УДК 621.039.63

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ИСКРОПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ СПЛАВА НА ОСНОВЕ Ti-Al-Nb

Б.К. Каракозов, А.А. Ситников, Ш.Р. Курбанбеков, М.К. Скаков, В.В. Бакланов, В.И. Яковлев

В работе представлены результаты микроструктурного анализа образцов на основе системы Ti-Al-Nb, полученных методом искроплазменного спекания при температурах 1100, 1200, 1300 и 1550 ºC. Определена относительная плотность образцов. Выявлено, что микроструктура поверхности образцов, спеченных при температурах 1100, 1200 ºC, неоднородна и состоит из мелких и крупных зерен фаз – α_2, Nb_2Al и дисперсных выделений Ti_2AlNb – фазы и с нерегулярной пластинчатой структурой, а также из непрореагировавших частиц ниобия и титана. С увеличением температуры (1300, 1550 ºC) образцы имеют однородную, ламельную структуру. С помощью энергодисперсионного рентгеновского анализа было проведено картирование и установлено распределение элементов по поверхности образцов.

Ключевые слова: интерметаллид, алюминид титана, искроплазменное спекание, микроструктура, картирование, фазовый состав.

ВВЕДЕНИЕ

Как известно, титановые сплавы на основе упорядоченных интерметаллидных соединений TiAl и Ti_3Al являются важным классом конструкционных сплавов с уникальным набором физических и механических свойств. В отличие от традиционных конструкционных материалов, эти сплавы обладают уникальным набором механических свойств, таких как высокий модуль упругости, жаропрочность и коррозионная стойкость [1-3]. Поэтому они являются перспективными материалами для широкого применения в разных отраслях промышленности. Рациональное легирование позволяет, варьируя состав и структуру сплавов, влиять на их физико-механические свойства [3]. В последние годы Nb стал одним из основных легирующих элементов двухфазных $\alpha_2 + \gamma$-титан-алюминидных сплавов [4]. Отметим, что в последнее время все больший интерес вызывает разработка и технология получения сплавов на основе Ti-Al-Nb [5]. Введение Nb в оптимальных количествах приводит к увеличению энергии активации диффузии, которая способствует измельчению структуры материала [6]. Также известно, что дополнительное введение ниобия в систему Ti-Al приводит к повышению свойств адсорбции-десорбции водорода за счет образования наноразмерных фаз, имеющие менее плотную упаковку по сравнению с ГПУ-решеткой Ti_3Al. Наиболее перспективной для водородопоглощения является орторомбическая решетка на основе Ti_2AlNb [7]. Диаграммы фазовых равновесий тройной системы Ti-Al-Nb, фазовый состав соответствующих сплавов и их структура исследованы благодаря практическому интересу к таким сплавам [8-10]. Однако в литературе мало систематических исследований сплавов, относящихся к данной системе. В настоящее время применяются различные методы для получения интерметаллидов, в том числе методы порошковой металлургии, самораспространяющего высокотемпературного синтеза (СВС), литейные, электродуговые и т.д. [11-13]. В последние десятилетия особое развитие получил метод искроплазменного спекания (SPS – Spark Plasma Sintering) [14-15]. Принцип SPS заключается в совместном воздействии на порошковый материал импульсного постоянного тока и механического давления. Материал в зоне воздействия разогревается до очень высоких температур, вплоть до плазменного состояния. При этом механическое давление в зоне воздействия формирует требуемые свойства получаемых материалов [16].

Принимая во внимание вышеизложенное, на наш взгляд, весьма актуальной темой является изучение физико-механических свойств интерметаллидных сплавов. Тройная система Ti-Al-Nb предлагает множество вариантов интерметаллидных соединений и может быть использована для создания сплавов с различными физико-механическими свойствами.

