

СТРУКТУРА,
ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФФУЗИЯ

УДК 669.295:539.25

ПРОЦЕССЫ ФОРМИРОВАНИЯ $\alpha + \alpha_2$ -СТРУКТУРЫ
В МОДЕЛЬНЫХ ПСЕВДО α -СПЛАВАХ ТИТАНА

© 2022 г. А. А. Попов^{a, b}, Е. Н. Попова^{a, b}, М. С. Карабаналов^a, Н. А. Попов^{a, b, *},
К. И. Луговая^a, Д. И. Давыдов^{a, b}, А. В. Корелин^a

^aУральский федеральный университет им. первого Президента России Б.Н. Ельцина,
ул. Мира, 19, Екатеринбург, 620002 Россия

^bИнститут физики металлов УрО РАН, ул. С. Ковалевской, 18, Екатеринбург, 620108 Россия

*e-mail: n.a.popov@urfu.ru

Поступила в редакцию 14.12.2021 г.

После доработки 23.12.2021 г.

Принята к публикации 11.01.2022 г.

Изучено влияние исходной структуры, созданной закалкой из различных фазовых областей, в сплавах титана с 10 мас. % алюминия, дополнительно легированных молибденом, ниобием, цирконием и/или оловом, на формирование структуры в процессе длительной изотермической выдержки при 650°C. Показано, что в сплавах, закаленных из β -области на α' -мартенсит, в процессе отпуска происходит распад мартенсита с образованием в пределах исходных мартенситных пластин смеси α -, α_2 - и β -фаз. При этом образование α_2 -фазы осуществляется по механизму зарождения и роста. В сплавах, закаленных из двухфазной области, в кристаллитах первичной α -фазы происходит спинодальный распад и формируется $\alpha + \alpha_2$ -структура с большим количеством антифазных границ.

Ключевые слова: титановые сплавы, электронная микроскопия, интерметаллиды, фазовые превращения

DOI: 10.31857/S0015323022050138

ВВЕДЕНИЕ

Одним из способов повышения служебных свойств жаропрочных сплавов титана является создание термически стабильной структуры за счет управления процессами образования атомно-упорядоченной α_2 -фазы [14]. При этом в работе [4] установлено, что в титановых сплавах α_2 -фаза всегда выделяется из α -фазы, причем, в зависимости от состава сплава и термокинетических условий, это превращение может протекать как по механизму зарождения и роста, так и по гомогенному механизму, характерному для фазовых превращений 2-го рода. При этом в первом случае когерентность межфазной α_2/α границы либо сохраняется до комнатной температуры, либо при достаточно медленном охлаждении и многокомпонентном легировании нарушается частично или полностью. Упрочняющие частицы Ti_3Al равномерно распределены по телу зерна, что значительно снижает подвижность дислокаций, особенно при повышенных температурах, но способствует проявлению хрупкости при пониженных температурах [5–7].

Можно полагать, что в случае фазового превращения второго рода, когерентность границ должна сохраняться достаточно длительное время. В этом

случае при относительно крупных размерах упорядоченных областей можно избежать эффекта охрупчивания и, тем самым, создать сплав с термически стабильной двухфазной $\alpha + \alpha_2$ -структурой. Для реализации различных механизмов формирования $\alpha + \alpha_2$ -структуры необходимо сформировать разные исходные структурные состояния и исследовать процессы, которые обеспечивают распад пересыщенного α -твердого раствора с образованием упорядоченной фазы. Как было показано в работе [8], различные структурные состояния, полученные закалкой с разных температур, способствуют протеканию разных механизмов распада метастабильного α -твердого раствора. Кроме того, на наш взгляд, повысить термическую стабильность двухфазной структуры можно, снизив несоответствие решеток α - и α_2 -фаз за счет легирования. Создание сплава с минимальным несоответствием позволит обеспечить пониженную удельную поверхностную энергию и, следовательно, дополнительную термическую стабильность структуры.

