

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования Санкт-Петербургский политехнический университет
Петра Великого
Институт машиностроения, материалов и транспорта

На правах рукописи

Полозов Игорь Анатольевич

Исследование и разработка технологии изготовления интерметаллидного
титанового сплава методом селективного лазерного плавления

Направление подготовки: 22.06.01 Технологии материалов

Направленность: 22.06.01_01 «Металловедение и термическая
обработка металлов и сплавов»

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД

об основных результатах научно-квалификационной работы (диссертации)

Автор работы: Полозов Игорь Анатольевич

Научный руководитель: д.т.н., профессор

Попович Анатолий Анатольевич

Научно-квалификационная работа выполнена в Высшей школе физики и технологий материалов Института машиностроения, материалов и транспорта Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого».

Директор ВШ

к.х.н., Семенча Александр
Вячеславович

Научный руководитель

д.т.н., профессор Попович Анатолий
Анатольевич

Рецензент

к.т.н., Фармаковский Борис
Владимирович, НИЦ «Курчатовский
институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»,
ученый секретарь

С научным докладом можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» и на сайте Электронной библиотеки СПбПУ по адресу: <http://elib.spbstu.ru>

РЕФЕРАТ

36 с., 23 рис., 2 табл.

Ключевые слова: селективное лазерное плавление, аддитивные технологии, титановый сплав, интерметаллидный сплав, микроструктура.

Представлены результаты экспериментальных исследований процесса селективного лазерного плавления атомизированного порошка титанового интерметаллидного сплава следующего состава: Ti-24Al-25Nb-1Zr-1,4V-0,6Mo-0,3Si. Проведены исследования влияния параметров процесса селективного лазерного плавления на плотность, микроструктуру, фазовый состав и механические свойства сплава. Исследовано влияние температуры подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления на фазовый состав, микроструктуру и наличие дефектов. Отработан режим для изготовления образцов из интерметаллидного титанового сплава, обеспечивающий отсутствие трещин.

Оглавление

Актуальность работы	5
Цель и задачи работы	6
Научная новизна	6
Теоретическая и практическая значимость	6
Апробация работы	7
Публикации	7
Объекты и методы исследования	9
Результаты и их обсуждение	10
Влияние параметров селективного лазерного плавления на относительную плотность орторомбического сплава	10
Влияние температуры подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления на микроструктуру орторомбического сплава	13
Исследование влияния горячего изостатического прессования и отжига на структурно-фазовое состояние титанового орто-сплава	21
Исследование механических свойств орторомбического сплава, изготовленного селективным лазерным плавлением	26
Исследование возможности изготовления орторомбического сплава с градиентной структурой методом селективного лазерного плавления	31
Заключение	34
Литературные источники	35

Актуальность работы

Развитие авиационной промышленности связано с разработкой газотурбинных двигателей (ГТД) с повышенным ресурсом работы, надежностью и пониженным расходом топлива. Применение современных жаропрочных материалов с повышенными характеристиками, а также использование новых методов производства изделий играет ключевую роль в решении этой задачи. В последние годы наблюдается тенденция увеличения доли титановых сплавов от общей массы ГТД. В настоящее время в России и за рубежом для изготовления компонентов компрессора высокого давления (КВД) применяются титановые сплавы, основанные на твердорастворном и дисперсионном упрочнении с максимальной рабочей температурой 550–600 °С. Для дальнейшего повышения температуры эксплуатации могут применяться жаропрочные сплавы на основе алюминидов титана [1,2].

Орторомбические титановые сплавы (орто-сплавы) на базе орто-фазы Ti_2AlNb считаются одними из наиболее перспективных интерметаллидных титановых сплавов с точки зрения сочетания высокой удельной прочности, жаростойкости и жаропрочности [3–5]. Интерес к этим интерметаллидным сплавам, которые называют в литературе орторомбическими, или супер-альфа-два, обусловлен, прежде всего, улучшенными механическими свойствами по сравнению с другими алюминидами титана [6,7]. Однако плохая деформируемость, низкая пластичность при комнатной температуре, высокая чувствительность к надрезу и другим концентраторам напряжений этих сплавов обуславливают множество трудностей при традиционных методах производства, таких как ковка, прокатка, волочение, и существенно ограничивают их применение [8]. Кроме этого, основными недостатками таких сплавов являются высокие энергозатраты и трудоемкие процессы изготовления интерметаллидных сплавов, а также сложность формообразования деталей из-за плохой обрабатываемости резанием [9,10].

В связи с этим, актуальным является применение аддитивных технологий для изготовления изделий из орто-сплавов, с помощью которых возможно получение изделий сложной конфигурации с формой максимально приближенной к окончательной [11–13]. Одним из таких методов является селективное лазерное плавление (СЛП) [14,15]. Несмотря на то, что данный метод широко применяется для изготовления изделий из различных свариваемых металлических сплавов, применение интерметаллидных титановых сплавов в аддитивных технологиях требует использования специальных технологических подходов для предотвращения образования трещин [16].

Цель и задачи работы

Цель: исследование структурно-фазового состояния и механических свойств интерметаллидного титанового сплава, изготовленного методом селективного лазерного плавления, в зависимости от технологических параметров процесса и режимов термической обработки.

Задачи:

1. Разработка режимов селективного лазерного плавления интерметаллидного титанового сплава для изготовления образцов с минимальным количеством дефектов.
2. Исследование микроструктуры и свойств изготовленных образцов.
3. Исследование влияния термической обработки на микроструктуру и свойства образцов интерметаллидного титанового сплава.

Научная новизна

Установлена взаимосвязь между структурно-фазовым состоянием титанового орто-сплава, параметрами селективного лазерного плавления и типом исходного порошкового материала. Определены условия для изготовления изделий из титанового орто-сплава с минимальным количеством дефектов. Установлены температуры фазовых превращений титанового орто-сплава, изготовленного методом селективного лазерного плавления. Показана возможность управления микроструктурой титанового орто-сплава в зависимости от технологических параметров селективного лазерного плавления.

Теоретическая и практическая значимость

Разработаны режимы изготовления образцов титанового орто-сплава методом селективного лазерного плавления, обеспечивающие минимальное количество дефектов. Определены свойства титанового орто-сплава, изготовленного методом селективного лазерного плавления. Установлены закономерности структурообразования титанового орто-сплава от температуры подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления. Полученные результаты могут быть использованы предприятиями авиадвигателестроения, так как применение метода селективного лазерного плавления для изготовления изделий из интерметаллидного титанового сплава позволит повысить эффективность работы газотурбинных двигателей.

Апробация работы

Полученные в ходе работы результаты апробированы на следующих научных конференциях: III, IV и V Международная конференция «Аддитивные технологии: настоящее и будущее» (Москва, 2017, 2018, 2019); 27 и 28 International Conference on Metallurgy and Materials (Metal-2018, Metal-2019, Брно, Чехия, 2018, 2019); II Международная научно-техническая конференция «Современные металлические материалы и технологии» (СММТ'17, Санкт-Петербург, 2017); Международная научная конференция «Современные материалы и передовые производственные технологии» (Санкт-Петербург, 2019); Международная научно-техническая конференция "Пром-Инжиниринг" (Сочи, 2019); 11-й Международный симпозиум «Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы. Сварка» (Минск, 2019).

Публикации

Результаты работы опубликованы в следующих журналах:

1. Polozov I., Sufiiarov V., Kantyukov A., Razumov N., Goncharov I., Makhmutov T., Silin A., Starikov K., Shamshurin A., Popovich A. Microstructure, densification, and mechanical properties of titanium intermetallic alloy manufactured by laser powder bed fusion additive manufacturing with high-temperature preheating using gas atomized and mechanically alloyed plasma spheroidized powders //Additive Manufacturing. – 2020. – P. 101374.
2. Polozov I., Razumov N., Makhmutov T., Silin A., Kim A., Popovich A. Synthesis of titanium orthorhombic alloy spherical powders by mechanical alloying and plasma spheroidization processes //Materials Letters. – 2019. – Vol. 256. – P. 126615.
3. Polozov I., Sufiiarov V., Kantyukov A., Popovich A. Selective laser melting of Ti₂AlNb-based intermetallic alloy using elemental powders: Effect of process parameters and post-treatment on microstructure, composition, and properties //Intermetallics. – 2019. – Vol. 112. – P. 106554.
4. Polozov I., Sufiiarov V., Shamshurin A. Synthesis of titanium orthorhombic alloy using binder jetting additive manufacturing //Materials Letters. – 2019. – Vol. 243. – P. 88-91.
5. Попович А.А., Суфияров В.Ш., Полозов И.А., Григорьев А.В. Селективное лазерное плавление интерметаллидного титанового сплава //Известия высших учебных заведений. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2018. – №. 1. – С. 26-35.