Целью настоящей работы являлось изучение микроструктуры, фазового состава и характера распределения элементов по всей поверхности материала на основе системы Ti-Al-Nb, полученного методом искроплазменного спекания при разных температурах.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исходных сырьевых материалов для получения Ti-Al-Nb-композита использовали порошки Ti (99,9 %), Nb (99,96 %) и Al (99,98). Соотношение порошков в формируемой композиции составляло Ti-23,5ат.%Al-21ат.%Nb. Смешивание порошков проводили в вибрационной микромельнице PULVERISETTE 0 (фирмы FRITSCH). Для создания компактных образцов на основе интерметаллидов системы Ti-Al-Nb в работе использовали технологию искроплазменного спекания порошковых смесей (SPS-технология). Одним из основных достоинств данной технологии является кратковременность процесса спекания материала, позволяющая сохранить мелкодисперсную структуру. Спекание порошковых смесей проводили на специальной установке Labox-1575. По окончании спекания образцы приобретали цилиндрическую форму диаметром 20 мм и высотой 5,5-6,5 мм. Плотность образцов определяли, как расчетным методом (зная массу и геометрические размеры), так и методом гидростатического взвешивания. Процесс искроплазменного спекания осуществлялся при следующих условиях: скорость нагрева – 100 °С/мин, давление – 12 МПа, изотермическая выдержка 5 мин при температуре 1100-1550 ºС в вакууме 10^{-5} Па. Структурные исследования спеченных образцов проводили методами оптической металлографии (Olympus BX41M) и сканирующей электронной микроскопии (JSM-6390 с EDS детектором JED-2300).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В ходе исследований было выявлено, что особенностью всех спеченных образцов является отсутствие микротрещин рис 1. Всем образцам характерно присутствие дефектов в виде пор. Максимальная пористость зафиксирована в образце, спеченном при температуре 1100 ºС. Влияние температуры спекания на относительную (к теоретической) плотность спеченных образцов представлено в таблице 1.

Таблица 1- Относительная плотность образцов на основе системы Ti-Al-Nb, полученных спеканием при различных температурах

Состав образцов	Температура спекания, ºС	Относительная плотность, %
Ti-23,5ат.%Al -21ат.%Nb	1100	80
	1200	82
	1300	85
	1550	88

Как видно из таблицы, при увеличении температуры спекания порошковой смеси до 1550 ºС плотность материала возрастает вплоть до 88 %.

Результаты исследования миикроструктуры образцов, содержащих Ti-23,5ат.%Al-21ат.%Nb, после искороплазменного спекания при 1100, 1200, 1300 и 1550 ºС, представлены на рис. 1. Металлографический анализ поверхности образцов, спеченных при температурах 1100, 1200 ºС, показал неоднородную микроструктуру, состоящую из мелких и крупных зерен с нерегулярной пластинчатой структурой предполагаемых интерметаллидных фаз – α_2, Nb_2Al и дисперсных выделений Ti_2AlNb – фазы. Также наблюдались достаточно крупные участки, приведенные на рис. 1 а,б, непрореагировавшего ниобия и титана.

Исследование морфологии поверхности образцов, спеченных при температурах 1300, 1550 ºС, показало образование однородной ламельной структуры, состоящей из крупных и мелких пластин. По результатам исследований микроструктуры можно сказать, что образцы состоят из трех интерметаллидных фаз, которые представляют собой: α_2-фаза, темная – Nb_2Al и предполагаемая орторомбическая Ti_2AlNb – фаза, которая позволяет повысить пластические свойства материала (рис. 1 в,б).

Более отчетливо структурные составляющие были идентифицированы при исследовании микрошлифов методами сканирующей электронной микроскопии с детектором энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии JED-2300.

