

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ
ІНСТИТУТ МЕТАЛОФІЗИКИ

На правах рукопису
УДК 536.46:661.882:621.78

САВВАКІН Дмитро Георгійович

**ФАЗОВІ ТА СТРУКТУРНІ ПЕРЕТВОРЕННЯ ПРИ
СИНТЕЗИ І ШВИДКІСНОМУ НАГРІВАННІ СПЛАВІВ
НА ОСНОВІ АЛЮМІНІДІВ ТИТАНУ**

Спеціальність 05.16.01 - металознавство та термічна обробка
металів

*Автореферат дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук*

Київ - 1996

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана в Інституті металофізики НАН України.

- Науковий керівник: доктор технічних наук, професор **Івасишин О. М.**
- Науковий консультант: кандидат технічних наук, старший науковий співробітник **Демидик О.М.** (Інститут проблем матеріалознавства НАН України)
- Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор **Гордієнко А. І.** (Фізико-технічний інститут АН Білорусії)
доктор технічних наук **Іванченко В. Г.** (Інститут металофізики НАН України)

Провідна організація: Київський університет ім. Т.Г.Шевченка

Захист відбудеться "30" травня 1996 р. о 14 годині на засіданні Спеціалізованої Вченої Ради Д 01.75.02 при Інституті металофізики НАН України за адресою: 252680, ГСП, Київ-142, бульвар Академіка Вернадського, 36, конференц-зал Інституту металофізики НАН України.

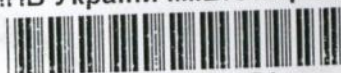
З дисертацією можна ознайомитися у науковій бібліотеці Інституту металофізики НАН України.

Відгуки на автореферат у двох примірниках, завірених печаткою установи, просимо надсилати за адресою: 252680, ГСП, Київ-142, бульвар Академіка Вернадського, 36, Інститут металофізики НАН України.

Автореферат розісланий "25" вересня 1996 р.

Вчений секретар
Спеціалізованої Ради Д 01.75.02
кандидат фіз.-мат. наук

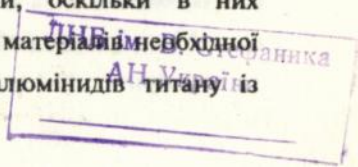
Мадатова МАДАТОВА Е. Г.



ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Титанові сплави, завдяки високій питомій міцності та корозійній стійкості широко використовуються як конструкційний матеріал в авіаційній, космічній та інших галузях промисловості. Проте їх можливості вичерпуються на рівні температур 580-600°C, вище яких їх властивості різко спадають. Тому останнім часом підвищена увага приділяється сплавам на основі інтерметалідів титану, які за своїми потенційними можливостями значно перевищують стандартні титанові сплави. Зокрема, алюмініди титану Ti_3Al (α_2 -фаза), $TiAl$ (γ -фаза) та сплави на їх основі можуть працювати при більш високих температурах, крім того вони мають меншу питому вагу, що дуже важливо для матеріалів аерокосмічного призначення. Планується, що алюмініди титану розширять температурний інтервал використання титанових сплавів до 700-800°C, а це дасть змогу частково замінити ними значно важчі сплави на основі нікелю, перш за все, в газотурбінних двигунах. Проте практичне використання алюмінідів титану стримується їх недостатньою пластичністю, яка є причиною низької надійності виробів із них в експлуатації та ряду технологічних проблем.

Підвищити технологічність алюмінідів титану можна, застосовуючи методи порошкової металургії, які дозволяють отримувати деталі складної форми з цих матеріалів. При цьому технологічні процеси можуть базуватись як на механічному компактуванні порошків із попередньо виплавлених сплавів, так і на синтезі алюмінідів титану з суміші елементарних порошків з одночасним їх компактуванням. Саме останні процеси є особливо перспективними та економічно вигідними, оскільки в них відсутня попередня металургійна підготовка матеріалу необхідної стехіометрії. Проте проблема отримання алюмінідів титану із



елементарних порошків стримується, перш за все, відсутністю відомостей про послідовність фазових перетворень при синтезі. Не вирішеною на момент початку даної роботи була і проблема отримання кінцевого продукту потрібного фазового складу з густиною, близькою до теоретичної, який міг би бути придатним для подальшої термообробки з метою оптимізації структури та покращення фізико-механічних властивостей матеріалу. Тому проведення систематичного дослідження методів синтезу алюмінідів титану з використанням різних вихідних матеріалів та їх впливу на фазовий склад є актуальною задачею.

