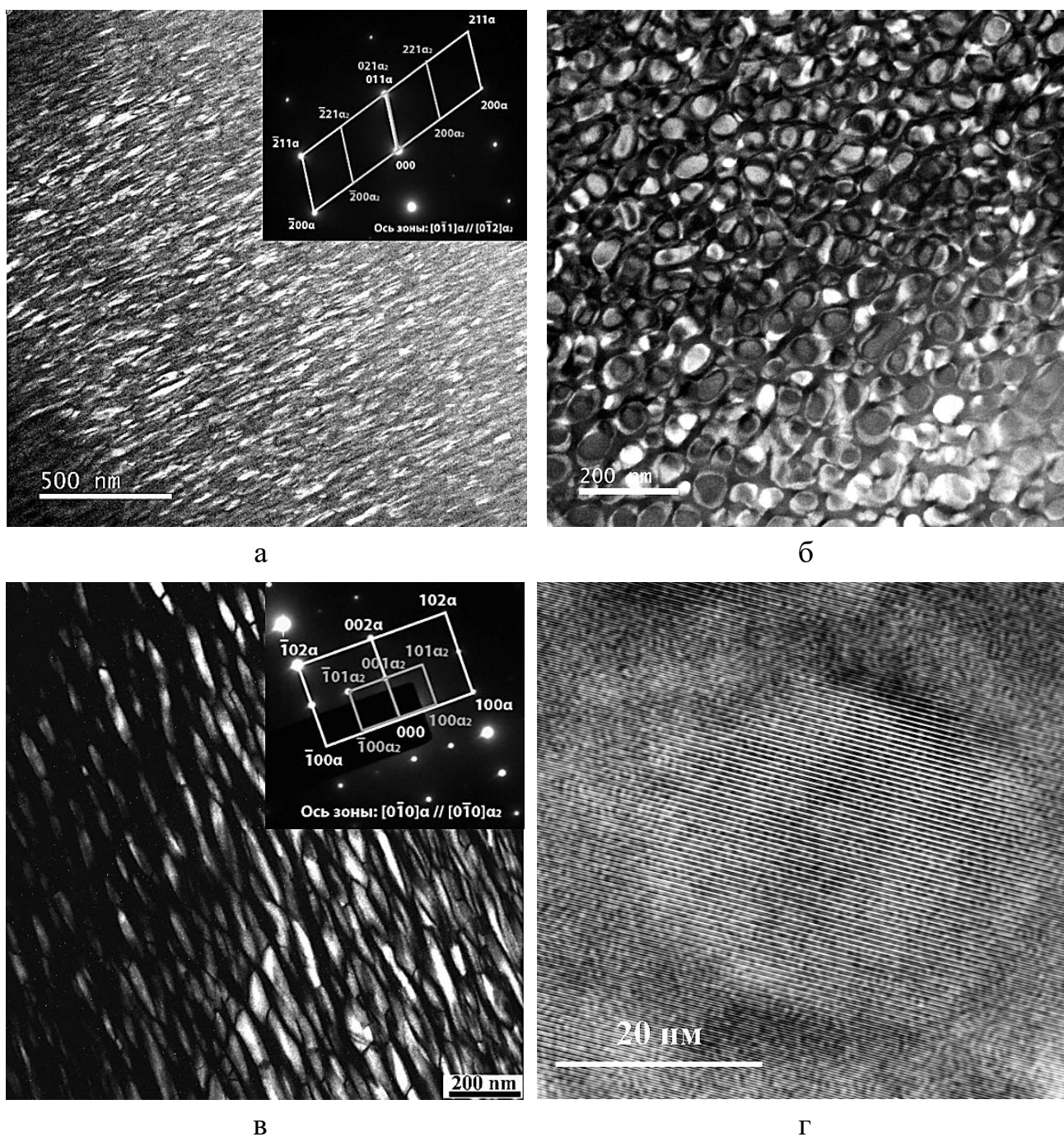


Рисунок 4.18 Микроструктура сплава Ti-17Al закаленного с 950 °С и состаренного при 650 °С, 300 ч

Дальнейшее повышение температуры старения до 700 °С ведет к тому, что размеры частиц вытянутой формы увеличиваются примерно до 80 нм в длину и 40 нм в ширину (150 часов выдержки). Частицы преимущественно ориентированы вдоль направления $[100]_{\alpha}$ (ось $[0\bar{1}1]_{\alpha} // [0\bar{1}2]_{\alpha_2}$) (рисунок 4.19, а). При увеличении времени старения до 300 часов при данной температуре в структуре наблюдали вытянутые частицы ориентированные относительно направления $[001]_{\alpha}$ (ось зоны $[0\bar{1}0]_{\alpha} // [0\bar{1}0]_{\alpha_2}$) (рисунок 4.19, б, в), средний размер которых составлял порядка 130×55нм. Также при изменении ориентировки фольги на перпендикулярную наблюдаются равноосные выделения, средний размер которых составлял 55 нм ($[00\bar{1}]_{\alpha} // [00\bar{1}]_{\alpha_2}$). Следует отметить, что границы раздела α/α_2 после старения при этой температуре достаточно тонкие. Проведение исследования при помощи микроскопии высокого разрешения показало, что граница α/α_2 сохраняет свою когерентность даже для частиц достаточно крупных размеров (рисунок 4.19, г).

Результаты кристаллографического анализа показали, что в структуре образцов, состаренных при температуре 700 °С в течение 300 часов, вне зависимости от температуры с которой выполнялась предшествующая закалка, наблюдаемые эллипсоиды упорядоченной фазы Ti_3Al ориентированы вдоль направления $[001]_{\alpha}$. Полученные результаты микроструктурных исследований и кристаллографического анализа хорошо согласуются с ранее опубликованными работами. Так в свою очередь в работе [36] было показано, что при длительном старении в сплавах $Ti-13Al$ ат.% и $Ti-18Al$ ат.% частицы α_2 -фазы изначально имеющие равноосную форму и сохраняют ее примерно до 50 нм, и в дальнейшем вытягиваются с образованием эллипсоидов с большой осью, лежащей вдоль направления $[001]$.