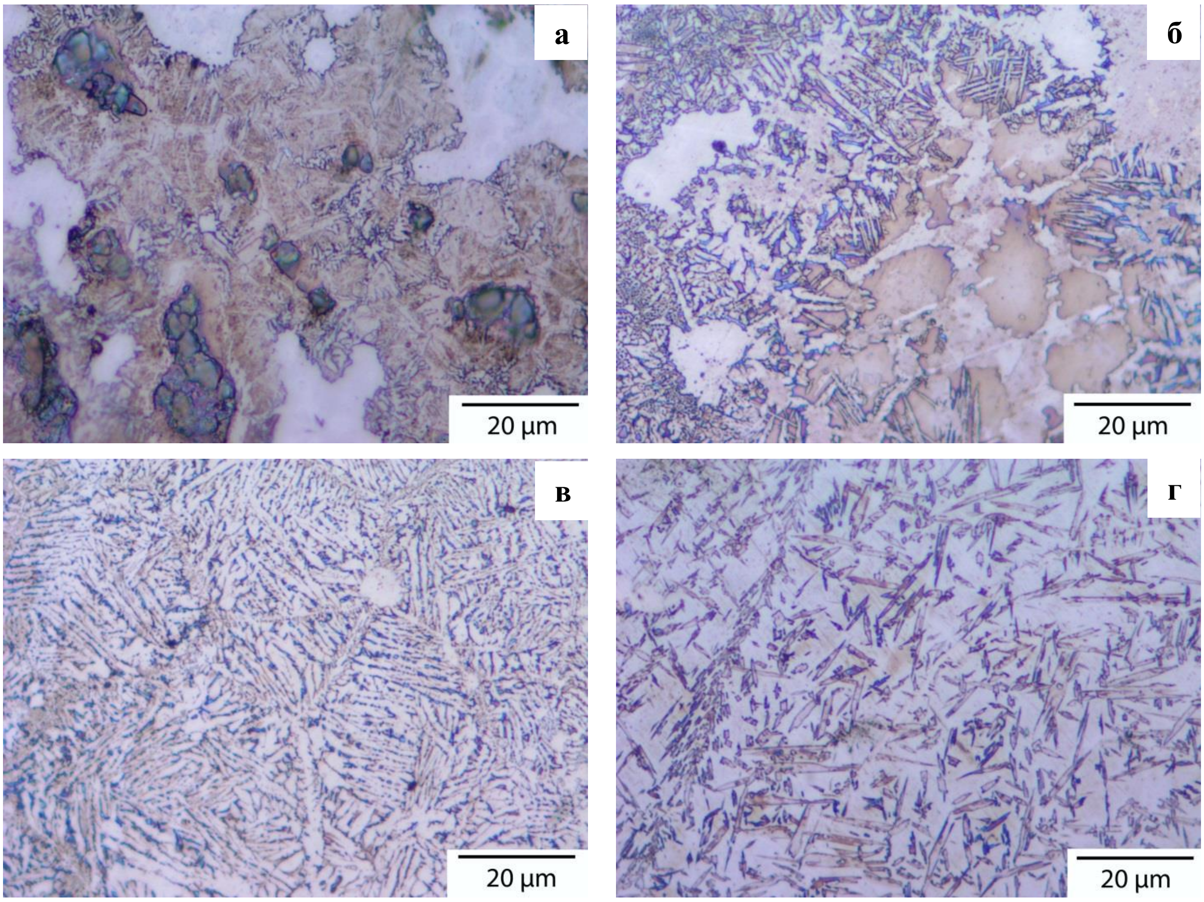

Рисунок 1 - Микроструктура образцов Ti-23,5ат.%Al-21ат.%Nb после спекания при температурах 1100 ºС (а), 1200 ºС (б), 1300 ºС (в), 1550 ºС (г)