Основні зусилля матеріалознавців стосовно підвищення пластичності алюмінідів титану останнім часом спрямовані на оптимізацію їх складу, переважно шляхом додаткового легування β -стабілізуючими елементами (Nb, Mo, Cr, V), та мікроструктури. Застосування методів швидкісної термообробки дозволяє створити в металевих матеріалах особливі структурні стани, які мають недсяжний традиційними методами термічного впливу рівень фізико-механічних властивостей. Проте даних про фазову стабільність та закономірності фазових і структурних перетворень в сплавах на основі алюмінідів титану було недостатньо для використання цього підходу. Повністю відсутні були дані про механізм та кінетику фазових та структурних перетворень в нерівноважних умовах швидкого нагрівання та охолодження, які є фізичною основою швидкісної термообробки. Останнє визначає актуальність дослідження впливу швидкісної термообробки на фазовий склад і мікроструктуру литих сплавів на основі алюмінідів титану з метою підвищення їх механічних властивостей.

Мета і задачі роботи. Метою даної роботи було встановлення закономірностей фазових і структурних перетворень при синтезі

алюмінідів титану методами порошкової металургії та при їх швидкісному нагріванні. Для досягнення даної мети необхідно було вирішити такі задачі:

- дослідити процеси фазових перетворень при синтезі алюмінідів титану з елементарних порошків методами саморозповсюджуючогося високотемпературного синтезу (СВС) та реакційного спікання, визначити оптимальний метод та режими синтезу однофазних алюмінідів титану;

- визначити вплив параметрів вихідної порошкової суміші та умов синтезу, зокрема, температури, швидкості нагрівання, середовища, додаткової високотемпературної витримки та деформації на характеристики кінцевого продукту з метою максимального прискорення синтезу;

- дослідити процеси фазових перетворень в сплавах на основі алюмінідів титану в нерівноважних умовах швидкого нагрівання та охолодження;

- встановити закономірності формування мікроструктури при швидкісній термообробці та сформувати нові структурні стани з підвищенням рівнем механічних властивостей.

При вирішенні даних задач були отримані наступні нові наукові результати:

1. Вперше синтезовано гомогенний однофазний алюмінід титану Ti_3Al з порошкової суміші титану та алюмінію методом СВС, встановлено оптимальні параметри процесу синтезу.

2. Встановлено, що синтез алюмінідів титану при реакційному спіканні порошкової суміші титану та алюмінію проходить, головним чином, після плавлення алюмінію, дифузійні процеси в твердому стані не вдається прискорити попередньою механічною обробкою, що негативно впливає на

швидкість фазоутворення при синтезі, фазову однорідність кінцевого продукту та його пористість.

3. Показано, що використання гідриду титану замість титану у вихідній порошковій суміші сприяє практично повній реакції алюмінію з титаном у твердому стані при температурах, які не перевищують точку плавлення алюмінію, що є основною передумовою синтезу алюмінідів титану з густиною, близькою до теоретичної, без використання високих тисків.

4. Встановлено вплив середовища, в якому проходить синтез, на послідовність фазових перетворень і зроблено висновок про доцільність проведення синтезу в вакуумі.

5. Вперше методом реакційного спікання синтезовані однофазні алюмініди титану і композити на їх основі з густиною, близькою до теоретичної, з порошкової суміші гідриду титану та алюмінію і визначені оптимальні параметри синтезу.

6. Вперше досліджені процеси фазових перетворень та визначені закономірності формування мікроструктури в промислових сплавах на основі алюмінідів титану "Super- α_2 " та γ -Ti-48Al-3Cr в нерівноважних умовах швидкісного нагрівання та її вплив на механічні властивості.

7. Встановлена від'ємна температурна залежність електроопору сплаву "Super- α_2 " в широкому температурному інтервалі і показано, що її причиною є особливості кристалічної будови β (B2) фази.

Основні наукові положення, що виносяться на захист:

1. Синтез однофазних гомогенних алюмінідів титану з густиною, близькою до теоретичної, із елементарних порошків методами термічного впливу, без застосування високих тисків можливий тільки в тому випадку, якщо алюміній повністю

вступає в реакцію в твердому стані, що досягається заміною порошку титану у вихідній суміші на гідрид титану.

2. Формування дрібнозернистої структури високотемпературної фази в промислових сплавах на основі алюмінідів титану методами швидкісної термообробки веде до значного покращення механічних властивостей, проте позитивний вплив дрібнозернистості в α_2 -сплавах може бути завуальований високим рівнем концентраційної, а, значить, і мікроструктурної негомогенності.