а – 150 часов; б, в, г – 300 часов

Рисунок 4.19 Микроструктура сплава Ti-17Al закаленного с 950 °С и состаренного при 700 °С с различными выдержками

Следует отметить, что при длительных выдержках размер частиц был сопоставим или даже превышал свободное расстояние между частицами. Так, например, после старения при 500 °С при размере частиц порядка 10 нм расстояние между краями частиц составляет 10...15 нм, а после старения при 700 °С при размере частиц порядка 50 нм расстояние между частицами не превышало 10...20

нм. В такой структуре невозможно взаимодействие скользящих дислокаций с частицами по механизму Орована и упрочнение сплава обусловлено аддитивным влиянием двух фазовых составляющих. При проведении термообработок с закалкой после обработки в α -области по-видимому происходит спинодальный распад, усугубление которого происходит при последующем старении.

4.3 Влияние режимов термической обработки на механические свойства

На следующем этапе было проведено исследование влияния температур предварительной закалки и последующего старения на механические свойства изучаемого сплава. Первоначально были проведены измерения микротвердости исследуемых образцов.

Анализ значений микротвердости показал, что она повышается при проведении старения по сравнению с показателем, полученным после закалки (320 HV), в то время как при увеличении температуры старения образцов, закаленных с 950 °С, твердость изучаемых образцов не существенно понижается (см. таблицу 4.2). Данная тенденция подтверждает, что в ходе старения происходит дисперсионное твердение образца за счет выделения второй интерметаллидной фазы. При повышении температуры старения незначительное понижение показателей твердости вероятно происходит из-за укрупнения частиц второй фазы и образовании в конечном итоге антифазных границ термического типа.

Таблица 4.2 Значения твердости и модуля упругости для сплава Ti-17Al после различных термических обработок

Обработка	Твердость, HV	E, ГПа
950 °С 1 ч; закалка	320±10	118±2
950 °С 1 ч; закалка 500 °С 300 ч	361±10	121±2
950 °С 1 ч; закалка 650 °С 300 ч	356±10	117±2
1200 °С 1 ч; закалка	343±10	116±2
1200 °С 1 ч; закалка 500 °С 300 ч	325±10	112±2
1200 °С 1 ч; закалка 650 °С 300 ч	326±10	113±2

Стоит заметить, что твердость образцов закаленных с 1200 °С (однофазная β -область) после проведения старения как при 500, так и 650 °С находится на одном

уровне, и снижается по сравнению с показателями, полученными после закалки, с 343 до 325 HV. Снижение твердости, как и понижение прочностных характеристик обусловлено распадом мартенсита, полученного при предварительной закалке.

Измерение модуля упругости показало, что закаленные с 950 °С образцы обладают более высокими значениями модуля упругости, чем закаленные с 1200 °С (120 ГПа и 113 ГПа соответственно). Данная разница может быть обусловлена большей объемной долей выделяющейся интерметаллидной фазы Ti_3Al в сплаве, закаленном из α – области. поскольку модуль упругости для чистого титана находится вблизи значения 110 ГПа, а для α_2 -фазы порядка 140...150 ГПа.

На следующем этапе были проведены механические испытания при сжатии. Для испытаний использовали образцы, закаленные с температур 950 и 1200 °С с выдержкой 1 час, а также образцы с последующим старением при температурах 500 и 650 °С в течении 300 часов (рисунок 4.20-4.23).

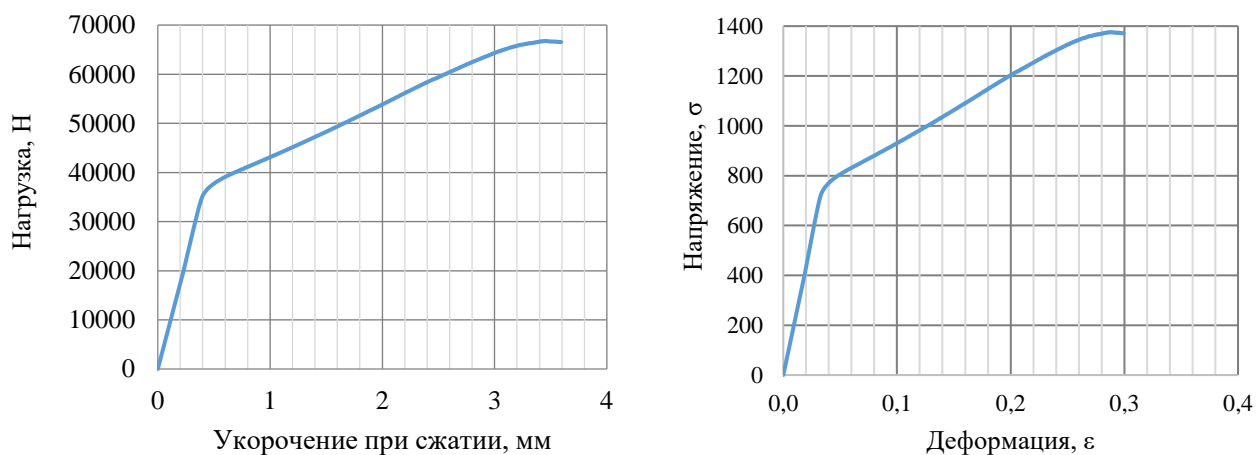


Рисунок 4.20 Кривые сжатия образцов сплава Ti-17Al после нагрева на 950 °С, 1 час закалки и старения 500 °С 300 часов