Более отчетливо структурные составляющие были идентифицированы при исследовании микрошлифов методами сканирующей электронной микроскопии с детектором энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии JED-2300. При анализе полученных данных электронной микроскопии и локального элементного анализа, выявлена объемная неоднородность формирования идентифицированных фаз (α_2, Nb_2Al, и «O» – фазы) в исследуемых образцах. Полученные карты распределения элементов (рис. 2) указывают на неравномерность диффузии компонент по объему образцов. В образцах, полученных при относительно низких температурах спекания (1100,1200 ºС) присутствуют области скопления ниобия. Поскольку температура плавление ниобия составляет 2468 ºС отсутствие его полного растворения при искроплазменном спекании объяснимо. Анализ распределения элементного состава области серого света (рис. 2 б,г, обл. 2), идентифицированная как α_2 фаза, указывает на повышенное содержание титана и алюминия в соотношении 3:1. Темно серые участки с пластинчатым строением представляют собой предполагаемую Ti_2AlNb - фазу (на рис. 2 б,г обозначено как обл. 3). Также по распределению элементного состава наблюдалось совпадение соотношения элементов фазы Nb_2Al. Элементный состав всех указанных областей приведены в таблице 2. Видно, что при температурах спекания 1100, 1200 ºС процессы диффузии ниобия в титане медленнее, чем диффузия алюминия. Равновесные концентрации ниобия, содержащиеся в системе Ti-Al-Nb, не позволяют получить однородного распределения при данной температуре. Как следует из характера распределения элементного состава, основными соединениями интерметаллидов при спекании являются α_2, Nb_2Al, Ti_2AlNb -фазы.

По результатам сканирующей электронной микроскопии микроструктуры образцов, спеченных при температурах 1300, 1550 ºС, выявлена более однородная ламельная структура, состоящая из α_2 – и предполагаемой Ti_2AlNb – фаз, приведенных на рис. 3 а,в.

Анализ результатов картирования подтверждает существование в интерметаллидных соединениях обозначенных ранее фаз. На рис. 3 б,г показаны области с повышенным содержанием титана.