3. Аномальна температурна залежність електроопору α_2 - сплавів в широкому температурному інтервалі, яка має зворотній характер і зникає при розпаді β -фази (як при нагріванні, так і при охолодженні), пов'язана з утворенням в $\beta(B2)$ фазі структурних флуктуацій, в яких відбуваються атомні зміщення відповідно до структури типу 2H (гексагональна з можливим орторомбічним викривленням).

Наукова та практична цінність. Результати, отримані в роботі, складають наукову основу удосконалення та розробки нових методів синтезу алюмінідів титану, а також є основою для формування нетрадиційними методами термообробки необхідних фазових і структурних станів в промислових сплавах на основі алюмінідів титану. Виходячи з отриманих результатів, були запропоновані нові способи:

- отримання однофазних алюмінідів титану методами саморозповсюджуючогося високотемпературного синтезу та реакційного спікання, які дозволяють значно прискорити синтез та проводити його з відносно низькими енерговитратами; отримано позитивні рішення по заявках на три патенти;

- швидкісної термообробки литих сплавів на основі алюмінідів титану, які дозволяють отримувати структурні стани,

недосяжні стандартними методами, з підвищеним комплексом механічних характеристик, зокрема, пластичністю.

Ступінь достовірності результатів. Достовірність отриманих результатів зумовлена використанням апробованих і взаємоадекватних методів досліджень, експериментальні результати відповідають теоретичним уявленням, висновки є науково обгрунтованими.

Особистий внесок дисертанта складається з підготовки експериментів, проведення експериментальних досліджень та термодинамічних розрахунків, участі в аналізі отриманих результатів. Усі важливі результати були отримані особисто автором або за його безпосередньої участі.

Апробація роботи. Основні результати роботи доповідалися на наукових конференціях: World Congress on Powder Metallurgy, Paris, France (червень 1994 р.); 16th International SAMPE Europe Conference, Salzburg, Austria (травень-червень 1995 р.); Міжнародній конференції "Воднева обробка матеріалів" (вересень 1995 р.), Донецьк, Україна; 8th World Conference on Titanium, Birmingham, UK (жовтень 1995 р.).

Публікації. По результатах досліджень опубліковано 5 робіт та отримано позитивні рішення по заявках на 1 авторське свідоцтво та 2 патенти.

Структура і об'єм роботи. Дисертація складається з вступу, п'яти глав, висновків, списку використаної літератури з 129 найменувань, викладена на 122 сторінках друкованого тексту, містить 54 малюнки та 7 таблиць.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У вступі обгрунтована актуальність задачі дослідження фазових і структурних перетворень при синтезі алюмінідів титану

та при швидкісній термообробці сплавів на їх основі та сформульовані наукові положення, що виносяться на захист.

В першій главі приведені літературні дані про фізико-механічні властивості алюмінідів титану та сплавів на їх основі, аналізуються можливі шляхи підвищення їх пластичності та технологічності. Зазначається, що метод швидкісної термообробки титанових сплавів є можливим шляхом підвищення комплексу механічних властивостей сплавів на основі алюмінідів титану. На основі літературних даних сформульовані задачі дослідження.

В другій главі дана коротка характеристика використаних в роботі порошкових матеріалів і промислових сплавів на основі алюмінідів титану та описується методика дослідження.

При дослідженні синтезу алюмінідів титану методами порошкової металургії використовували порошки титану з середнім розміром 100 мкм, гідриду титану (80 мкм) та алюмінію (100 мкм). При синтезі методом СВЧ використовували пресовані порошкові суміші титану та алюмінію, які нагрівали до температур 590-950°C спеціальним ініціюючим пристроєм або в печі для початку процесу синтезу. При нагріванні порошкова суміш знаходилась під тиском для забезпечення низької пористості. При синтезі методом реакційного спікання використовували суміші титану з алюмінієм та гідриду титану з алюмінієм. Пресовані порошкові суміші нагрівали для синтезу до 475-1080°C в вакуумі та середовищі інертного газу. Частину зразків додатково деформували в процесі синтезу для визначення впливу деформації на швидкість синтезу. Фазові перетворення в процесі синтезу досліджували методами високотемпературного рентгенівського аналізу та диференціального термічного аналізу.