В работе [9] установлено, что в сплавах Ti –10 мас. % Al, дополнительно легированных молибденом, ниобием, цирконием и/или оловом, после закалки из β -области формируется α' -мар-

Таблица 1. Химический состав исследуемых сплавов

Обозначение сплава	Химический состав, мас. %						
	Al	Mo	Nb	Zr	Sn	O	Ti
Ti10Al	9.60	–	–	–	–	0.18	Остальное
Ti10Al1Mo1Nb	9.58	1.20	1.41	–	–	0.18	Остальное
Ti10Al1Mo1Nb4Zr	9.60	1.21	1.39	4.34	–	0.18	Остальное
Ti10Al1Mo1Nb3Sn	9.62	1.20	1.40	–	3.20	0.18	Остальное
Ti10Al1Mo1Nb4Zr3Sn	9.61	1.19	1.42	4.35	3.22	0.18	Остальное

тенсит с пакетной морфологией. Легирование способствует увеличению дисперсности структуры. В сплавах, закаленных из двухфазной области, формируется $\alpha + \alpha'$ -структура с небольшим количеством α_2 -фазы. Целью данной работы является изучение процесса формирования $\alpha + \alpha_2$ -структуры в зависимости от исходной структуры, полученной закалкой с температур 1200 (β -область) и 950°C ($\alpha + \beta$)-область, при изотермической выдержке.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Материалом исследования служили слитки из титановых сплавов, массой по 40 г., полученные в дуговой электрической печи Heraeus L200d, химический состав которых представлен в табл. 1. Слитки гомогенизировали в вакуумной печи при температуре 1200°C в течение 3-х ч с последующим медленным охлаждением. Термическую обработку осуществляли закалкой в воде от температур 1200 (β -область) и 950°C ($\alpha + \beta$)-область. Последующую изотермическую выдержку осуществляли при температуре 650°C с выдержками до 300 ч в муфельной печи. Выбор температуры обусловлен как максимально возможной темпе-

ратурой эксплуатации сплавов титана, так и наибольшей полнотой $\alpha \rightarrow \alpha_2$ -превращения [10].

Основными методами исследования служили растровая (РЭМ) и просвечивающая (ПЭМ) электронная микроскопия, выполненные на микроскопах AURIGA CrossBeam и JEM2100 соответственно, и рентгеноструктурный анализ, проведенный на дифрактометре Bruker D8-Advance в $\text{Cu-K}\alpha$ -излучении в диапазоне углов $2\theta = 20^\circ - 75^\circ$. Погрешность в определении периода фаз не превышала ± 0.0001 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Как следует из результатов исследований для сплавов, закаленных из β -области на мартенсит, проведение отпуска при 650°C привело к распаду мартенсита с образованием высокодисперсной смеси α - и β -фаз. Кроме того, в отпущенном состоянии во всех изученных сплавах β -фаза присутствует в межпластинчатых стыках (рис. 1). Последнее можно подтвердить контрастом на снимках, полученных в отраженных электронах в растровом микроскопе, она выглядит светлой за счет легирования более “тяжелыми” элементами: молибденом и ниобием.

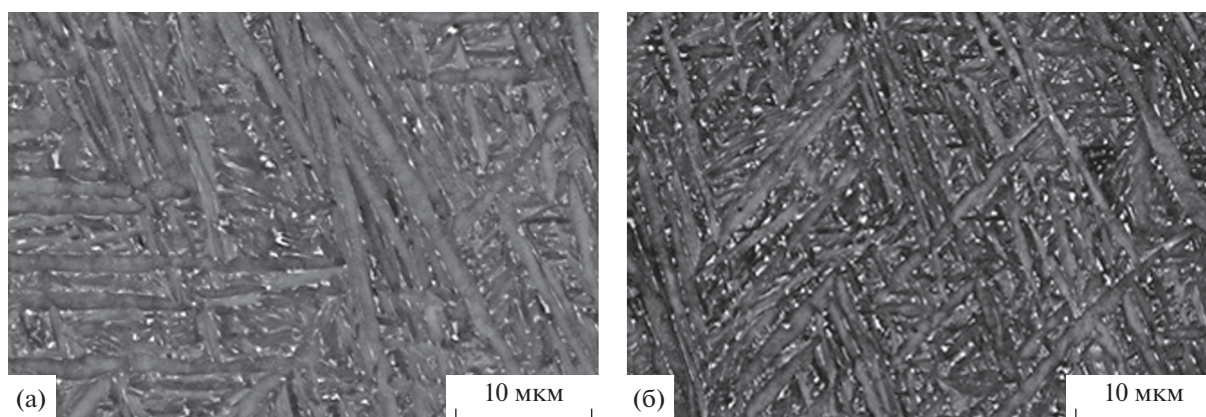


Рис. 1. Микроструктура сплавов Ti10Al1Mo1Nb (а) и Ti10Al1Mo1Nb4Zr (б) после закалки с температуры 1200°C и отпуска при 650°C в течение 300 ч (РЭМ).