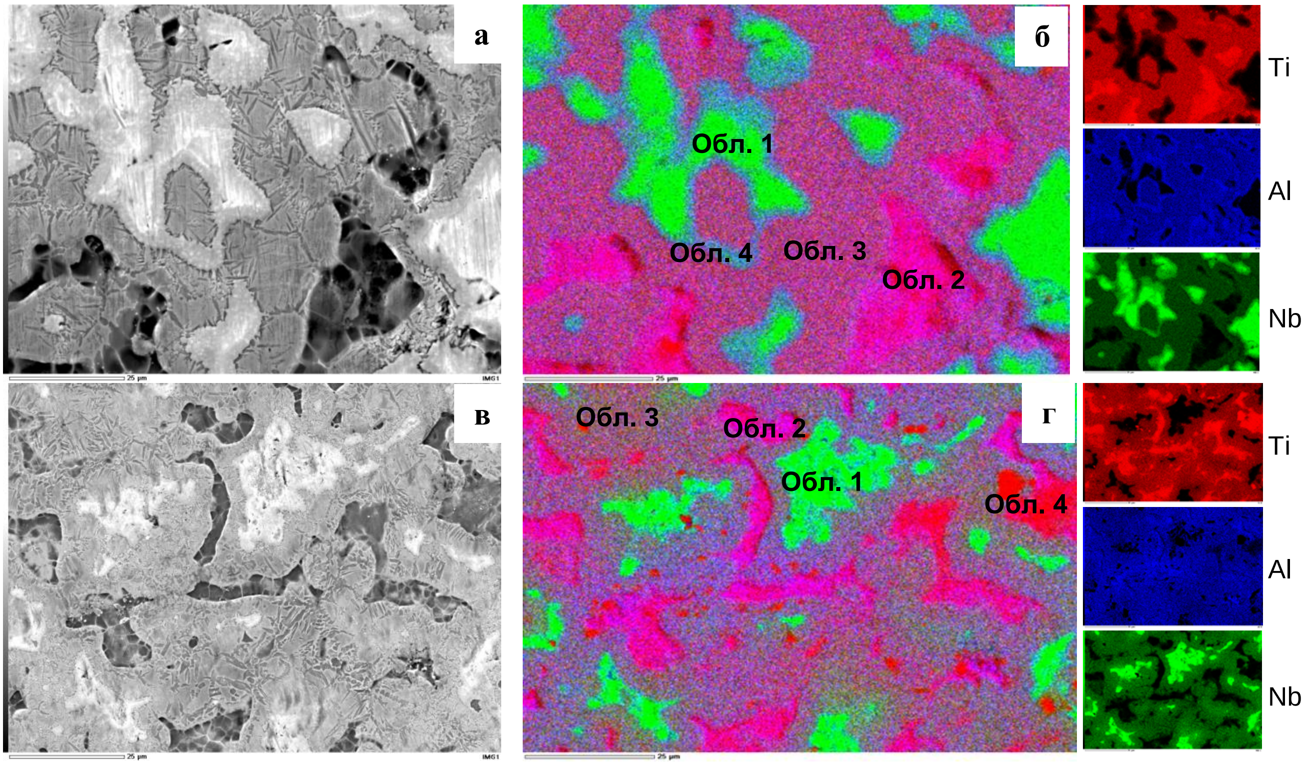

Рисунок 2 - Микроструктуры и карты Ti-23,5ат.%Al-21ат.%Nb после спекания при температурах 1100 ºС (а,б), 1200 ºС (в,г)

Таблица 2 - Химический состав образцов на основе системы Ti-Al-Nb после спекания при температурах 1100, 1200 ºС

Элементы, в ат. %	**1100 ºС**				**1200 ºС**			
	Обл. 1	Обл. 2	Обл. 3	Обл. 4	Обл. 1	Обл. 2	Обл. 3	Обл. 4
Ti	0,31	70,56	56,97	33,62	1,70	68,78	53,66	81,93
Al	0,35	25,61	22,15	24,70	8,58	27,48	22,68	16,04
Nb	99,34	3,83	20,87	41,68	89,72	3,74	23,66	2,03

В таблице 3 приведены результаты элементного анализа обозначенных на рис. 3 б,г областей. Как видно из таблицы, соотношение атомных масс элементов также подтверждает наличие трех упорядоченных фаз: α_2 – фазы, Ti_2AlNb – фазы, Nb_2Al –фазы. Из анализа изображений картирования можно сделать вывод о наличии более гомогенного распределения данных фаз по объему образцов, спеченных при температурах 1300, 1500 ºС.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании анализа результатов исследований образцов на основе системы Ti-Al-Nb, полученных искроплазменным спеканием при температурах 1100, 1200, 1300 и 1550 ºС можно сделать следующие выводы:

- относительная плотность образцов увеличивается с ростом температуры спекания и достигает значения 88 % от теоретической;