Для дослідження впливу швидкісної термообробки на фазовий склад та мікроструктуру використовували сплави на

основі алюмінідів титану Ti_3Al та $TiAl$: "Super α_2 " ($Ti-25Al-10Nb-3V-1Mo$) (атомні %) на основі α_2 та β фаз та сплав $Ti-48Al-3Cr$ на основі $\gamma+\alpha_2$ фаз виробництва США. Зразки нагрівали в повітрі з швидкостями 0.16-100 К/с пропусканням через них струму частотою 50 Гц. Охолодження проводили з швидкостями 0.66-700 К/с зменшенням струму та подачею на зразок через спреєр під різним тиском повітря або води. Для безпосереднього спостереження фазових перетворень в процесі термообробки використовували терморезистометричний метод, оскільки він є найбільш чутливим методом дослідження фазових перетворень в титанових сплавах. В роботі використовували диференціальний метод вимірювання електроопору шляхом автоматичного запису величини, пропорційної електроопорі зразка, в залежності від температури. Використання високочастотного струму постійної амплітуди для вимірювання електроопору дозволяє довільно змінювати струм нагрівання, оскільки він не впливає на величину вихідного сигналу, яка залежить виключно від зміни електроопору зразка при нагріванні або охолодженні.

Рентгенівський фазовий аналіз проводили на установці ДРОН-3М з високотемпературною приставкою УРВТ-2000ВП в фільтрованому мідному випромінюванні. Диференціальний термічний аналіз проводили на установці ВДТА-8М3. Мікроструктуру сплавів досліджували на оптичному мікроскопі "Neophot-32" та електронному мікроскопі "Tesla BS-540". Однорідність хімічного складу досліджуваних матеріалів визначали за допомогою рентгенівських мікроаналізаторів "Superprobe-733" та "Cameca SX-50".

В третій главі приведені результати досліджень процесів синтезу алюмінідів титану з порошкових сумішей титану та алюмінію методами СВС та реакційного спікання. Перевагою

методу СВС є велика швидкість синтезу, який починається при локальному перегріванні порошкової суміші вище температури плавлення алюмінію і, за рахунок екзотермічної реакції титану з алюмінієм, розповсюджується протягом кількох десятків секунд у вигляді хвилі горіння по всьому об'єму порошкової суміші. За рахунок оптимізації параметрів синтезу були отримані однофазні алюмініди титану Ti_3Al , $TiAl$ та $TiAl_3$ безпосередньо в ході СВС-процесу. За даними мікрорентгеноспектрального аналізу, отриманий матеріал є гомогенним, але має велику кількість пор. За результатами досліджень запропонований новий метод синтезу алюмініду титану Ti_3Al , отримано позитивне рішення по заявці на авторське свідоцтво СРСР. Слід відмітити, що для отримання щільного матеріалу необхідно проводити синтез в спеціальних прес-формах, або використовувати метод СВС у сукупності із наступною газостатичною обробкою, що значно ускладнює весь процес.

При синтезі алюмінідів титану методом реакційного спікання очевидною є необхідність активізувати дифузійні процеси за рахунок отримання високодисперсної вихідної порошкової суміші. Проте механічною обробкою досягти цього не вдалося, оскільки висока пластичність титану і алюмінію не дозволила подрібнити суміш навіть кількогодинним розмолотом в кульових млинах. Високотемпературний рентгенівський аналіз (ВТРА) і диференціальний термічний аналіз (ДТА) показали, що синтез проходить, головним чином, при температурах, вищих за точку плавлення алюмінію, з утворенням навколо часток титану шару алюмінідної фази $TiAl_3$. При цьому формуються перехідні бар'єрні зони різної концентрації, які перешкоджають вирівнюванню фазового і хімічного складу. Дифузійні процеси проходять дуже повільно, і однофазний, хімічно гомогенний

кінцевий продукт не вдається отримати навіть при тривалих високотемпературних витримках (24 години при 900°C). В результаті рідкофазної реакції титану з алюмінієм різко підвищується пористість, об'єм заготовки зростає майже вдвічі. Очевидно, що отримати цим методом матеріали необхідної густини без застосування високих тисків неможливо. Логічним завершенням проведених експериментів є висновок про те, що метод реакційного спікання є безперспективним для синтезу алюмінідів титану, якщо не знайти шляхи прискорення дифузійних процесів у твердому стані.

Четверта глава присвячена фізичному обґрунтуванню процесу синтезу алюмінідів титану методом реакційного спікання з заміною порошку титану на гідрид титану в суміші з алюмінієм. Основна ідея такого процесу полягає в тому, що гідрид титану, порівняно з титаном, має значні переваги в вирішенні проблеми активізації процесів синтезу. Завдяки своїй крихкості, він добре подрібнюється при механічній обробці, а при спільному розмолі з алюмінієм деформує алюміній і вносить в його кристалічну ґратку значну кількість дефектів. При нагріванні гідрид титану розпадається з утворенням титану, така перебудова кристалічної ґратки приводить до утворення додаткових дефектів внаслідок різниці питомих об'ємів (водневофазове нагартування), чому сприяє низька температура розпаду. Нарешті, не виключалось, що водень, який виділяється при розпаді гідриду, здатний відновити окисну плівку, що вкриває порошкові частинки алюмінію. Вищенаведені фактори повинні сприяти активізації дифузійних процесів, а, оскільки водень легко видалити з титанових сплавів наступним відпалом у вакуумі, то використання гідриду титану не може негативно впливати на характеристики кінцевого матеріалу.