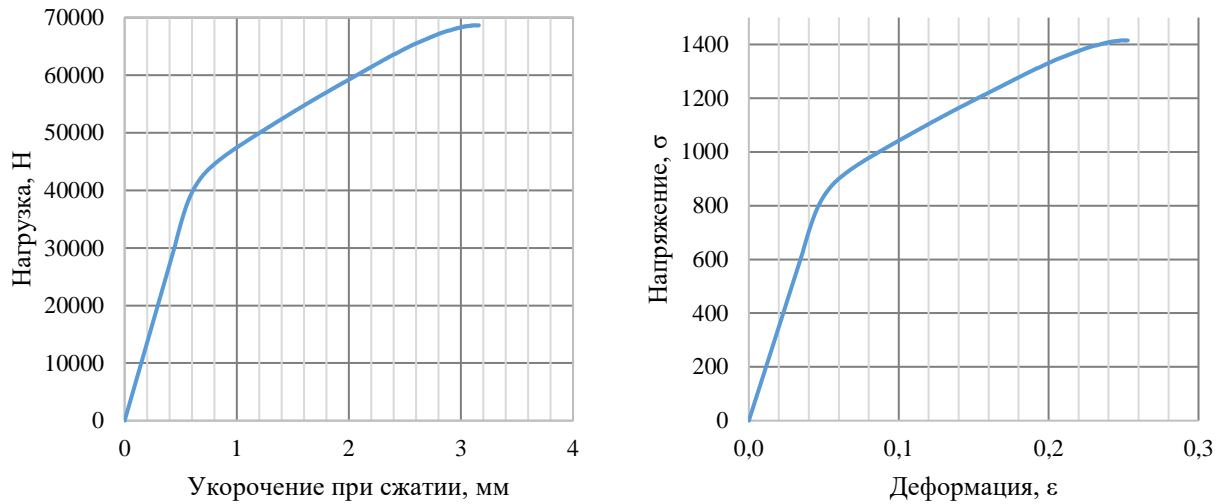


Рисунок 4.21 Кривые сжатия образцов сплава Ti-17Al после нагрева на 950 °С, 1 час закалки и старения 650 °С 300 часов

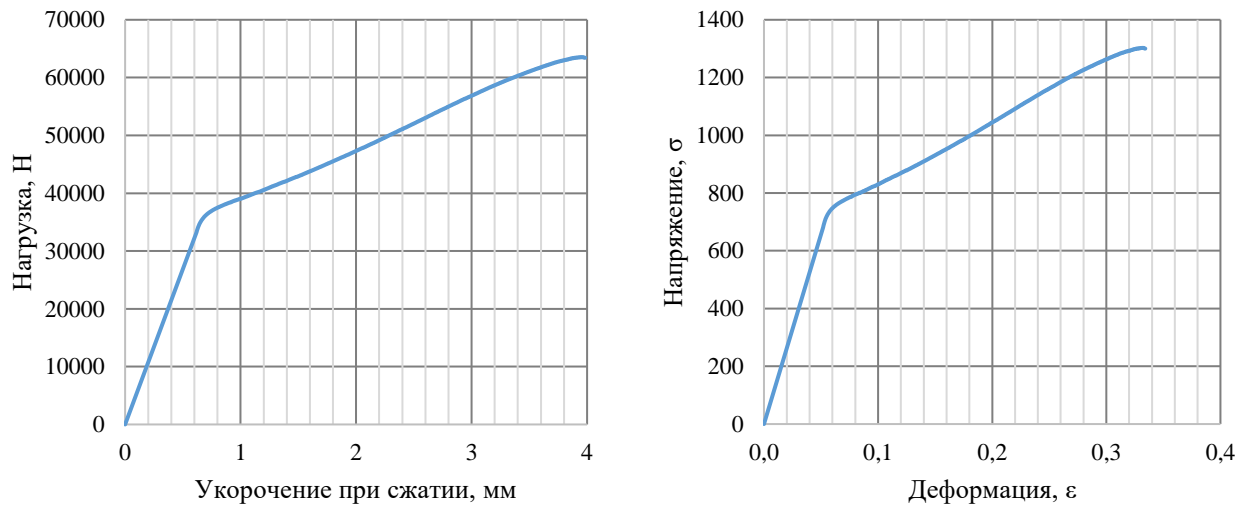


Рисунок 4.22 Кривые сжатия образцов сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 час закалки и старения 500 °С 300 часов

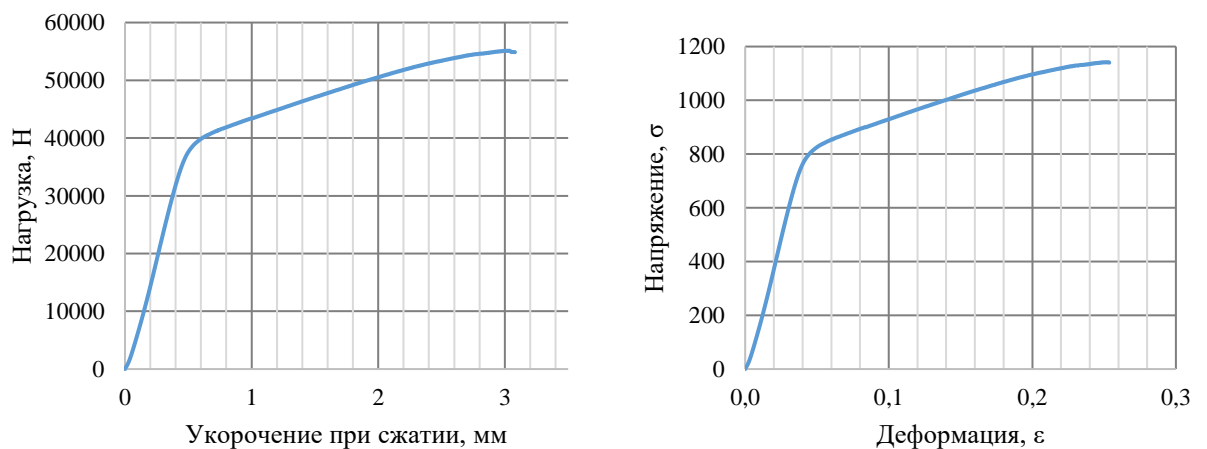


Рисунок 4.23 Кривые сжатия образцов сплава Ti-17Al после нагрева на 1200 °С, 1 час закалки и старения 650 °С 300 часов

Таблица 4.3 Показатели пределов текучести, прочности и деформационного упрочнения сплава Ti-17Al по результатам испытаний при сжатии после различных термических обработок

Обработка	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Деформационное упрочнение
950 °С 1 ч; закалка	720±25	1385±25	1,92
950 °С 1 ч; закалка 500 °С 300 ч	710±25	1375±25	1,94
950 °С 1 ч; закалка 650 °С 300 ч	800±25	1415±25	1,77
1200 °С 1 ч; закалка	640±25	1285±25	2,01
1200 °С 1 ч; закалка 500 °С 300 ч	725±25	1300±25	1,79
1200 °С 1 ч; закалка 650 °С 300 ч	750±25	1160±25	1,55

В результате проведения испытаний при сжатии установлено, что предел текучести и предел прочности образцов, закаленных с температуры 950 °С возрастает при увеличении температуры старения. Рост прочностных свойств может быть обусловлен появлением дисперсных частиц и торможением дислокаций, а в дальнейшем увеличением размеров и объемной доли выделений интерметаллидной α_2 -фазы. Старение при температуре 500 °С образцов закаленных с 1200 °С сопровождается ростом предела текучести при сохранении предела прочности по сравнению с закаленными образцами. С возрастанием температуры старения образцов происходит незначительный рост предела текучести, а предел прочности при этом уменьшается. Наблюдаемое разупрочнение может быть вызвано тем, что старение при температуре 650 °С приводит к рекристаллизации мартенситной структуры, сохранившейся после закалки. При этом выделение интерметаллидной фазы, по-видимому, не компенсирует получаемого разупрочнения.