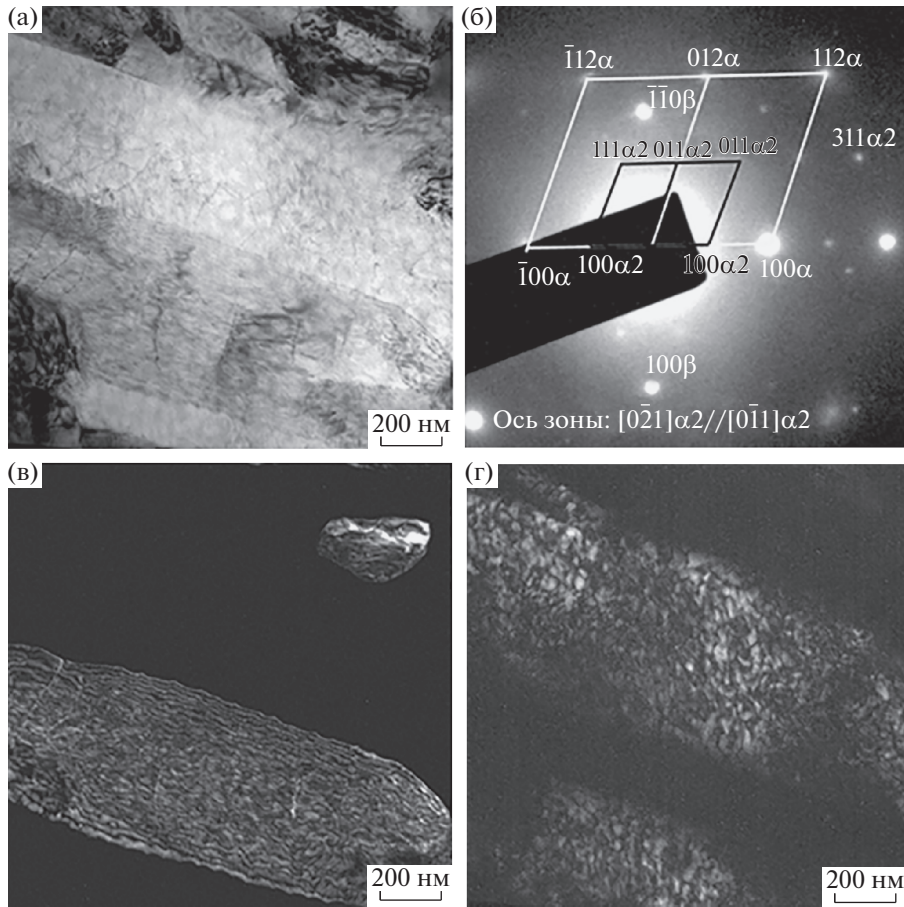


Рис. 2. Микроструктура сплава $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb$ после закалки с $1200^{\circ}C$ и отпуска при $650^{\circ}C$ в течение 300 ч: а – светлое поле, б – электронограмма, соответствующая изображению “а”, в – темное поле, в рефлексе 110β , г – темное поле в рефлексе $311\alpha_2$.

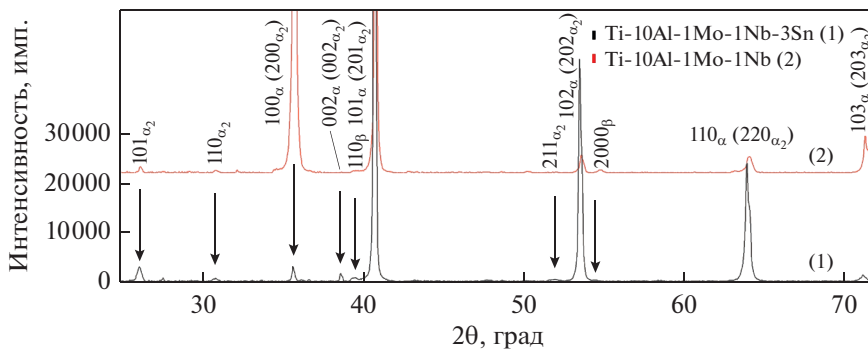


Рис. 3. Дифрактограммы сплавов после закалки с $1200^{\circ}C$ и отпуска при $650^{\circ}C$ в течение 300 ч: 1 – $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_3Sn$; 2 – $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb$.