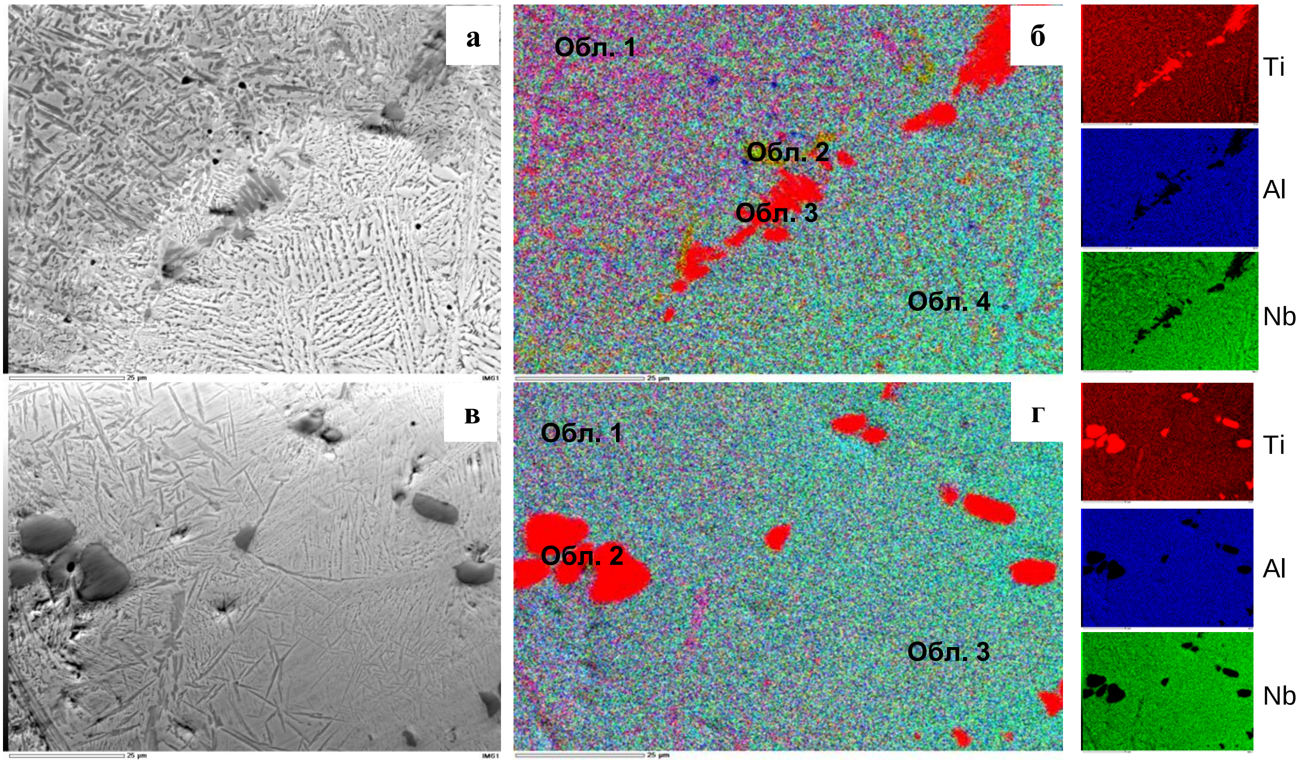

Рисунок 3 - Микроструктуры и карты распределения элементов по поверхности образцов Ti-23,5ат.%Al-21ат.%Nb после спекания при температурах 1300 ºС (а), 1550 ºС (б)

Таблица 3 - Химический состав образцов на основе системы Ti-Al-Nb после спекания при температурах 1300, 1550 ºС

Элементы, в ат. %	**1300 ºС**				**1550 ºС**		
	Обл. 1	Обл. 2	Обл. 3	Обл. 4	Обл. 1	Обл. 2	Обл. 3
Ti	50,80	60,73	87,93	44,47	45,52	92,78	43,06
Al	24,20	9,52	4,97	24,43	24,38	1,37	24,31
Nb	25,00	29,75	7,10	31,10	30,10	5,85	32,63

- установлено, что микроструктура образцов, спеченных при температурах 1100, 1200 ºС, неоднородна, состоит из мелких и крупных зерен α_2 –фазы, Nb_2Al и дисперсных выделений фазы Ti_2AlNb. Кроме того, фиксируются непрореагировавшиеся частицы ниобия и титана.При увеличении температуры до 1300, 1550 ºС микроструктура образцов становится ламельной, более однородной и представлена следующим набором идентифицируемых: α_2; Nb_2Al ; O – фаз;

По результатам картирования выявлено, что с увеличением температуры искроплазменного спекания наблюдаются активные процессы диффузии в системе Ti-Al-Nb, которые приводят к образованию более однородной микроструктуры по всему объему образцов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Горынин И.В., Чечулин Б.Б. Титан в машиностроении. – М.: Машиностроение, 1990. – 399 с.

2. Shuleshova T.G., Woodcock H.-G., et al. Metastable Phase Formation in Ti-Al-Nb Undercooled Melts // Acta Materialia. – 2007. – Vol. 55, №2. – P. 681-689.

3. Имаев Р.М., Хисматуллин Т.Г., Оеринг М., Аппель Ф. Новые подходы к разработке сплавов на основе фаз γ-TiAl+α_2-Ti_3Al // Физика металлов и металловедение. – 2006. – №1. – С. 114-122.

4. Huang A., Hu D., Xinhua WuLoretto, M.H. The Influence of Interrupted Cooling on the Massive Transformation in Ti46Al8Nb // Intermetallics. – 2007. – Vol. 23, №5. – P. 1147-1155.