Сопоставление значений предела текучести при увеличении температуры предварительной закалки образцов, состаренных при 500 °С показывает незначительный рост его значений. Однако предел прочности для данной температуры старения понижается, что вероятно вызвано наличием рекристаллизацией и полигонизацией мартенсита при старении образцов, закаленных с 1200 °С. При этом проведение старения при более высокой температуре приводит к снижению как предела текучести, так и предела прочности, поскольку повышение температуры приводит к более активному протеканию процессов распада мартенсита. В свою очередь в образцах, закаленных с 950 °С происходит дисперсионное твердение при старении.

Анализ склонности к деформационному упрочнению показал, что образцы, закаленные с 950 °С в состаренном состоянии, обладают большей склонностью к упрочнению при деформации, чем закаленные с 1200 °С. Наиболее упрочняемым при старении оказался сплав, закаленный с температуры 950 °С (α -область) и состаренный при 500 °С. Повышенные значения коэффициента деформационного упрочнения после закалки с 950 °С могут косвенно свидетельствовать о большей пластичности материала особенно в процессе последующей эксплуатации.

В целом уровень характеристик образцов, закаленных с температуры, находящейся в однофазной α -области (950 °С), выше характеристик образцов, закаленных с 1200 °С.

Для исследуемых образцов были проведены испытания на ползучесть, при нагрузке 120 МПа и температуре 600 °С. Для образцов, закаленных с 950 °С и состаренных при 500 °С деформация при ползучести составила не более 0,85 % (0,08 мм) после 250 часов. В то время как после старения при 650 °С она составила чуть более 1,27 % (0,1 мм). Исходя из роста значений деформации при ползучести можно судить о том, что в образцах, после старения при увеличении температуры может происходить более активное скольжение дислокаций за счет снижения уровня дефектов, полигонизации и увеличения размеров выделяющейся второй фазы. Кроме того, ползучесть также может контролироваться процессами

переползания, связанным с коэффициентом диффузии (самодиффузии), то согласно приведенным ранее значениям коэффициента диффузии величина деформации при ползучести для образцов, состаренных при 650 °С несколько выше, чем для 500 °С, что подтверждается экспериментальными данными. Образцы, закаленные с 1200 °С и состаренные при 500 °С, показали существенно более низкие значения при ползучести (0,4 %), поскольку в структуре сохраняется направленность исходной мартенситной структуры, сформированной после закалки. В тоже время образцы, закаленные с 1200 °С и состаренные при 650 °С, показали несколько большие значения деформации около (0,75%). Общее снижение характеристик для образцов, закаленных с 1200 °С может быть связано с меньшей термостабильностью исходной мартенситной структуры.