В ході експериментів методами ВТРА та ДТА, які повністю підтвердили можливість прискорення процесів фазоутворення при синтезі даним способом, досліджувалися фазові перетворення при розпаді гідриду титану в вакуумі та середовищі інертного газу, а також можливий вплив механізму розпаду гідриду на швидкість синтезу. Було встановлено, що при нагріванні в вакуумі розпад проходить при температурах 300-360°C, і, в залежності від швидкості нагрівання, можливі два його варіанти: 1) $TiH_2 \rightarrow \alpha + TiH_2 \rightarrow \alpha$ (швидкість нагрівання ~ 5 К/с) та 2) $TiH_2 \rightarrow \beta + TiH_2 \rightarrow \alpha + \beta \rightarrow \alpha$ (10-20 К/с). В атмосфері інертного газу розпад гідриду затримується до значно вищих температур (500-640°C), і протікає тільки з утворенням β -фази. Завдяки значному прискоренню взаємної дифузії в подрібненій (1-2 мкм) і нагартованій порошковій суміші алюмінідні фази починають з'являтися вже при температурах $\approx 400^\circ C$. При подальшому нагріванні алюміній повністю вступає в реакцію в твердому стані з утворенням алюмініду $TiAl_3$. Завдяки інтенсивній дифузії при температурах 700-1080°C досить швидко (3-5 годин) утворюються однофазні алюмініди титану, хоча за даними мікрорентгеноспектрального аналізу деяка хімічна негомогенність в допустимих для α_2 і γ -фаз межах все ще зберігається.

Було встановлено, що навколишнє середовище (вакуум чи інертний газ), хоч і змінює послідовність фазових перетворень при розпаді гідриду титану, практично не впливає на швидкість синтезу алюмінідів. З практичної точки зору більш ефективним є синтез у вакуумі, оскільки це дозволяє одночасно видалити водень, вміст якого в кінцевому продукті не перевищує 0.01-0.02 ваг. %.

Надзвичайно важливим є те, що, завдяки повному проходженню реакції титану з алюмінієм у твердому стані,

густина кінцевого продукту відрізняється від теоретичної не більше, ніж на 5%, без всякого застосування обробки тиском в процесі синтезу чи після нього. В той же час, деформуючи заготовки при температурах синтезу, можна додатково активізувати дифузійні процеси і отримати однофазні алюмініди титану Ti_3Al та $TiAl$ протягом 20-30 хвилин з додатковим ущільненням матеріалу.

Була проаналізована можливість відновлення воднем плівки Al_2O_3 на поверхні алюмінієвих часток і відповідного прискорення синтезу при використанні гідриду титану. Проведені розрахунки показали, що відновлення є реальним в усьому температурному інтервалі розпаду гідриду, якщо водень деякий час існує, принаймні частково, в атомарному стані, що є досить логічним допущенням.

Методом реакційного спікання з порошкових сумішей TiH_2+Al були отримані композити на основі алюмінідів титану з домішками волокон SiC . Їх пористість, згідно вищезгаданих причин, була незначною. Структурні дослідження показали наявність хорошої адгезії між волокнами і алюмінідною матрицею, а відносно низька температура та час синтезу зумовили відсутність реакційного шару між матрицею та волокнами з утворенням силіцидів титану, які є основною причиною погіршення механічних властивостей при традиційних методах отримання подібних композитів.

За результатами досліджень були запропоновані нові методи синтезу алюмінідів титану, які позитивно відрізняються від існуючих методів простотою та економічною ефективністю. Отримані позитивні рішення по двох заявках на патенти України.

У п'ятій главі проаналізовані закономірності формування фазового складу та мікроструктури сплавів на основі алюмінідів

титану "Super- α_2 " та Ti-48Al-3Cr в нерівноважних умовах нагрівання та охолодження, а також фактори, що впливають на комплекс механічних властивостей цих сплавів.