В процессе отпуска исходная пластинчатая морфология сохраняется (рис. 2), и распад идет в каждой отдельной мартенситной пластине. С увеличением времени выдержки происходит $\alpha \rightarrow \alpha_2$ превращение. В результате в структуре наблюдается смесь β - и α_2 -фаз, видимо, при сохранении

небольшого количества α -фазы, что следует из анализа дифрактограмм (рис. 3). Судя по темнопольным (ПЭМ) изображениям структуры частицы атомно упорядоченной α_2 -фазы относительно равноосны, в то время как в сплаве $Ti_{10}Al$ [8] они вытягиваются с увеличением времени старения.

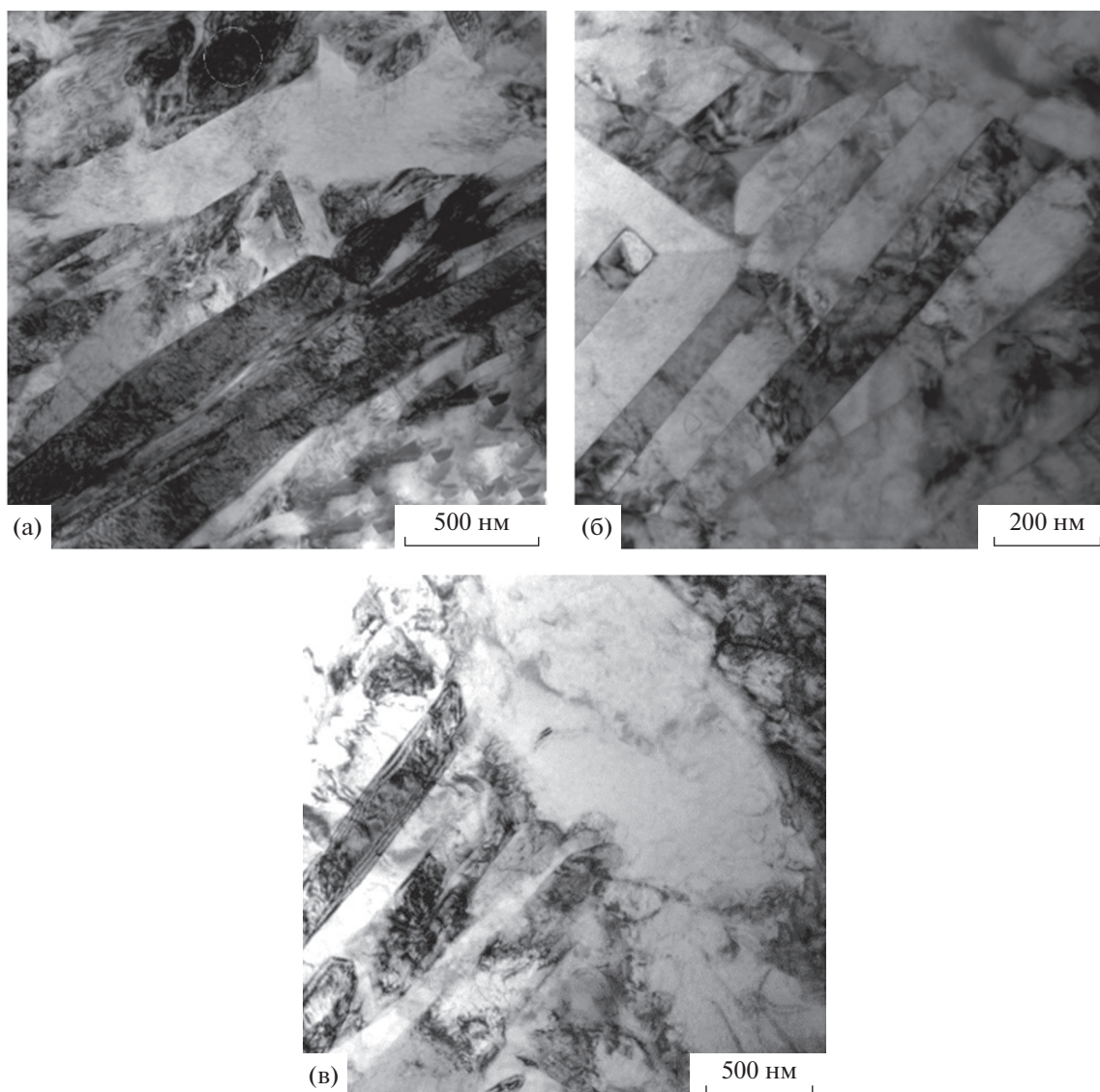


Рис. 4 Микроструктура сплавов $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_4Zr$ (а), $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_3Sn$ (б) и $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_4Zr_3Sn$ (в) после закалки с температуры $1200^{\circ}C$ и длительного отпуска при $650^{\circ}C$ в течение 300 ч (ПЭМ).