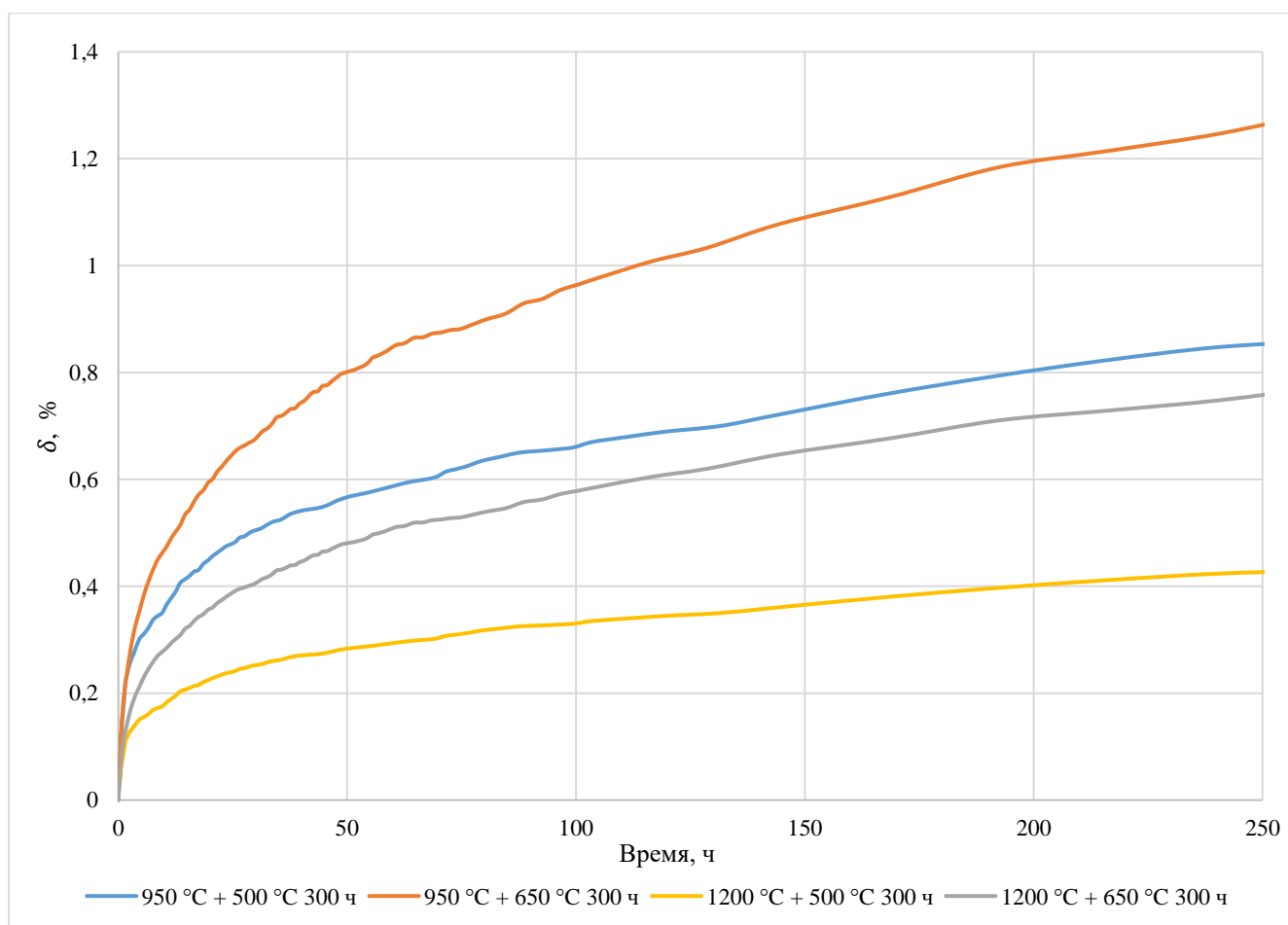


Рисунок 4.24 Кривые ползучести сплава Ti-17Al после закалки и последующего старения

Выводы

1. Выявлено, что смена режима охлаждения на закалку в воду после высокотемпературной обработки при 1200 °С перед старением не приводит к формированию второй фазы по гомогенному механизму и в структуре сохраняются дисперсные частицы α_2 -фазы. С повышением температуры от 500 до 700 °С и времени старения происходит увеличение среднего размера выделяющихся интерметаллидных частиц, а также изменение их морфологии со сферической на иглообразную с ориентацией вдоль направления $[001]\alpha$. Наблюдаемая тенденция изменения размеров частиц, выделяющихся при старении после закалки подтверждает параболический закон, что характерно для образования по механизму зарождения и роста.

2. Показано, что понижение температуры закалки с 1200 на 950 °С (однофазная α -область) приводит к образованию $(\alpha + \alpha_2)$ структуры при охлаждении, формирование которой протекает по спинодальной реакции. Границы раздела α/α_2 размытые, что сохраняется при последующем росте в процессе старения. При этом рост выделений при повышении температуры происходит вдоль направления $[001]\alpha$ как и для старения после закалки с 1200 °С.

3. В результате исследования механических свойств установлено, что наилучшими значениями пределов текучести и прочности обладают образцы, закаленные из однофазной α -области с температуры 950 °С, с последующим старением при температуре 650 °С, что позволяет рекомендовать данный режим термообработки для получения повышенного комплекса свойств.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом в ходе работы установлено, что проведение высокотемпературной обработки в однофазной α -области приводит к выделению частиц интерметаллидной фазы Ti_3Al по спинодальному механизму (гомогенное превращение) и в дальнейшем к возможному повышению термической стабильности сплава, а также получению удовлетворительного комплекса механических свойств при комнатной температуре.

1. Установлено, что отжиг сплава $Ti-26Al$, состав которого лежит в однофазной α_2 –области, предварительно нагретого в β -область ($1200\text{ }^\circ C$) и охлажденного на воздухе, при температурах 500 и $700\text{ }^\circ C$ приводит к совершенствованию упорядоченной структуры в твердом растворе, что подтверждается появлением завершенных антифазных границ, свидетельствующих о протекании процесса упорядочения по гомогенному механизму. С увеличением температуры отжига происходит изменение степени порядка, что подтверждается изменением периодов решетки Ti_3Al , а именно: увеличением периода a и уменьшением c , что приближает их к литературным значениям.

2. Показано, что в процессе старения сплава $Ti-17Al$, состав которого соответствует двухфазной $\alpha+\alpha_2$ области, предварительно нагретого в β -область ($1200\text{ }^\circ C$) и охлажденного на воздухе, наблюдается выделение дисперсных частиц α_2 –фазы, образование которых происходит по гетерогенному механизму. Анализ изменения периодов решетки показал значительные отличия от табличных данных, что может быть обусловлено широкой двухфазной $\alpha+\alpha_2$ -областью и выделением в этом сплаве частиц, обогащенных по титану и обедненных по алюминию.

3. Выявлено, что в сплаве $Ti-17Al$ после высокотемпературной обработки при $1200\text{ }^\circ C$ с последующей закалкой в воде формируется мартенситная структура. При последующем изотермическом старении происходит выделение дисперсных частиц α_2 –фазы, размер которых увеличивается по параболическому закону, что

характерно для процессов, протекающих по механизму зарождения и роста. Признаков гомогенного превращения не обнаружено. С повышением температуры старения от 500 до 700 °С происходит увеличение среднего размера выделяющихся интерметаллидных частиц от 15...20 до 180...200 нм, а также изменение их морфологии со сферической на иглообразную с ориентацией вдоль направления $[001]_{\alpha}$.

4. Установлено, что при закалке сплава Ti-17Al с температуры 950 °С происходит образование выделений α_2 –фазы с размытыми диффузными границами по механизму близкому к спинодальному. При последующем изотермическом старении сохраняются когерентные границы с матрицей до размеров, достигающих порядка 130...150 нм, но рост частиц осуществляется несколько медленнее, чем в сплаве, предварительно закаленного с 1200 °С.

5. Установлено, что для сплава Ti-17Al из рассмотренных режимов обработки наилучшими значениями прочности при удовлетворительной пластичности и термостабильности, обладают образцы, закаленные из однофазной α -области с температуры 950 °С, с последующим старением при температуре 650 °С, что позволяет рекомендовать данный режим термообработки для получения повышенного комплекса свойств.