Головною метою досліджень було підвищення комплексу механічних властивостей, зокрема, пластичності цих сплавів за рахунок отримання швидкісною термообробкою більш дисперсної, порівняно з пічною обробкою, зеренної структури. Методом електронної мікроскопії досліджена послідовність поступового перетворення вихідної глобулярної $\alpha_2 + B_2$ структури сплаву "Super- α_2 " в однофазну впорядковану B2 при швидкісному нагріванні в β -область і наступному охолодженні, яке супроводжується значним перерозподілом легуючих елементів. Визначені режими швидкісної термообробки, які дозволяють формувати B2 зерна з розміром, який не перевищує 100 мкм. Механічні випробування отриманої швидкісною термообробкою структури показали неоднозначну залежність пластичності від розміру B2 зерен. При значному зменшенні розмірів зерен до 100 мкм порівняно з пічною термообробкою (1000 мкм), пластичність підвищується ($\delta=1.5\%$), проте подальше їх зменшення до 30 мкм веде, навпаки, до втрати набутої переваги в пластичності. Причиною цього є хімічна негомогенність B2 фази, яка формується в результаті швидкісної термообробки. Зменшення розміру B2 зерен в результаті швидкісної термообробки вимагає вищих швидкостей нагрівання, або, при однаковій швидкості, нижчих температур, що має своїм негативним наслідком збереження більшої хімічної негомогенності, а цей фактор має протилежний вплив на пластичність. Очевидно, що оптимальний варіант швидкісної обробки сплаву "Super- α_2 " повинен сформувати структуру з мінімально доступним розміром зерен, які, в той же час, мають мінімальний рівень негомогенності. В

рамках даної роботи цю задачу повністю вирішити не вдалося, хоч в цілому отриманий комплекс механічних властивостей є обнадійливим і дає підстави для продовження систематичних досліджень у цьому напрямку.

При дослідженні фазових перетворень в сплавi "Super- α_2 " методом терморезистометричного аналізу було виявлено, що температурна залежність його електроопору має аномалії, які пов'язані з процесами, що протікають в β -фазі при нагріванні та охолодженні. Зокрема, цей сплав має від'ємну температурну залежність електроопору в високотемпературній β -області, яка зберігається в широкому температурному інтервалі при швидкому охолодженні та повторному нагріванні при умові, що $\beta(B2)$ фаза при цьому не розпадається. Електронномікроскопічними дослідженнями встановлено, що аномалії електроопору пов'язані з утворенням в $\beta(B2)$ фазі структурних флуктуацій, в результаті чого виникають мікрооб'єми із структурою, відмінною від основної. Структура B2 зерен має "твiдовий" контраст, типовий для фаз типу метастабільної β -фази в титанових сплавах, а мікродифракційний аналіз дифузних тяжів на електронограмах показав, що в кристалічній ґратці впорядкованої B2 фази (ОЦК) проходять атомні зсуви відповідно до структури типу 2H (гексагональної з можливим орторомбічним викривленням).

Характер дифузних тяжів на електронограмах B2 фази не залежить від швидкості охолодження в інтервалі 5-700 К/с. При старінні B2 фаза розпадається з виділенням дисперсних частинок α_2 -фази. Змінюючи швидкості охолодження та повторного нагрівання із загартованого стану до температури старіння, а також саму температуру старіння, не вдалося досягти виділення орторомбічної O-фази замість гексагональної α_2 , проте спостерігалась значна розбіжність в морфології α_2 виділень в B2

зернах. При низькій швидкості нагрівання розпад В2 фази проходить з утворенням α_2 часток різної дисперсності, в той час як у випадку швидкого (20 К/с) нагрівання формується однорідна дисперсна пластинчаста структура.

При швидкісній термообробці сплаву Ti-48Al-3Cr головною метою було перетворення вихідної дуплексної мікроструктури, що складалася з однофазних γ та пластинчастих $\gamma+\alpha_2$ зерен, на повністю пластинчасту $\gamma+\alpha_2$ структуру, яка, як відомо, має більш збалансовані механічні властивості, зокрема високу в'язкість руйнування. Вирішення подібної задачі традиційними методами термообробки практично неможливе, оскільки для цього потрібно перевести сплав в однофазну α -область, де, завдяки дуже високим температурам ($\sim 1400^\circ\text{C}$), зеренна структура стрибкоподібно змінюється з утворенням крупних зерен розміром більше 1 мм. Методом ВТРА було встановлено, що при підвищенні температури в $\gamma+\alpha$ області збільшується кількість α -фази, тому після швидкого (100-150 К/с) охолодження від температур $\gamma+\alpha$ та α -областей при кімнатній температурі об'ємна кількість α_2 фази тим більша, чим вище температура, від якої охолоджувався сплав. При швидкісному нагріванні в $\gamma+\alpha$ область і охолодженні перетворення вихідної дуплексної $\gamma+\alpha_2$ структури починається із збільшення об'ємної долі пластинчастих зерен. З переходом температури нагрівання в α -область також спостерігається ріст зерен, які після охолодження мають виключно пластинчасту внутрішню структуру, проте процес росту піддається контролю. Були підібрані режими швидкісної термообробки в α -області, які дозволяють сформувати структуру з відносно невеликими (50-80 мкм) розмірами пластинчастих $\gamma+\alpha_2$ зерен, недосяжними при пічній термообробці. Це дозволило значно підвищити пластичність ($\delta=3.4\%$), а також в'язкість руйнування і отримати,

як показує порівняння з іншими роботами, найвищий для цього сплаву комплекс механічних властивостей.