После 300-часовой выдержки их средний размер составил 15–20 нм.

Введение в сплав циркония не оказывает существенного влияния на микроструктуру. В целом сохраняется пластинчатая морфология первичной мартенситной структуры, внутри пластин мартенсита формируется смесь β -, α_2 - и α -фаз (рис. 4а).

В случае введения 3% олова вместо циркония морфология структуры также сохраняется, но количество образующейся α_2 -фазы, судя по темнопольным изображениям, несколько больше, чем в первых двух случаях (рис. 4б). Об этом же свидетельствует увеличение интенсивности отражений от α_2 -фазы на дифрактограммах (рис. 3). В комплексно легированном сплаве морфология струк-

туры подобна выше описанной (рис. 4в). Комплексно легированный сплав по количеству и размеру α_2 -фазы примерно соответствует сплаву с оловом после аналогичных обработок, а по дисперсности исходных мартенситных пластин аналогичен сплаву, легированному цирконием.

На РЭМ-снимках (рис. 5) хорошо видно, что после закалки с $950^{\circ}C$ и старения при $650^{\circ}C$ в теле первичных α -пластин формируется $\alpha + \alpha_2$ двухфазная структура, а в пластинах β -превращенной фазы происходит дисперсный распад мартенсита, видимо, аналогично описанному для образцов, закаленных с $1200^{\circ}C$ на мартенсит.

Как показали ПЭМ-исследования тонких фольг в процессе старения при $650^{\circ}C$ сплавов, закаленных с $950^{\circ}C$, внутри пластин α -фазы формирует-

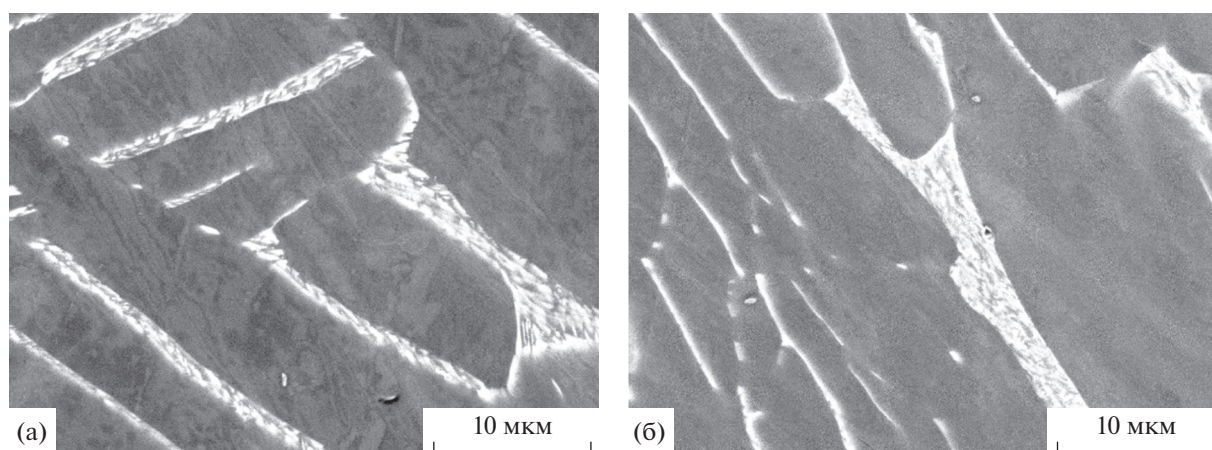


Рис. 5. Микроструктура сплавов $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_4Zr$ (а) и $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_3Sn$ (б) после закалки с $950^\circ C$ и старения при $650^\circ C$ в течение 300 ч (РЭМ).