Перспективы дальнейшей разработки темы исследования

Полученные в исследовании результаты используются в качестве опорного материала в работах, нацеленных на оптимизацию режимов термических обработок жаропрочных титановых сплавов. При этом на практике же обычно используются многокомпонентные сплавы, поэтому на следующем этапе исследования возможно более подробное изучение влияния дополнительных легирующих элементов на изменение механизмов выделения интерметаллидной фазы в титановых сплавах.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ильин А.А. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справочник / А.А. Ильин, Б.А. Колачев, И.С. Полькин. – М.: ВИЛС – МАТИ. – 2009. – 520 с.
2. Колачев Б.А. Титановые сплавы в конструкциях и производстве авиадвигателей и авиационно-космической технике / Б.А. Колачев, [и др.]; под ред. А.Г. Братухина. – М.: Изд-во МАИ. – 2001. – 416 с
3. Борисова Е.А. Металлография титановых сплавов / Е.А. Борисова, [и др.]. – М.: Металлургия, 1980. – 464 с.
4. Белов С.П. Металловедение титана и его сплавов/ С.П. Белов, [и др.]. – М.: Металлургия. – 1992. – 352 с.
5. Колачев Б.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов / Б.А. Колачев, В.И. Елагин, В.А. Ливанов. – М.: МИСиС. – 2005. – 432 с.
6. Корнилов И.И. Титан. Источники, составы, свойства, металлохимия и применение / Корнилов И.И. – М.: Наука. – 1975. – 310 с.
7. Коллингз Е.В. Физическое металловедение титановых сплавов / Е.В. Коллингз. – М.: Металлургия. – 1988. – 224 с.
8. Zhang W.-J. Phase precipitation behavior and tensile property of a Ti–Al–Sn–Zr–Mo–Nb–W–Si titanium alloy / W.-J. Zhang, X.-Y. Song, S.-X. Hui, W.-J. Ye, W.-Q. Wang // *Rare Metals*. – 2018. – V. 37. – I. 12. – P. 1064-1069.
9. Madsen A. Microstructural changes during aging of a near- α titanium alloy / A. Madsen, E. Andrieu, H. Ghonem, // *Materials Science and Engineering A*. – 1993. V. 171. – I. 1-2. – P. 191-197.
10. Popov A. A. Effect of Alloying on Precipitation of Intermetallic Phases in Heat-Resistant Titanium Alloys / A. A. Popov, M. O. Leder, M. A. Popova, N. G. Rossina, I. V. Narygina // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2015. – V. 116. – No. 3. – P. 261–266.
11. Колачев Б.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов: Учебник. / Б.А. Колачев, В.И. Елагин, В.А. Ливанов – М.:

МИСИС. – 2005. – 432 с.

12. Ночовная Н.А. Исследование влияния режимов изотермического деформирования и термической обработки на структуру и механические свойства опытного жаропрочного Ti-сплава / Н.А. Ночовная, В.Г. Анташев, А.А. Ширяев, [и др.] // Технология легких сплавов. – 2012. – № 4. – С. 92...98.

13. Хэммонд К. Металловедение жаропрочных и титановых сплавов / К. Хэммонд, Дж. Наттинг // Деформация и свойства материалов для авиационной и космической техники. – М.: Металлургия. – 1982. – С.73...111.

14. Попов А.А. Связь характера разрушения с микроструктурой и свойствами двухфазных титановых сплавов / А.А. Попов, Л.И. Анисимова // Металловедение и термическая обработка. – 1985. – № 12. – С.45...50.

15. Попова М.А. Роль алюминидов и силицидов в формировании структуры и свойств жаропрочных сплавов титана : дис. ...канд. техн. наук : 05.16.01 / М.А. Попова; Урал. федер. ун-т им. первого Президента России Б.Н. Ельцина. Екатеринбург: УрФУ, 2013. 132 с.

16. Бабичев А.П. Физические величины: справочник / А.П. Бабичев, [и др.]. – под. ред. И.С. Григорьева. – М.: Энергоатомиздат. – 1991. 1232 с.

17. Яковенкова Л.И. Структура ядра дислокаций и деформационное поведение монокристаллического Ti_3Al / Л.И.Яковенкова, Л.Е. Карькина. – Екатеринбург: УрО РАН. – 2008. – 196 с.

18. Физическая акустика: В 3 т. / под. ред. У. Мэзона, Т.З, ч.Б. – Динамика решетки. – М.: Мир. – 1968. – 391 с.

19. Гольдштейн М.И. Металлофизика высокопрочных сплавов / М.И. Гольдштейн, В.С. Литвинов, Б.М. Бронфин. – М.: Металлургия. – 1986. – 312 с.

20. Титан в промышленности / под ред. С.Г. Глазунова. – М.: Оборонгиз. – 1961. – 328 с.

21. Колачев Б.А. О влиянии границ зерен на пластичность интерметаллидов / Б.А. Колачев, А.А. Ильин, П.Д. Дроздов // Металлы. – 2001. – № 3. – С. 41...48.

22. Имаев Р.М. Влияние температуры деформации на механические

свойства интерметаллида Ti_3Al / Р.М. Имаев, Н.Г. Габидуллин, Г. А. Салищев // *Металлы*. – 1992. – № 6. – С. 73...79

23. Польшкин И. С. Алюминиды титана и сплавы на их основе / И. С.Польшкин, Б. А. Колачев, А. А. Ильин // *Технология легких сплавов*. – 1997. – № 3. – С. 32-39.

24. Boyer R.R. Characteristics of sustained-load cracking and hydrogen effects in $Ti-6Al-4V$ / R.R. Boyer, W.F. Spurr // *Metallurgical Transactions A*. – 1978. – V. 9. – № 1. – P. 23-29.

25. Wu H. Nanoscale origins of the oriented precipitation of Ti_3Al in $TiAl$ systems / H. Wu, G. Fan, L. Geng, X. Cui, M. Huang // *Scripta Materialia*. – 2016. – V. 125. – P. 34-38.

26. Evans K.R. Embrittlement and fracture of $Ti-8$ pct Al alloys / K.R. Evans // *Met Soc of AIME-Trans*. – 1969. – V. 245 – № 6. – P. 1297-1303.

27. Wei D. Introducing dislocations locally in Al -supersaturated α_2-Ti_3Al single crystal via nanoscale wedge indentation / D. Wei, Y. Koizumi, M. Nagasako, Y. Kubota, T. Aoyagi, Y. Nakagawa, M. Yoshino, A. Chiba, H. Kato // *Intermetallics*. – 2019. – V. 113. – 106557

28. Helm D. Application of high temperature titanium alloys in aero-engines - Limits due to bulk and surface related properties / D. Helm // *TMS Annual Meeting*. – 2006. – P. 3-12.