6. Polozov I., Borisov E., Popovich V. Effect of Selective Laser Melting Process Parameters and Heat Treatment on Microstructure and Properties of Titanium Alloys Produced from Elemental Powders //Key Engineering Materials. – Trans Tech Publications Ltd, 2019. – Vol. 822. – P. 549-555.
7. Polozov Igor, Sufiiarov Vadim, Kantyukov Artem, Popovich Anatoliy. Effect of heat treatment on microstructure and properties of Ti-22Al-25Nb alloy fabricated by Selective Laser Melting // Proceedings 28th International Conference on Metallurgy and Materials. 2019. P. 1511–1516.
8. Polozov Igor, Razumov Nikolay, Makhmutov Tagor, Popovich Anatoliy. Fabrication of titanium orthorhombic alloy spherical powders by mechanical alloying and plasma spheroidization for application in additive manufacturing processes // Proceedings 28th International Conference on Metallurgy and Materials. 2019. P. 1658–1662.
9. I. Polozov, V. Popovich, N. Razumov, T. Makhmutov, A. Popovich. Gamma-Titanium Intermetallic Alloy Produced by Selective Laser Melting Using Mechanically Alloyed and Plasma Spheroidized Powders //TMS 2020 149th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings. – Springer, Cham, 2020. – P. 375-383.
10. Polozov I., Sufiiarov V., Popovich A., Masaylo D., Grigoriev A. Synthesis of Ti-5Al, Ti-6Al-7Nb, and Ti-22Al-25Nb alloys from elemental powders using powder-bed fusion additive manufacturing //Journal of Alloys and Compounds. – 2018. – Vol. 763. – P. 436-445.
11. Grigoriev A., Polozov I., Sufiiarov V., Popovich A. In-situ synthesis of Ti2AlNb-based intermetallic alloy by selective laser melting //Journal of Alloys and Compounds. – 2017. – Vol. 704. – P. 434-442.
12. Polozov I., Sufiiarov V., Kantyukov A., Masaylo D., Popovich A. Tailoring microstructure and properties of graded Ti-22Al-25Nb/SiC and Ti-22Al-25Nb/Ti-6Al-4V alloys by in-situ synthesis during selective laser melting //Materials Today: Proceedings. – 2020.
13. Полозов И.А., Попович А.А., Суфияров В.Ш., Кантюков А.Д. Селективное лазерное плавление интерметаллидного сплава Ti-22Al-25Nb из элементной порошковой смеси: влияние параметров процесса синтеза и термической обработки на микроструктуру и свойства. В книге: Современные материалы и передовые производственные технологии (СМППТ-2019). Тезисы докладов международной научной конференции. 2019. С. 89.
14. Полозов И.А., Суфияров В.Ш., Попович А.А. Синтез интерметаллидного титанового сплава из элементных порошков методом селективного лазерного плавления. В сборнике: Порошковая металлургия: инженерия поверхности, новые порошковые композиционные материалы.

Сварка. Сборник докладов 11-го Международного симпозиума. В 2-х частях. 2019. С. 348-357.

15. Борисов Е.В., Попович А.А., Суфияров В.Ш., Масайло Д.В., Полозов И.А. Разработка и исследование функционально-градиентного материала, изготовленного селективным лазерным плавлением. В книге: Современные материалы и передовые производственные технологии (СМПТТ-2019). Тезисы докладов международной научной конференции. 2019. С. 79.

16. Polozov I., Sufiiarov V., Popovich A., Borisov E., Masaylo D., Orlov A. In-situ synthesis of titanium alloys from elemental powders by laser additive manufacturing. В сборнике: METAL 2018 - 27th International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings. 27. 2018. P. 1677-1684.

Объекты и методы исследования

Объектом исследований является интерметаллидный титановый орторомбический сплав. Для проведения исследований применялись следующие методы:

Метод селективного лазерного плавления, который относится к группе аддитивных технологий и заключается в послойном плавлении порошкового материала с помощью лазерного излучения по траектории, задаваемой на основе компьютерной модели изделия.

Исследование микроструктуры образцов проводили с использованием сканирующего электронного микроскопа с приставкой энергодисперсионной спектроскопии. Температуры фазовых превращений в сплавах определяли с помощью метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Содержание кислорода в образцах определяли методом восстановительного плавления в потоке гелия. Пористость образцов определялась как металлографическим методом путем анализа изображений микрошлифов, а также с помощью метода компьютерной томографии (КТ). Механические свойства образцов исследовали с помощью универсальной испытательной машины Zwick/Roell Z050, а также испытательного комплекса Gleeble 3800. Исследование фазового состава с помощью рентгенофазового анализа на дифрактометре Bruker D8 Advance.

Результаты и их обсуждение

Влияние параметров селективного лазерного плавления на относительную плотность орторомбического сплава

Процесс СЛП осуществлялся с использованием порошка орторомбического сплава, изготовленного газовой атомизацией индукционно плавящегося электрода. Порошок имел следующий химический состав: Ti-24Al-25Nb-1Zr-1.4V-0.6Mo-0.3Si (ат. %). Изображения частиц порошка, микрошлифа частицы и рентгенограммы порошка приведены на рисунке 1.

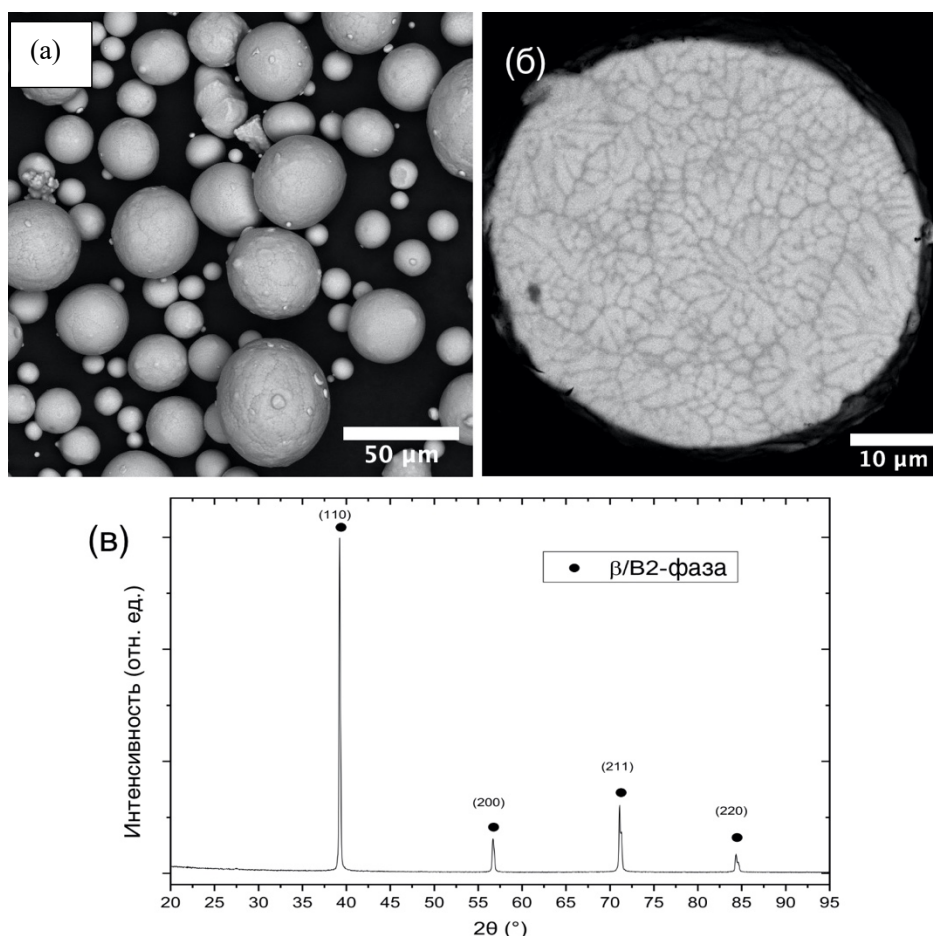


Рисунок 1 – СЭМ-изображения частиц (а) и микрошлифа частицы (б) порошка орторомбического сплава, изготовленного газовой атомизацией, а также соответствующая ему рентгенограмма (в).

Как видно, из приведенных изображений частицы имеют сферическую формы и дендритную микроструктуру. Фазовый состав соответствует $\beta/\text{B2}$ -фазе с ОЦК-решеткой. Выделений вторичных фаз не наблюдается, т.к. высокие скорости охлаждения при кристаллизации во время процесса газовой атомизации приводят к сохранению однофазного состояния.

Измеренное содержание кислорода составило 0,137 % вес. Гранулометрический состав порошка характеризуется следующими параметрами: $d_{10}=14,6$ мкм, $d_{50}=29,3$ мкм, $d_{90}=52,3$ мкм.

Для исследования влияния параметров СЛП на относительную плотность сплава при использовании атомизированного порошка изготавливались либо цилиндрические образцы с диаметров 10 мм и высотой 10 мм либо кубические образцы со стороной 10 мм. При изготовлении образцов варьировались мощность лазера, скорость сканирования, расстояние между проходами лазера, толщина слоя и температура подогрева платформы, как показано в таблице 1.

Таблица 1 – Параметры СЛП, использованные при изготовлении образцов из атомизированного порошка.