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ ТА ВИСНОВКИ

1. Методом СВС з суміші елементарних порошків титану та алюмінію синтезовано однофазні алюмініди титану Ti_3Al , $TiAl$, $TiAl_3$. Перевагою цього методу є велика швидкість синтезу, проте для отримання малопористого кінцевого продукту необхідне застосування високих тисків в процесі синтезу.

2. Встановлено, що при синтезі алюмінідів титану методом реакційного спікання порошкової суміші титану та алюмінію синтез проходить переважно після плавлення алюмінію через неможливість активізувати попередньою обробкою дифузійні процеси в твердому стані, що веде до отримання багатофазового, хімічнонегомогенного і пористого продукту.

3. Встановлено, що отримувати однофазні алюмініди титану методом реакційного спікання можна, якщо замінити титан у вихідній суміші на порошок гідриду титану. В результаті такої заміни процеси синтезу в цілому значно прискорюються, і алюміній повністю вступає в реакцію з титаном у твердому стані внаслідок значного подрібнення порошкової суміші TiH_2+Al при попередній механічній обробці, внесення дефектів в кристалічні ґратки алюмінію та титану при деформації та розпаді гідриду, та, можливо, відновлення окисної плівки на поверхні алюмінієвих часток атомарним воднем.

4. В результаті повної твердофазної реакції алюмінію з титаном у випадку використання порошкової суміші гідриду титану з алюмінієм пороутворення при синтезі практично відсутнє, що дає змогу отримувати матеріал з питомою вагою,

близькою до теоретичної, без застосування процесів гарячого ізостатичного пресування.

5. Методом реакційного спікання з порошкової суміші гідриду титану з алюмінієм отримані композити на основі алюмінідів титану з добавками волокон SiC. Внаслідок твердофазної реакції фазоутворення, відносно низької температури та короткого часу синтезу забезпечується низька концентрація пор в інтерметалідній матриці, хороша адгезія між волокнами і матрицею при практично повній відсутності шкідливого дифузійного шару між ними.

6. Досліджено процес поступового перетворення вихідної глобулярної $\alpha_2 + B2$ структури при швидкому нагріванні сплаву "Super- α_2 " в β -область, що супроводжується перерозподілом легуючих елементів. На механічні характеристики структури цього сплаву після швидкісної термообробки найбільший вплив мають розмір зерен B2 фази та її хімічна негомогенність.

7. Зміною швидкості охолодження від температур β -області та швидкості наступного нагрівання не вдається змінити механізм розпаду B2 фази в сплаві "Super- α_2 ", зокрема, отримати орторомбічну O-фазу замість гексагональної α_2 -фази, проте швидкість нагрівання до температури старіння значно впливає на морфологію α_2 -фази, що виділяється в метастабільній B2 фазі.

8. Встановлено аномальну (від'ємну) температурну залежність електроопору в β -області в сплавах типу "Super- α_2 ", яка зберігається при швидкому охолодженні від цих температур та при повторному нагріванні. Ця аномалія зумовлена утворенням в β -фазі та метастабільній впорядкованій B2 фазі структурних флуктуацій типу 2H (гексагональної структури з можливим орторомбічним викривленням) внаслідок проходження хвиль атомних зсувів.

9. Досліджено вплив швидкості нагрівання на фазові перетворення в γ -сплаві Ti-48Al-3Cr в двофазній $\alpha+\gamma$ області, при переході в однофазну α -область і при наступному охолодженні. Швидкісною термообробкою сплаву Ti-48Al-3Cr сформована дрібнозерниста пластинчаста $\gamma+\alpha_2$ структура з розміром зерен, що не перевищує 50-80 мкм. Сплав з такою мікроструктурою має підвищені пластичність та в'язкість руйнування порівняно з відомими методами термообробки.