29. Nartova T.T. Properties of alloys based on the aluminide Ti_3Al / T.T. Nartova // *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*. – 1966. – V. 5. – № 8. – P. 630-633.

30. Kornilov I.I. Heat resistance of titanium alloys / I.I. Kornilov // *Metal Science and Heat Treatment*. – 1963. – V. 5. – № 2. – P. 73-77.

31. Boyer R.R. An overview on the use of titanium in the aerospace industry / R.R. Boyer // *Materials Science and Engineering A*. – 1996. – V. 213. – I. 1-2. – P. 103-114.

32. Radchenko T.M. Statistical-thermodynamic description of the order-disorder transformation of $D0_{19}$ -type phase in $Ti-Al$ alloy / T.M. Radchenko,

et.al. // Journal of Alloys and Compounds. – 2008. – V.452. – I.1. – P.122-126.

33. Radecka A. Ordering and the micromechanics of Ti-7Al / A. Radecka, J. Coakley, I. P. Jones, D. Rugg, T.C. Lindley, D. Dye // Materials Science and Engineering A. – 2016. – V. 650. – P. 28-37.

34. Murray L. Binary Alloys Phase Diagrams. – Ohio: ASM, Metals Park. – 1986. – 345 p.

35. Wood H. Short range order and phase separation in Ti–Al alloys / H. Wood, G.D.W. Smith and A. Cerezo // Materials Science and Engineering A. – 1998. – V. A250. – P. 83-87.

36. Blackburn M. J. The ordering transformation in titanium: aluminum alloys containing up to 25 at.pct aluminum / M. J. Blackburn // Transactions of the metallurgical. 1967. – V. 239. – P. 1200-1208.

37. Woodfield A. P. The effect of long-term high temperature exposure on the structure and properties of the titanium alloy Ti 5331S / A. P. Woodfield et.al. // Acta Metallurgica. – 1988. – V. 36. – P. 507-515.

38. Koizumi Y. Effect of Al Concentration on Growth of Antiphase Domains in Ti₃Al / Y. Koizumi et.al. // Materials Research Society. – 2002. – V. 705. – P. Y7.10.1-Y7.10.6

39. Yoo M. H. Micromechanisms of yield and flow in ordered intermetallic alloys / M. H. Yoo, J. A. Horton and C. T. Liu // Acta Metallurgica. – 1988. – V. 36. – P. 2935-2946.

40. Leroux C. Order-disorder transformation in Co₃₀Pt₇₀ alloy: Evidence of wetting from the antiphase boundaries / C. Leroux et.al. // Journal of Physics: Condensed Matter. – 1990. – V. 2. – P. 3479-3495.

41. Sakai M. The growth of antiphase domains in Cu₃Au as studied by transmission electron microscopy / M. Sakai, D. E. Mikkola // Metallurgical Transactions. – 1971. – V. 2. – P. 1635-1641.

42. Horton J. A. Anisotropic antiphase boundaries in rapidly solidified Ni₃Al / J. A. Horton, C. T. Liu // Acta Metallurgica. – 1985. – V. 33. – P. 2191-2198.

43. Liew H. Experimental studies of the phase separation mechanism in Ti-15at % Al / H. Liew, G. D. W. Smith, A. Cerezo, D. J. Larson // *Materials Science and Engineering: A*. – 1999. – V. 270. – P. 9-13.
44. Barrett C. *Structure of Metals* / C. Barrett, T.B. Massalski. – UK: Pergamon Press. – 1980. – 155 p.
45. Allen S.M. Mechanisms of phase transformations within the miscibility gap of Fe-rich Fe-Al alloys / S.M. Allen, J.W. Cahn. // *Acta Metallurgica*. – 1976. – V. 24. – P. 425-437.
46. Soffa W.A. Decomposition and ordering processes involving thermodynamically first-order order \rightarrow disorder transformations / W.A. Soffa, D.E. Laughlin // *Acta Metallurgica*. – 1989. – V. 37. – I. 11. – P. 3019-3028.
47. Venkatesh B.D. Effect of heat treatment on mechanical properties of Ti-6Al-4V ELI alloy / B.D Venkatesh, D.L. Chen, S.D. Bhole // *Materials Science and Engineering: A*. 2009. V. 506. P. 117-124.
48. Shimagamil K. Solid Solution Hardening and Precipitation Hardening of α_2 -Ti₃Al in Ti-Al-Nb Alloys / K. Shimagamil et.al. // *Materials Transactions A*. – 2017. – V. 58. – I. 10. – P. 1404-410.
49. Welsch G. Deformation Characteristics of Age Hardened Ti-6Al-4V / G. Welsch et.al // *Materials Transactions*. – 1977. – V. 176. – I.8. – P. 169-177.
50. Zhiwei W. The Influence of Precipitation of Alpha₂ on Properties and Microstructure in TIMETAL 6-4 / Zhiwei W et.al. // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2013. – V.44. – P. 1706-1713.
51. Smithells C.J. *Smithells Metal Reference Book* / C.J. Smithells, E.A. Brandes, and G.B. Brook. – Oxford U.K: Butterworth-Heinemann Ltd. – 1992. – 1800 p.
52. Welsch G. Deformation Modes of the α -Phase of Ti-6Al-4V as a Function of Oxygen Concentration and Aging Temperature / G. Welsch, W. Bunk // *Materials Transactions A*. – 1982. – V. 13. – P. 889-899.
53. Lasalmonie A. The age hardening effect in Ti-6Al-4V due to ω and α precipitation in the β grains / A. Lasalmonie, M. Loubradou // *Journal of Materials Science*. – 1979. – V. 14. – P. 2589-2595.