№	Мощность лазера, Вт	Скорость сканирования, мм/с	Расстояние между проходами лазера, мм	Толщина слоя, мм	Плотность энергии, Дж/мм ³	Температура подогрева платформы, °С
1	140	600	0,12	0,03	64,8	200
2		650			59,8	
3		750			51,9	
4		850			45,8	
5		950			40,9	
6		600			64,8	600
7		650	59,8			
8		750	51,9			
9		850	45,8			
10		950	40,9			
11		600	77,8			
12		650	71,8			
13		750	62,2			
14		850	54,9			
15		600	64,8		700	
16		650	59,8			
17		750	51,9			
18		850	45,8			
19		950	40,9			
20		600	77,8			
21		650	71,8			
22		750	62,2			
23		850	54,9			
24		750	51,9		980	
25		850	45,8			
26		950	40,9			
27		1050	37,0			
28		1150	33,8			

На рисунке 2 показано влияние плотности энергии в процессе СЛП на относительную плотность изготовленных образцов. При этом измерения

относительной плотности приведены только для образцов, изготовленных при температуре подогрева от 600 °С и выше, т.к. при использовании меньших температур в образцах наблюдается большое количество горизонтальных трещин, образованных вследствие слишком высоких термических напряжений, как показано на рисунке 3.

Содержание кислорода в изготовленных образцах составило около 0,17 % вес., что говорит о повышении его содержания на 0,03 % вес. по сравнению с исходным порошком, что также могло негативно сказаться на склонность к образованию трещин из-за охрупчивания материала.

Наибольшая относительная плотность образцов ($99,9 \pm 0,1$ %) была получена при плотности энергии 45,8 Дж/м³ и 54,9 Дж/мм³ при температуре подогрева 600 °С и 700 °С соответственно. При повышении температуры подогрева платформы до 980 °С пористость образцов в целом увеличилась, что говорит о перегреве материала в процессе СЛП при данных параметрах.

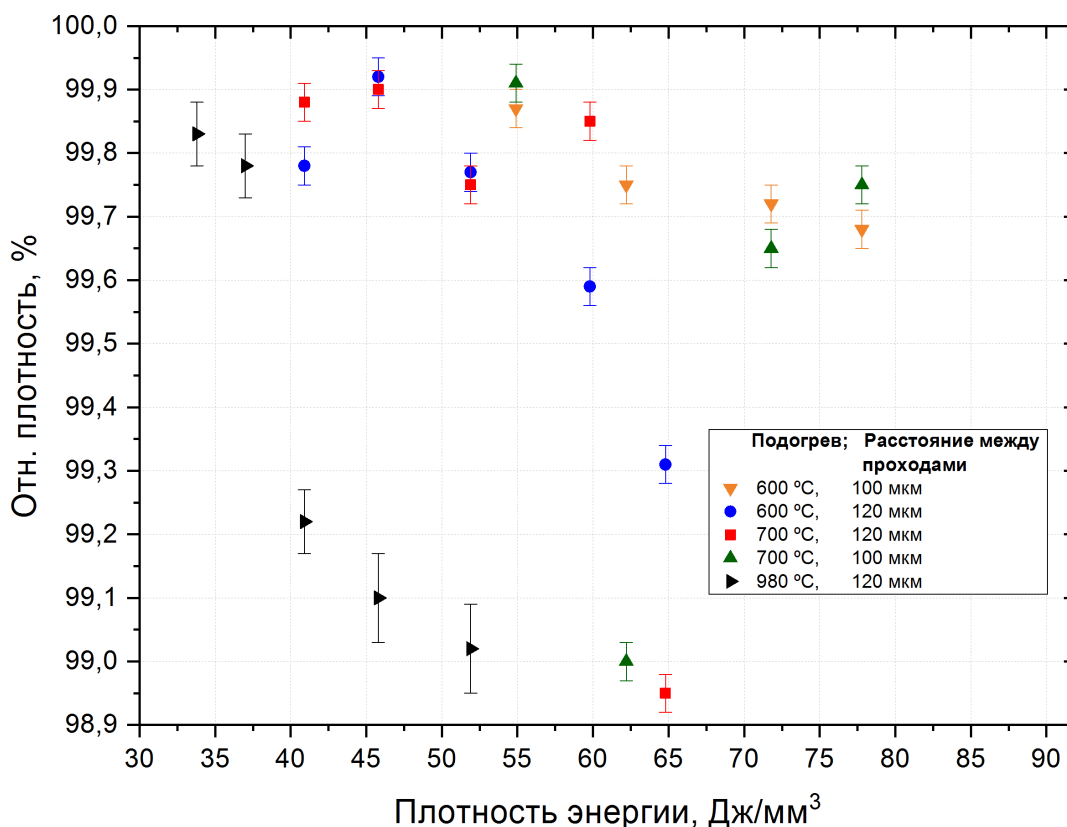


Рисунок 2 – Влияние плотности энергии на относительную плотность образцов, изготовленных из порошка, полученного газовой атомизацией.

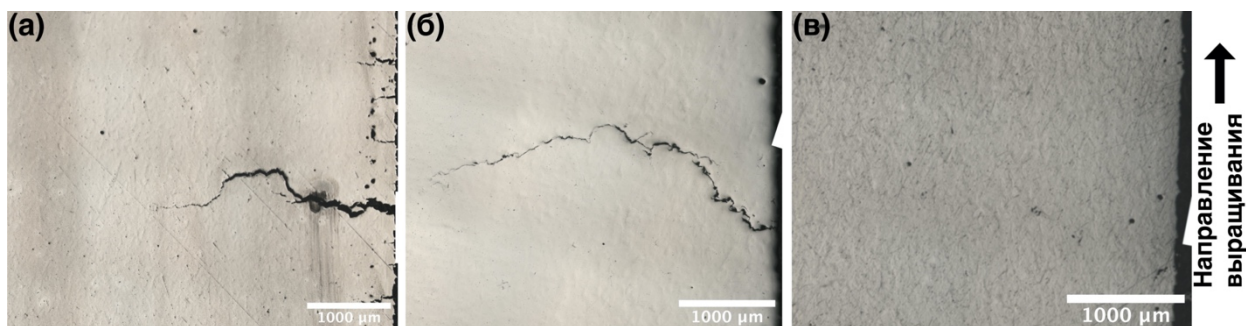


Рисунок 3 – Изображения шлифованных поверхностей образцов, изготовленных из атомизированного порошка при температуре подогрева платформы (а) 200 °С, (б) 500 °С, (в) 600 °С.

На рисунке 4 показан объем образца из атомизированного порошка, исследованный с помощью компьютерной томографии. Образец был изготовлен при плотности энергии 45,8 Дж/мм³ и температуре подогрева подложки 700 °С, что соответствует относительной плотности 99,9 %.

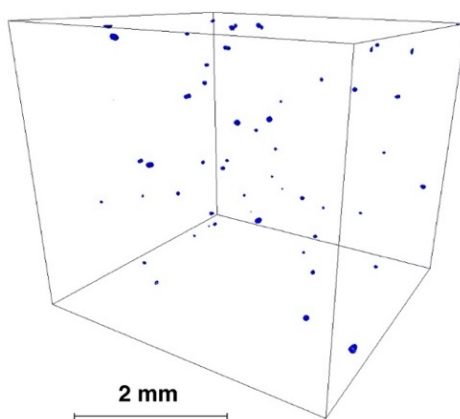


Рисунок 4 – Изображение объема и внутренних пор образца, полученное с помощью компьютерной томографии, и изготовленного из порошка, полученного газовой атомизацией.

Темные участки соответствуют внутренним дефектам – порам. При использованном размере вокселя 10 мкм, объем обнаруженных пор в образце составил менее 0,05% при их среднем диаметре около 25 мкм. Поры имеют преимущественно сферическую форму.

Влияние температуры подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления на микроструктуру орторомбического сплава

При изготовлении образцов из атомизированного порошка в процессе СЛП использовались температуры подогрева 200, 500, 600, 700, 980 °С. СЭМ-изображения микроструктуры образцов, полученные в режиме обратно-

отраженных электронов, показаны на рисунке 5. При использовании относительно низкой температуры подогрева платформы 200 °С микроструктура образца состоит только из β /B2-фазы, что также подтверждается результатами рентгенофазового анализа (рисунок 6).