5. Bystrzanowski S., Bartels A., Stark A., Gerling R., Schimansky F.-P., Clemens H. Evolution of Microstructure and Texture in Ti-46Al-9Nb Sheet Material During Tensile Flow at Elevated Temperatures // Intermetallics. – 2010. – Vol. 18. – P. 1046-1055.

6. Raghavan V. Al – Nb – Ti (Aluminum – Niobium – Titanium) // Journal of Phase Equilibria and Diffusion. – 2010. – Vol. 31, №1. – P. 47-52.

7. Горкин И.В. Исследования и разработка ФГУП ЦИНК КМ «ПРОМЕТЕЙ» в области конструкционных наноматериалов // Российские нанотехнологии. – 2007. – №3-4. – С. 36-57.

8. Witusiewicz V.T., Bondar A.A., Hecht U., Velikanova T.Ya. The Al-B-Nb-Ti System IV. Experimental Study and Thermodynamic Reevalution of the Binary Al-Nb and Al-Nb-Ti Systems // Jornal of Alloys and Compounds. – 2009. – Vol. 472, №1-2. – P. 133-161

9. Raghvan V. Al-Nb-Ti (Aluminum-Niobium-Titanium) // Journal of Phase Equilibria and Diffusion. – 2012. – Vol. 33, №2. – P. 143-144.

10. Tretyachenko L.O. Aluminium-Niobium-Titanium // Landolt-Börnstein, Numerical Data and Functional Relationships in Science and Technology (New Series). Group IV: Physical Chemistry. –Ternary Alloy Systems. Phase Diagrams, Crystallographic and Thermodyamic Data Critically Evaluated by MSIT. - Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2005. – 11A3. – P. 334-379.

11. Кипарисов С.С., Либенсон Г.А. Порошковая металлургия. – М.: Металлургия, 1991. – 432 с.

12. Итин В.И., Найбороденко Ю.С. Высокотемпературный синтез интерметаллических соединений. - Томск: Изд-во Томск, ун-та, 1989. – 214 с.

13. Tokita M. Development of Advanced Spark Plasma Sintering (SPS) Systems and its applications // Ceramic Transaction. – 2006. –Vol. 194. – P. 51-60.

14. Болдин М.С. Физические основы технологии электроимпульсного плазменного спекания: учеб. -метод. Пособие / Нижегород. гос.ун-т. – Нижний Новгород, 2012. – 59 с.

15. Zhang F., Otterstein E., Burkel E. Spark Plasma Sintering, Microstructures and Mechanical Properties of Macroporous Titanium Foams // Advanced Engineering Materials. – 2010. – Vol. 12, №9. – P. 863-872.

16. Jabbar H., Monchoux J.-P., Houdelier F., Dolle M., Schimansky F.-P., Pyczak F., Thomas M., Couret A. Microstructure and Mechanical Properties of High Niobium Containing TiAl Alloys Elaborated by Spark Plasma Sintering // Intermetallics. 2010. – Vol. 18, №12. – P. 2312-2321.

Каракозов Б.К. *–научный сотрудник Института атомной энергии Национального ядерного центра Республики Казахстан, karabat62@mail.com*

Ситников А.А. *– д.т.н., профессор кафедры «Наземные транспортно-технологические системы» АлтГТУ им. И.И. Ползунова, sitalan@mail.ru*

Курбанбеков Ш.Р. *– доктор философии PhD, старший научный сотрудник Института атомной энергии Национального ядерного центра Республики Казахстан, sherzod05_88@mail.ru.*

Скаков М.К. *– д.ф.-м.н., профессор, заместитель генерального директора по науке Национального ядерного центра Республики Казахстан), skakovmk@mail.ru.*

Бакланов В.В. *– заместитель директора по материаловедческим исследованиям Института атомной энергии Национального ядерного центра Республики Казахстан,* baklanov@nnc.kz.

Яковлев В. И. *– к.т.н., доцент, заведующий лабораторией, старший научный сотрудник, АлтГТУ им. И.И. Ползунова,* **anicpt@rambler.ru**