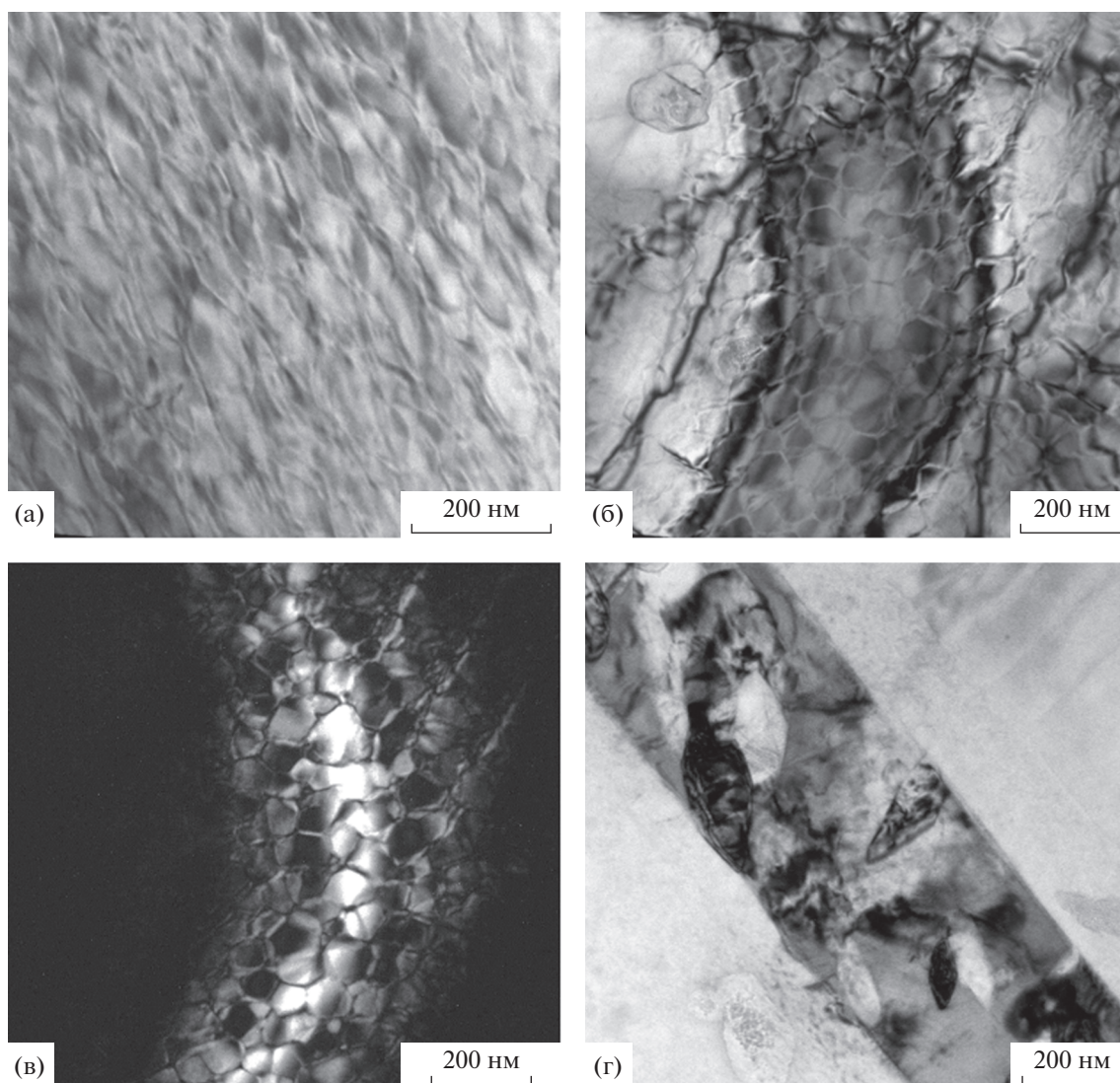


Рис. 6. Микроструктура сплавов $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb$ (а) $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_4Zr$ (б, в) и $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_4Zr_3Sn$ (г) после закалки с $950^\circ C$ и старения при $650^\circ C$ в течение 300 ч, в – темное поле в рефлекс $\bar{1}11 \alpha_2$ (ПЭМ).