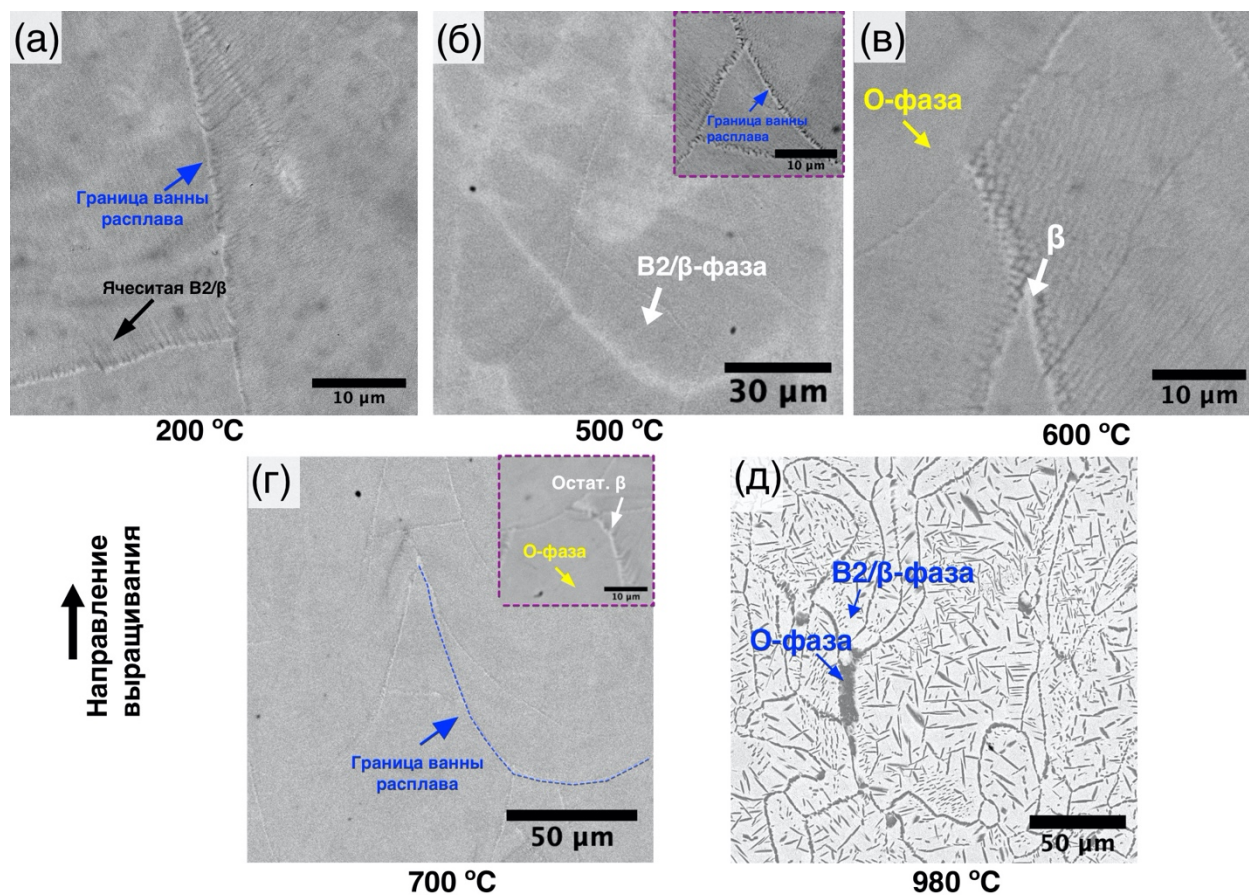


Рисунок 5 – Изображение микроструктуры образцов, изготовленных методом СЛП из атомизированного порошка орторомбического сплава при различных температурах подогрева платформы: (а) 200 °С, (б) 500 °С, (в) 600 °С, (г) 700 °С, (д) 980 °С.

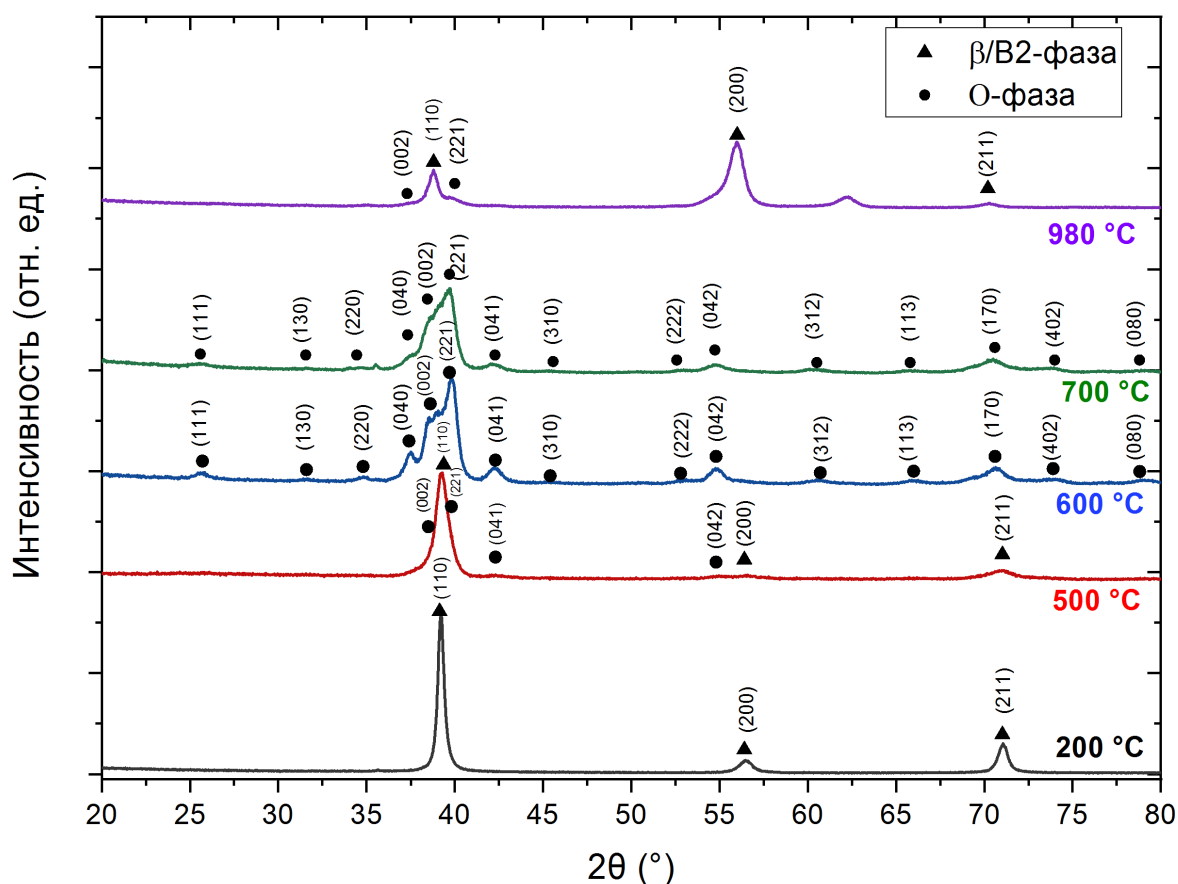


Рисунок 6 – Рентгенограммы образцов, изготовленных методом СЛП из атомизированного порошка орторомбического сплава при различных температурах подогрева платформы.

В случае повышения температуры подогрева до 500 °С образуется двухфазная микроструктура, состоящая из β /B2- и О-фаз. В данном случае на рентгенограмме помимо основных широких пиков β -фазы имеется несколько небольших пиков, соответствующих О-фазе. Как видно из изображения микроструктуры в обратно-отраженных электронах (рисунок 5, б), наблюдаются более светлые области вблизи границ ванн расплава. Предположительно эти области могли соответствовать более высокому содержанию ниобия, т.к. в режиме обратно-отраженных электронов такие области должны быть более светлыми. Однако энергодисперсионный анализ (рисунок 7) показал, что образец характеризуется равномерным распределением химических элементов.

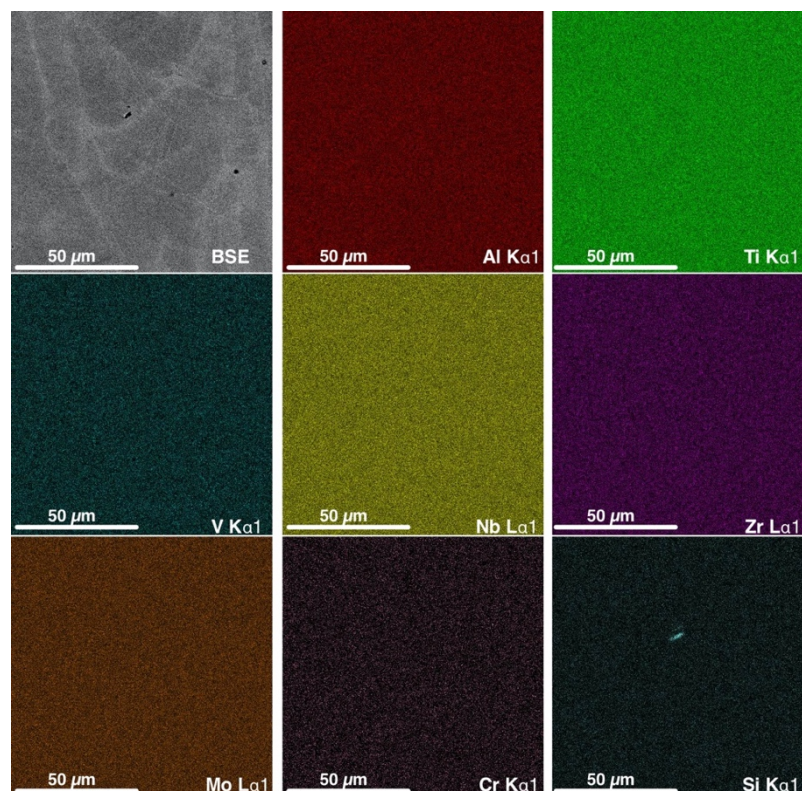


Рисунок 7 – Химические карты участка образца, изготовленного при температуре подогрева 500 °С.