54. Ahmed T. Phase transformations during cooling in alpha +beta titanium alloys. / T. Ahmed, H.J. Rack // *Materials Science and Engineering A.* – 1998. – V. 243. – P. 206-211.
55. Lütjering G. Mechanical properties of age-hardened titanium-aluminum alloys / G. Lütjering, S. Weissmann // *Acta Metallurgica.* – 1970. – V. 18. – P. 785-795.
56. Peters M. Control of microstructures of (alpha plus beta)-titanium alloys / M. Peters, G. Lütjering, G. Ziegler // *Materials Research and Advanced Techniques.* – 1983. – V. 74. – I. 5. – P. 274-282.
57. Zhang X.D. Precipitation of ordered α_2 phase in Ti-6-22-22 alloy / X.D. Zhang et.al. // *Acta Materialia.* – 1998. – V.13. – P. 4485-4495.
58. Huang A.J. Acicular α_2 precipitation induced by capillarity at α/β phase boundaries in Ti-14Al-2Zr-3Sn-3Mo-0,5Si titanium alloy / A.J. Huang et.al. // *Acta Materialia.* – 2003. – V.51. – I.16. – P. 4939-4952.
59. Banerjee D. Intermetallic compounds: structural applications of intermetallic compounds. In: Westbrook JH, Fleischer RL, editors. – New York: John Wiley & Sons. – 2000. – P. 9-3.
60. Martin J.W. Stability of microstructure in metallic systems. / J.W. Martin, R.D. Doherty. – Cambridge: Cambridge University Press. – 1976. – 426 p.
61. Huh J. Y. Effect of stresses on $\alpha + \alpha_2$ phase equilibria in Ti_3Al alloys / J.Y. Huh, J.M. Home, W.C. Johnson // *Acta Metallurgica et Materialia.* – 1993. – V. 41. – P. 2577-2588.
62. de Farias Azevedo C.R. Microstructure and phase relationships in Ti-Al-Si system / C.R. de Farias Azevedo, H.M. Flower // *Materials Science Technology.* – 1999. – V. 15. – I. 8. – P. 869-877.
63. Mishin Y. Diffusion in the Ti-Al system / Y. Mishin, Chr. Herzig // *Acta Materialia.* – 2000. – V. 48. – P. 589-623.
64. Aaronson H. I. Structure of Crystalline Interfaces / H. I. Aaronson, K. R. Kinsman // *Metallography.* – 1974. – V.7. – I. 5. – P. 361-396.
65. Sallica-Leva E., Ductility improvement due to martensite α' decomposition in porous Ti-6Al-4V parts produced by selective laser melting for orthopedic implants /

E. Sallica-Leva, R. Caram, A.L. Jardini [et. al.] // Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials. – 2016. – V. 54. – P. 149-158.

66. Dong J. Micromechanical behavior study of α phase with different morphologies of Ti–6Al–4V alloy by micro indentation. / J. Dong, F. Li, C. Wang // Materials Science and Engineering A. – 2013. – V. 580. – P. 105-113.

67. Venkatesh B.D. Effect of heat treatment on mechanical properties of Ti–6Al–4V ELI alloy. / B.D. Venkatesh, D.L. Chen, S.D. Bhole // Materials Science and Engineering A. – 2009. – V. 506. – P. 117-124.

68. Fan. Y. The effect of heat treatment on mechanical properties of pulsed Nd: YAG welded thin Ti6Al4V / Y. Fan, P.H. Shipway, G.D. Tansley [et. al.] // Advanced Materials Research. – 2011. – V. 189-193. – P. 3672-3677.

69. Williams D. B. Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science / D. B. Williams, C. Barry Carter. – Springer US. – 2009. – 804 p.

70. Утевский, Л.М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении / Л.М. Утевский. – М.: Металлургия. – 1973. – 584 с.

71. Электронная микроскопия тонких кристаллов / П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пэшли, М. Уэлан; под общ. ред. Л.М. Утевского. – М.: Мир. – 1968. – 573 с.

72. Гудхью П. Дж. Практические методы в электронной микроскопии / П. Дж. Гудхью, Б. Е. П. Бистон, Р. В. Хорн [и др.]. – Л.: Машиностроение. – 1980. – 375 с.

73. МР 18-36 / СМИ – 75. Качественный и количественный рентгеновский анализ фазового состава титановых сплавов. – М.: ВИЛС. – 1975. 39с.

74. Electric Resistance Measuring System [Electronic resource] – United States New Jersey – Режим доступа: https://www.linseis.com/fileadmin/migrated/content/uploads/LSR3_Seebeck_Resistivity_04.pdf (дата обращения 15.05.2019)

75. Oliver W.S. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / W.S. Oliver, G.M. Phar // Journal of Materials Research. – Vol. 7. – No. 6. – 1992. – P. 1564...1583.

76. Белов С.П. Теоретический анализ процессов упорядочения в сплавах на основе Ti_3Al . 1. О механизме упорядочения в сплавах на основе соединения Ti_3Al / С.П. Белов, А.А. Ильин, А.М. Мамонов, А.В. Александрова // *Металлы*. – 1994. – № 1. – С. 134-138.

77. Popov A. The effect of alloying on the ordering processes in near-alpha titanium alloys / A. Popov, N. Rossina, M. Popova // *Materials Science and Engineering A*. – 2013. – V. 564. – P. 284-287.

78. Попов А.А. *Металловедение и термообработка сплавов титана. Структура и свойства* / А.А. Попов, А.Г. Илларионов, Н.Г. Россина, С.В. Гриб. – Екатеринбург: УрФУ. – 2012. – 268 с.

79. Namboodhiri T.K.G. Decomposition of the α -phase in titanium-rich Ti-Al alloys / T.K.G. Namboodhiri, C.J. McMahon, H. Herman // *Metallurgical Transactions*. – 1973. – V.4. – I. 5. – P. 1323-1331.

80. Liew H. Experimental studies of the phase separation mechanism in Ti-15at % Al / H. Liew, G. D. W. Smith, A. Cerezo, D. J. Larson // *Materials Science and Engineering: A*. – 1999. – V. 270. – P. 9-13.

Приложение.**Справка об использовании результатов**

Форм. № 240-04-01/02



ПУБЛИЧНОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
«КОРПОРАЦИЯ ВСМПО-АВИСМА»

30 MAR 2021

№ 223/0250

Уральский федеральный университет имени
первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Ученому секретарю университета
В диссертационный совет
УрФУ 05.04.08

Мира ул., 19, Екатеринбург
620002

СПРАВКА ОБ ИСПОЛЬЗОВАНИИ РЕЗУЛЬТАТОВ

Материалы диссертационной работы Луговой Ксении Игоревны «Изучение процессов формирования двухфазной структуры в сплавах системы Ti-Al», представленной для защиты на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов, используются в ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА» при корректировке режимов термической обработки жаропрочных титановых сплавов.

Директор по науке и технологиям



М.О. Ледер