ОСНОВНІ РЕЗУЛЬТАТИ ДИСЕРТАЦІЇ ОПУБЛІКОВАНІ В РОБОТАХ:

1. O.M.Ivasishin, A.N.Demidik, V.M.Prozorov and D.G.Sawakin. Synthesis of titanium aluminides using TiH_2 and Al powders // Proc. of World Congress on Powder Metallurgy, Paris, France, 4-6 June, 1994, p. 531-534.
2. O.M.Ivasishin, A.N.Demidik, V.M.Prozorov and D.G.Sawakin. Synthesis of Ti*Al-SiC composites by reactive sintering using TiH_2 powder // Proc. of 16th International SAMPE Europe Conference, Salzburg, Austria, 30 May-1 June 1995, p. 281-292.
3. O.M.Ivasishin, A.N.Demidik and D.G.Sawakin. Phase Transformations on Synthesis of Titanium Aluminides from TiH_2 and Al Powders // Proc. of 8th World Conference on Titanium, 22-26 October, 1995, Birmingham, UK; The Institute of Materials (1996), p. 725-732.
4. Г.Ш.Сибашвили, Л.Г.Ониашвили, О.М.Ивасишин, Д.Г.Саввакин и др. Способ получения соединения титана и алюминия и изделия из него // Позитивне рішення від 4.01.92 р. по заявці № 4941839/02 на авторське свідоцтво СРСР.
5. О.М.Ивасишин, А.Н.Демидик, И.И.Иванова, Д.Г.Саввакин. Способ получения изделий из алюминидов титана // Позитивне

рішення від 15.08.95 р. по заявці № 93006796 на патент України.

6. О.М.Івасишин, А.Н.Демидик, И.И.Иванова, Д.Г.Саввакин.

Способ получения изделий из алюминидов титана // Позитивне рішення від 13.11.95 р. по заявці № 93006960 на патент України.

7. О.М.Івасишин, Д.Г.Саввакин. Фазові та структурні перетворення при швидкісній термообробці сплавів на основі алюмінідів титану // Препринт ІМФ НАН України, №2, 1996, 21 с.

Summary.

Dmitro G. Sawakin. Phase and Structural Transformations on Synthesis and Rapid Heating of Titanium Aluminides Based Alloys.

Thesis to the competition of the Candidate of Technical Sciences degree, speciality 05.16.01 - Metals science and heat treatment of metals. Institute for Metal Physics, NASU, Kyiv, 1996.

Phase and structural transformations on synthesis of titanium aluminides by powder metallurgy methods (SHS - self-propagating high-temperature synthesis and RS - reactive sintering) and on heat treatment of commercial titanium aluminide based alloys were investigated. A new approach of using of titanium hydride instead of titanium on synthesis was developed. As a result of TiH_2 using, single-phase low-porous titanium aluminides and composites on their base were obtained by RS of powder mixtures without high pressure application due to full solid-solid reaction of aluminum and titanium. Forming of single-phase titanium aluminides is possible by SHS method also, however, for achieving a reasonable density, a combination of synthesis and high pressure is required.

Microstructures of "Super α_2 " and Ti-48Al-3Cr alloys with optimal grain size and intragrain structure resulting in enhanced level of mechanical properties were formed by rapid heat treatment.

Аннотация.

Саввакин Дмитрий Георгиевич. Фазовые и структурные превращения при синтезе и скоростном нагреве сплавов на основе алюминидов титана.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.16.01 - Металловедение и термическая обработка металлов, Институт металлофизики НАН Украины, г. Киев, 1996.

Экспериментально исследованы фазовые и структурные превращения при синтезе алюминидов титана методами порошковой металлургии элементарных порошков (СВС-самораспространяющийся высокотемпературный синтез и реакционное спекание) и термической обработке промышленных сплавов на основе алюминидов титана. Выдвинута и физически обоснована идея использования порошкового гидрида титана вместо титана в исходной смеси с алюминием. Это позволяет реализовать твердофазную реакцию алюминия с титаном и, тем самым, обеспечивает получение однофазных алюминидов титана и композитов на их основе с плотностью, близкой к теоретической, реакционным спеканием без применения высоких давлений. Получение однофазных алюминидов титана возможно также методом СВС, однако для их уплотнения необходимо совмещение операций синтеза и горячего прессования.

Скоростной термообработкой сформированы структурные состояния сплавов "Super α_2 " и Ti-48Al-3Cr с оптимальным сочетанием параметров зеренной и внутризеренной структуры, обладающие повышенным комплексом механических свойств.

Ключові слова: алюмініди титану, синтез, швидкісна термообробка, фазові перетворення, мікроструктура.

Dalt

Подп. к печ. 5.09 96 Формат 60x84/16 Бумага Оф. д.
Печ. офс. Усл. печ. л. 1.25 Уч.-изд. л. 13 Тираж 100 .
Зак. 6-1562 .

Киевская книжная типография научной книги. Киев, Б. Хмельницкого, 19.

438941

AP 35.598
AB 35.598