Метод дифракции отраженных электронов (рисунок 8) показал, что в случае температуры подогрева платформы в процессе СЛП 500 °С образец главным образом состоит из зерен β /B2-фазы и небольшого количества выделений О-фазы, расположенных преимущественно по границам зерен. Зерна β /B2-фазы имеют преимущественно вытянутую форму и наклонены в сторону центров ванн расплава. Карта углов разориентации зерен показала, что наибольшая разориентация зерен характерна для границ зерен β /B2-фазы, при этом участков с повышенными концентрациями высокоугловых границ не обнаружено, что говорит о равномерном распределении остаточных напряжений в исследуемой области.

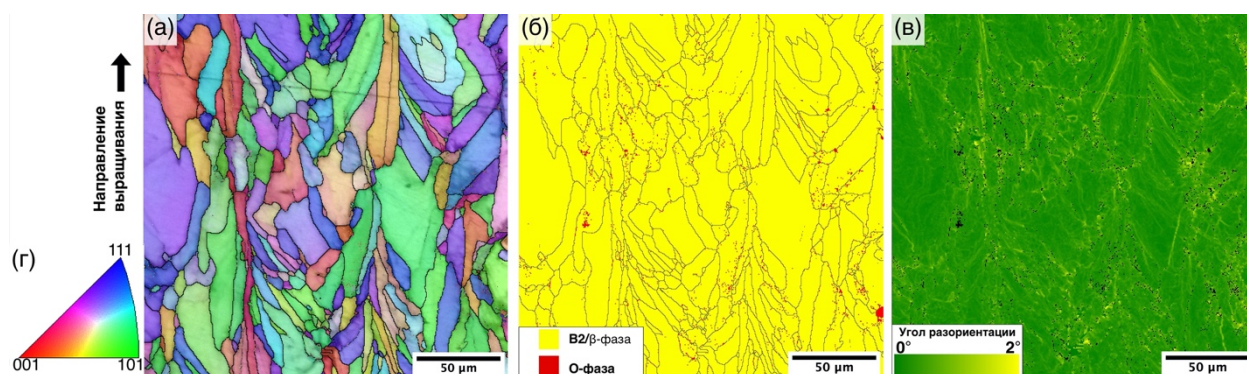


Рисунок 8 – Результаты анализа образца, изготовленного при температуре подогрева 500 °С, методом дифракции отраженных электронов, показывающие: (а) карту распределения ориентировок, (б) карту распределения фаз, (в) карту распределения углов разориентации зерен и (г) обратная полюсная фигура.

При повышении температуры подогрева платформы до 600 и 700 °С микроструктура образца почти полностью состоит из интерметаллидной О-фазы с небольшим количеством остаточной β -фазы у границ ванн расплава. Рентгенофазовый анализ показал, что образцы состоят из О-фазы, пиков β -фазы не наблюдается вследствие ее малого количества.

При использовании температуры подогрева платформы в процессе СЛП, равной 980 °С, была получена двухфазная (В2+О)-микроструктура. Мелкодисперсные игольчатые выделения О-фазы образовались внутри β /В2-зерен, а также вдоль границ зерен. Фазовый состав был подтвержден результатами рентгенофазового анализа. Объемная доля О-фазы существенно снизилась по сравнению с образцом, изготовленным при 700 °С. Четкие границы ванн расплава не были обнаружены на изображениях микроструктуры образца, изготовленного при 980 °С, что говорит о протекании рекристаллизации при использовании данной температуры.

Наибольшая объемная доля орто-фазы была получена при температуре подогрева 600–700 °С, что соответствует однофазной области на диаграмме состояния системы Ti-22Al-xNb (рисунок 9, а).

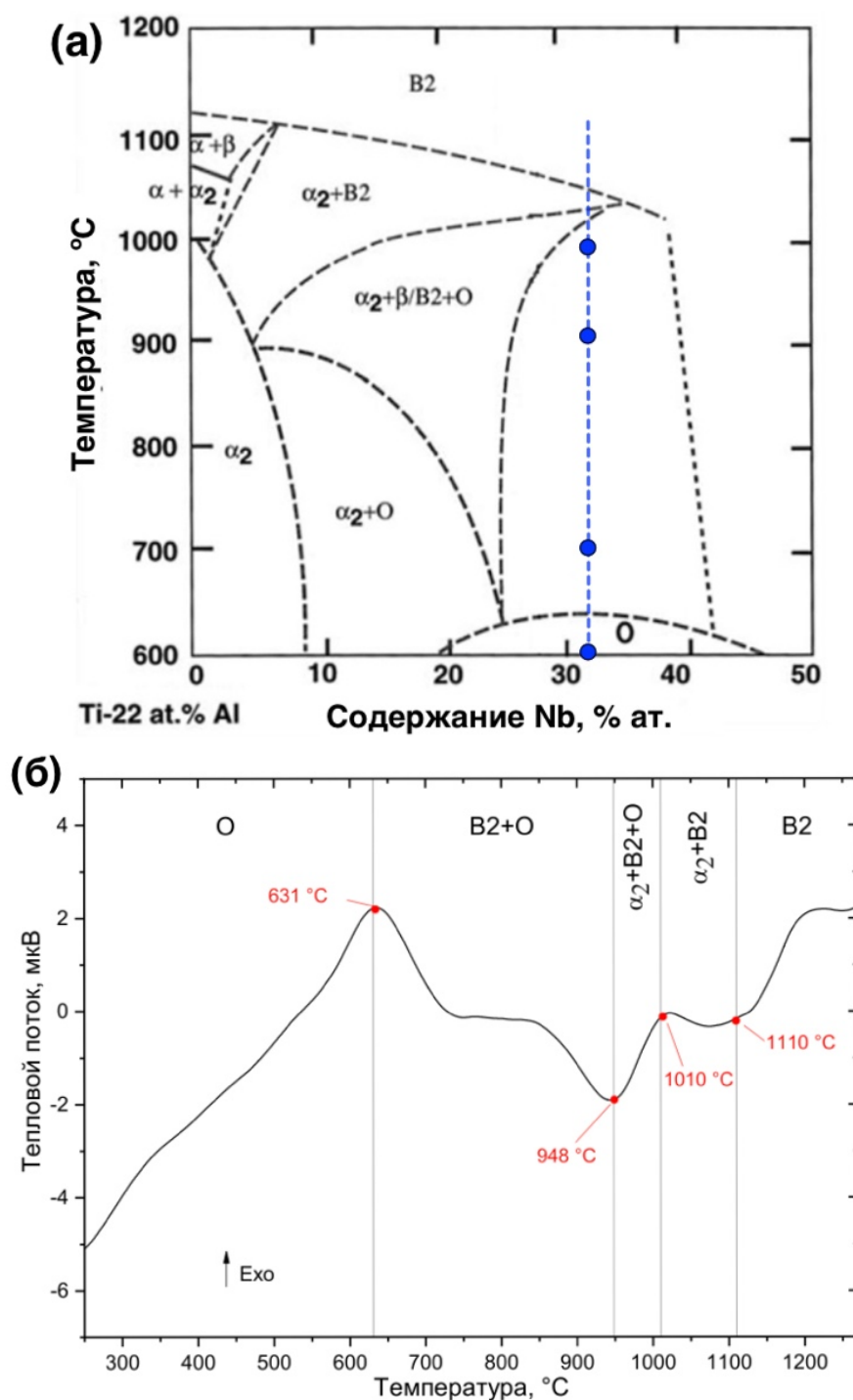


Рисунок 9 – (а) Псевдо-бинарная диаграмма состояния для системы Ti-22Al-Nb (точками обозначены применяемые температуры подогрева платформы) и (б) результаты ДСК-анализа образца, изготовленного из атомизированного порошка.

При этом в случае атомизированного порошка объемная доля ортофазы значительно выше, чем при использовании порошка, изготовленного механическим легированием и сфероидизацией. Это можно объяснить разницей в химическом составе в исходных порошках и, как следствие, в

изготовленных образцах (рисунок 10). В случае обоих порошков в процессе СЛП наблюдается снижение содержания алюминия на несколько атомных процентов по сравнению с исходным содержанием в порошке независимо от температуры подогрева. Однако для образцов, изготовленных из атомизированного порошка, химический состав значительно ближе к области, соответствующей орто-фазе.