ся характерный “ячеисто подобный” контраст (рис. 6). На электронограммах присутствуют четкие отражения от α_2 -фазы, что свидетельствует о формировании $\alpha + \alpha_2$ -структуры. Размер этих ячеек после старения в течение 300 ч, судя по темнопольным изображениям, в сплавах $Ti_{10}Al_{11}Mo_1Nb$ и $Ti_{10}Al_1Mo_1Nb_4Zr$ составляет 30–40 нм, а при добавлении олова (сплавы $Ti_{10}Al_{11}Mo_1Nb_3Sn$ и $Ti_{10}Al_{11}Mo_1Nb_4Zr_3Sn$) увеличивается до 50–70 нм. Наблюдаемые при этом внутри α -фазы границы являются антифазными, что свидетельствует о спинодальном механизме превращения. Таким образом, в отличие от распада мартенситной структуры с образованием дисперсных упорядоченных частиц α_2 -фазы, в данном случае наблюдается гомогенное превращение. Внутри исходных мартенситных пластин формируется субзернистая структура, состоящая из смеси α (α_2)- и β -фаз (рис. 6г).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Изучены процессы распада метастабильных фаз в сплавах системы $Ti-10\% Al$, дополнительно легированных молибденом, ниобием и/или цирконием и оловом в процессе длительного отпуска/старения при $650^\circ C$. Установлено, что легирование оловом увеличивает количество формирующейся α_2 -фазы при изотермической выдержке, в то время как цирконий не оказывает существенного влияния на этот процесс.

2. Показано, что, если при закалке в сплавах формируется α' -мартенсит, то в процессе его последующего распада при отпуске образование $\alpha + \alpha_2$ -структуры осуществляется путем зарождения и роста частиц упорядоченной α_2 -фазы. Распад мартенсита происходит в пределах первичных мартенситных пластин с образованием смеси α , α_2 и β -фаз и областей β -фазы в межпластинчатых стыках.

3. Установлено, что если исходной структурой сплавов является двухфазная $\alpha + \alpha'$ -структура, полученная закалкой из двухфазной $\alpha + \beta$ -области, то в первичных пластинах α -фазы формируется $\alpha + \alpha_2$ -структура по механизму, близкому к спинодальному.

“Работа выполнена в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (тема № 0836-2020-0020)”.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Zhang W.-J., Song X.-Y., Hui S.-X., Ye W.-J., Wang W.-Q. Phase precipitation behavior and tensile property of a Ti–Al–Sn–Zr–Mo–Nb–W–Si titanium alloy // *Rare Metals*. 2018. V. 37. № 12. P. 1064–1069.
2. Madsen A., Andrieu E., Ghonem H., Microstructural changes during aging of a near- α titanium alloy // *Materials Science and Engineering A*. 1993. V. 171. № 1–2. P. 191–197.
3. Попов А.А., Ледер М.О., Попова М.А., Россина Н.Г., Нарыгина И.В. Влияние легирования на выделение интерметаллидных фаз в жаропрочных титановых сплавах // *ФММ*. 2015. Т. 116. № 3. С. 275–281.
4. Коллингз Е.В. Физическое металловедение титановых сплавов. М.: Металлургия, 1988. 224 с.
5. Корнилов И.И. Титан. Источники, составы, свойства, металлохимия и применение. М.: Наука, 1975. 310 с.
6. Wu H., Fan G., Geng L., Cui X., Huang M. Nanoscale origins of the oriented precipitation of Ti_3Al in $TiAl$ systems // *Scripta Mater*. 2016. V. 125. P. 34–38.
7. Wei D., Koizumi Y., Nagasako M., Kubota Y., Aoyagi T., Nakagawa Y., Yoshino M., Chiba A., Kato H. Introducing dislocations locally in Al-supersaturated α_2 - Ti_3Al single crystal via nanoscale wedge indentation // *Intermetallics*. 2019. V. 113. P. 106557.
8. Попов А.А., Луговая К.И., Попова Е.Н., Макаров В.В., Жиликова М.А. Особенности формирования двухфазной ($\alpha + \alpha_2$)-структуры в сплаве $Ti-17$ ат. % Al // *ФММ*. 2020. Т. 121. № 8. С. 870–876.
9. Попов А.А., Попова Е.Н., Карабанов М.С., Попов Н.А., Луговая К.И., Давыдов Д.И. Влияние легирования и исходной обработки на процессы формирования структуры в закаленных сплавах $Ti-10\% Al$ // *ФММ*. 2021. Т. 122. № 12. С. 1317–1323.
10. Ночовная Н.А., Анташев В.Г., Ширяев А.А., Алексеев Е.Б. Исследование влияния режимов изотермического деформирования и термической обработки на структуру и механические свойства опытного жаропрочного Ti -сплава // *Технология легких сплавов*. 2012. № 4. С. 92–98.