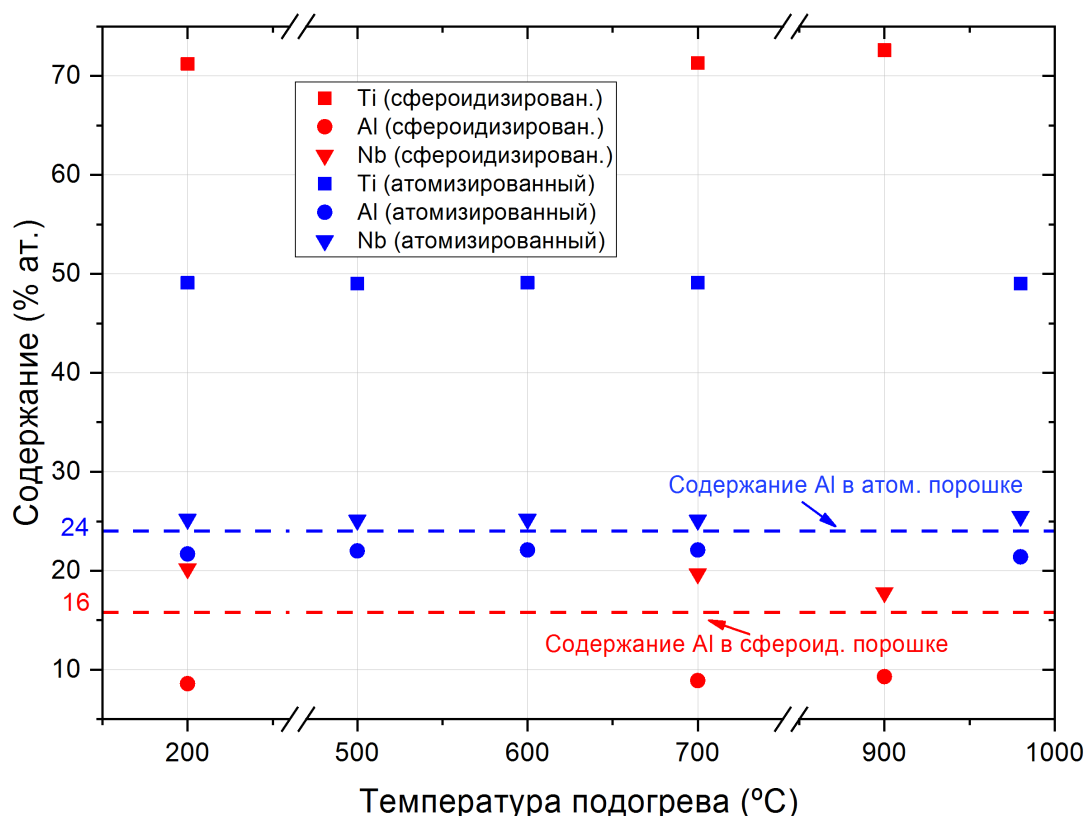


Рисунок 10 – Изменение содержания Ti, Al и Nb в образцах, изготовленных из атомизированного и сфероидизированного порошков. Красная и синяя пунктирные линии соответственно показывают содержание Al в сфероидизированном и атомизированном порошках.

При повышении температуры подогрева до 900 °C и выше объем орто-фазы значительно снижается, т.к. эта температура близка к температуре растворения орто-фазы.

При температуре подогрева 500 °C основной фазой является β /B2-фаза, а доля выделений орто-фазы составляет около 1–2%. В данном случае скорость охлаждения в процессе СЛП была недостаточно низкая, чтобы предотвратить образование β /B2-фазы. Предполагается, что выделения орто-фазы образовались в результате повторяющихся термических циклов при лазерной обработке вышележащих слоев материала и нагрева областей материала выше температуры B2 $\leftrightarrow$ O превращения. Согласно результатам

ДСК-анализа (рисунок 9, б) температура $B2 \leftrightarrow O$ превращения составляет 631 °С. В процессе лазерной обработки нижележащие ранее синтезированные области образцов повторно нагреваются до некоторой температуры, что приводит к образованию вторичных фаз.

Температура 980 °С соответствует трехфазной области $\alpha_2 + B2 + O$ согласно результатам ДСК-анализа. Однако образцы, изготовленные при данной температуре имели двухфазную $B2 + O$ микроструктуру с игольчатыми выделениями орто-фазы. Это может быть вызвано нагревом материала выше температуры растворения орто-фазы (1010 °С) в процессе СЛП, а также недостаточным временем выдержки для образования α_2 -фазы в случае изготовления образцов небольших размеров.

На рисунке 11 приведено изображения заготовки образца для испытаний на растяжение, изготовленного при температуре подогрева 980 °С из атомизированного порошка, а также изображения микроструктуры, соответствующие его нижней и верхней частям.

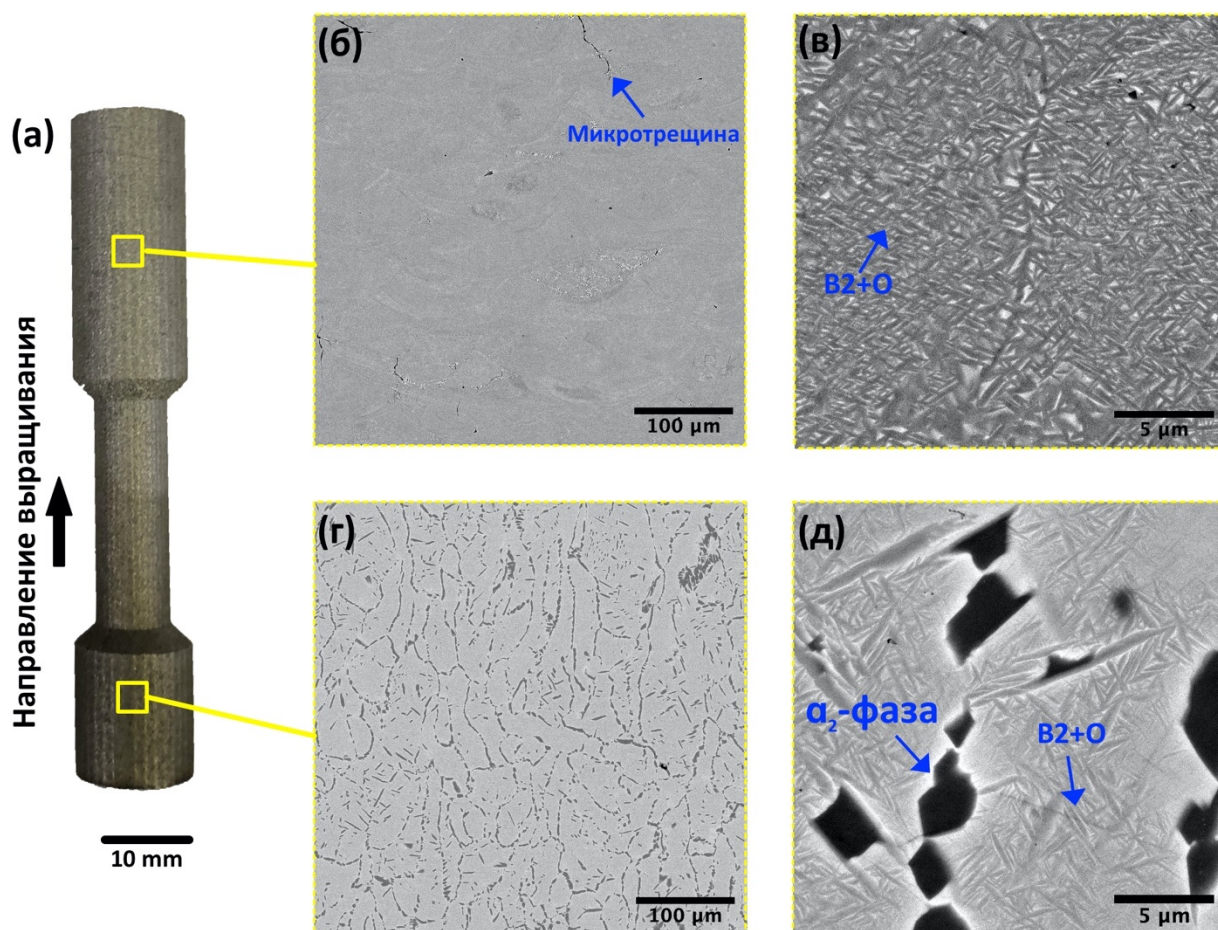


Рисунок 11 – Изображение заготовки образца для испытания на растяжение (а), изготовленной при температуре подогрева 980 °С, и изображения микроструктуры в его верхней (б, в) и нижней (г, д) части

Видно, что микроструктура и фазовый состав значительно отличаются в зависимости от высоты образца, что говорит о различной температуре в его разных участках в процессе СЛП. Микроструктура нижней части соответствует зернам В2/ β -фазы, внутри которых имеются мелкодисперсные игольчатые выделения орто-фазы. По границам зерен имеются более крупные выделения α_2 -фазы, которые образовались в результате долгой выдержки при температуре около 980 °С (рисунок 11, г, д). В верхней части образцов микроструктура состоит из (В2+О)-фаз с большим количеством игольчатых выделений орто-фазы (более темного цвета на рисунке 11, в). Также в верхней части образца имеются микротрещины, что говорит о том, что температура образца была недостаточной для снижения остаточных напряжений и предотвращения трещин. Микротрещины являются закрытыми. В процессе изготовления заготовок поддерживается заданная температуры платформы; по мере увеличения высоты изготовленного участка образца температура верхних слоев уменьшается, что приводит к изменению микроструктуры в этих участках по сравнению с нижележащими областями и образованию трещин. В данном случае общая высота образца составляла около 72 мм, при этом трещины наблюдаются на участках образца, расположенных на высоте около 40 мм от платформы. Использование более высокой температуры подогрева платформы может предотвратить образование трещин в образце, однако это приведет к излишнему спеканию порошка вокруг образца, при этом микроструктура также останется неравномерной в зависимости от высоты образца. Т.к. микротрещины являются закрытыми, то для их устранения целесообразным является использование горячего изостатического прессования.

Исследование влияния горячего изостатического прессования и отжига на структурно-фазовое состояние титанового орто-сплава

Микроструктура и механические характеристики интерметаллидного орто-сплава могут быть существенно изменены в зависимости от режимов термической обработки сплава.

Образцы, изготовленные методом СЛП, были подвергнуты ГИП в однофазной В2-области при температуре 1160 °С, давлении 160 МПа и выдержки 3 часа. На рисунке 12 представлены изображения микроструктуры орто-сплава, изготовленного методом СЛП после ГИП.

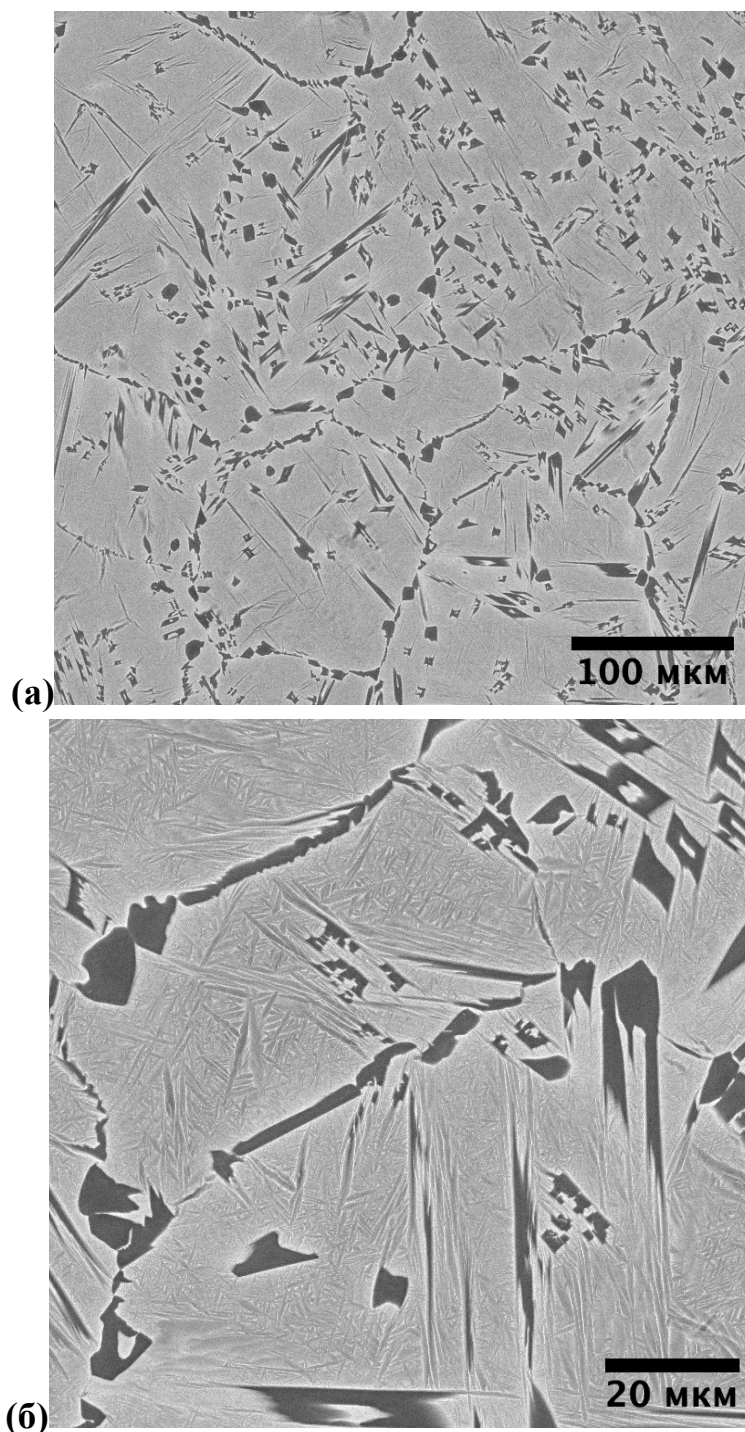


Рисунок 12 – Микроструктура орто-сплава, изготовленного методом СЛП, после ГИП

Микроструктура орто-сплава после ГИП состоит из равноосных зерен β/V_2 -фазы размером около 70–100 мкм. По границам зерен имеются равномерно распределенные выделения орто-фазы. Внутри зерен образовались мелкодисперсные игольчатые выделения орто-фазы. Внутренние поры или иные дефекты на изображениях были не обнаружены. Согласно результатам рентгенофазового анализа (рисунок 13) образец после ГИП состоит из β/V_2 -фазы и орто-фазы (Ti_2AlNb).

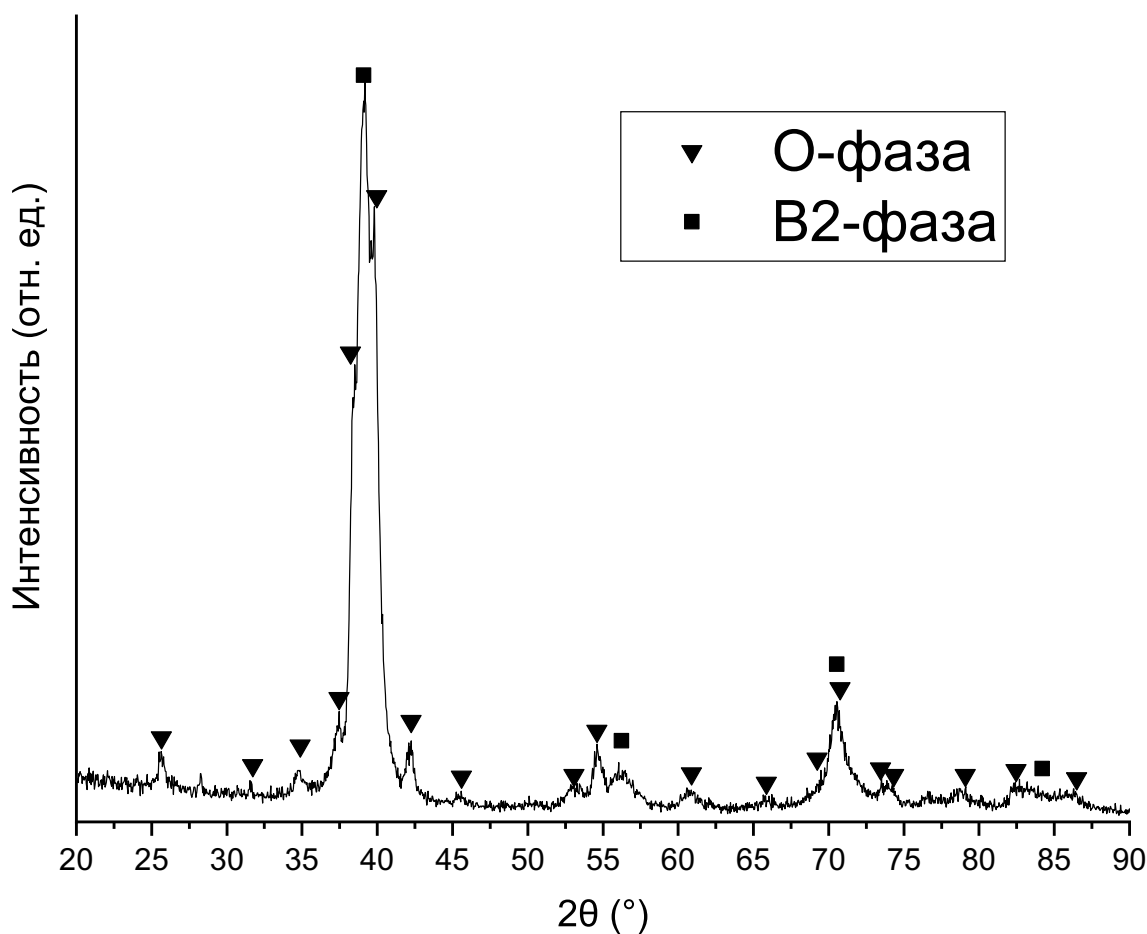


Рисунок 13 – Рентгенограмма образца орто-сплава после ГИП

После ГИП микротвердость уменьшилась до 361 ± 9 HV, что связано с уменьшением объемной доли выделений О-фазы.

Отдельно проведена термическая обработка образцов, изготовленных при температуре подогрева 600 °С и 700 °С. Температура отжига составляла 950 °С, что соответствует (B2+O)-области, и 1050 °С, что соответствует (α_2 +B2)-области, согласно диаграмме состояния Ti-22Al-xNb и результатам ДСК-анализа, приведенным в предыдущем разделе. Время отжига составляло 1,5 часа. Термическая обработка проводилась в потоке аргона для защиты образцов от окисления. Охлаждение осуществлялось с печью.

На рисунке 14 приведены изображения микроструктуры орто-сплава после отжига при 950 °С.

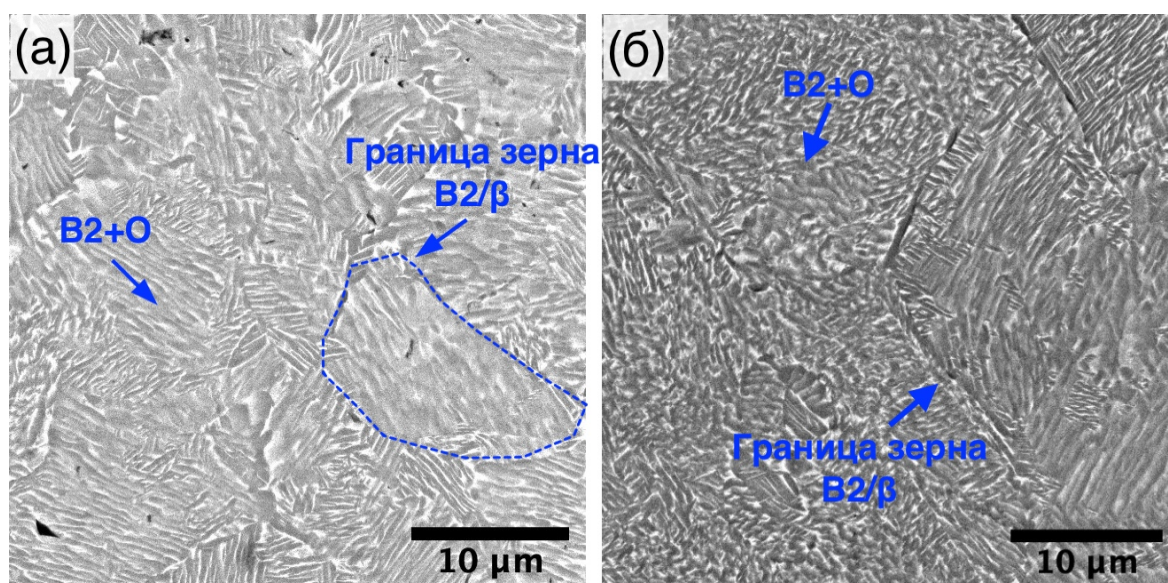


Рисунок 14 – Микроструктура образцов орто-сплава, изготовленных при температуре подогрева платформы (а) 600 °С и (б) 700 °С, после отжига при 950 °С

После отжига при 950 °С микроструктура в обоих случаях образцов состоит из (B2+O)-фаз, что говорит о том, что в результате отжига произошло фазовое превращение $O \rightarrow B2$. Выделения О-фазы имеют пластинчатую морфологию, при этом первичные зерна B2/β-фазы имеют равноосную форму. Образцы состоят преимущественно из О-фазы, объемная доля которых составляет около 60–70 %.

На рисунке 15 приведены изображения микроструктуры орто-сплава после отжига при 1050 °С.

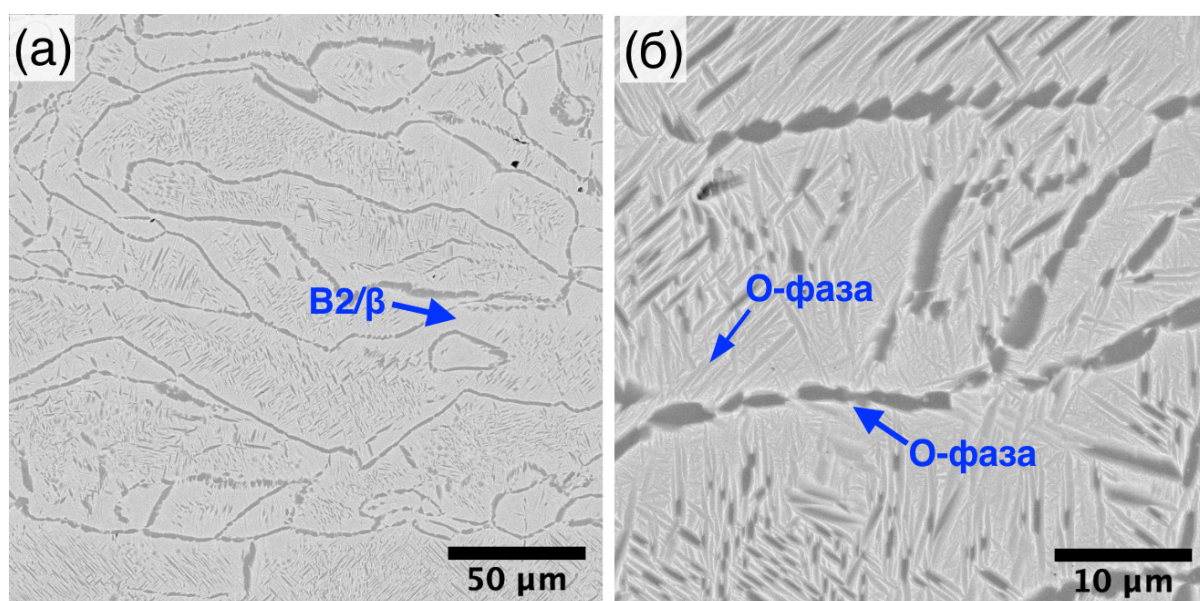


Рисунок 15 – СЭМ-изображения микроструктуры орто-сплава после отжига при 1050 °С при увеличении (а) 1000х и (б) 5000х

В результате отжига при 1050 °С микроструктура сплава состоит из вытянутых зерен В2/ β -матрицы и выделений интерметаллидной О-фазы. Внутри зерен В2/ β -фазы наблюдаются мелкодисперсные игольчатые выделения О-фазы с толщиной около 0,4 мкм $\pm$ 0,2 мкм. По границам зерен наблюдаются более крупные глобулярные выделения О-фазы размером около 1,2 мкм $\pm$ 0,3 мкм. Частично, приграничные выделения О-фазы представляют из себя цепочки и полной окантовки зерен не наблюдается. Несмотря на то, что температура отжига соответствовала (α_2 +В2)-области, выделений α_2 -фазы в микроструктуре не наблюдается, что может быть связано с недостаточным временем отжига для протекания О $\rightarrow$ α_2 фазового превращения. Таким образом, при данной температуре и времени отжига произошло фазовое превращение О $\rightarrow$ В2. В то же время образование α_2 -фазы является нежелательным, следовательно, увеличение времени отжига является нецелесообразным.

На рисунке 16 приведена рентгенограмма образца орто-сплава после отжига при 1050 °С.

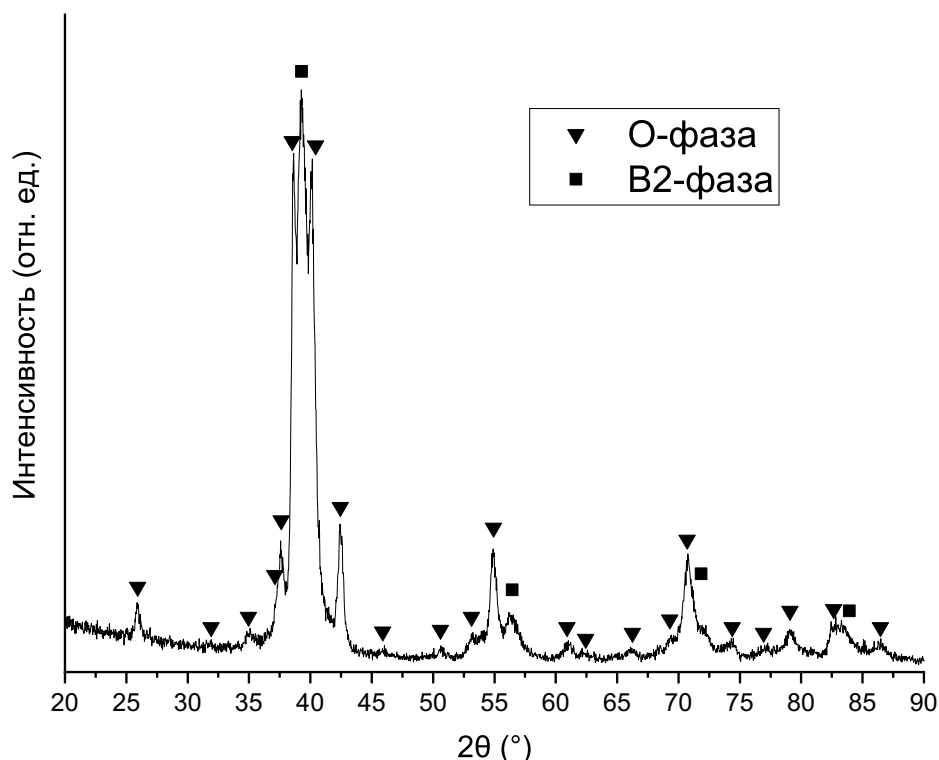


Рисунок 16 – Рентгенограмма образца орто-сплава после отжига при 1050 °С

Согласно результатам рентгенофазового анализа, после отжига при 1050 °С в течение 2 часов образец орто-сплава состоит из двух фаз: В2-фазы с ОЦК-решеткой и О-фазы.

В результате отжига при 1050 °С также произошло снижение твердости сплава с 568 HV до 384 HV, что связано с уменьшением объемной доли интерметаллидной О-фазы.

Исследование механических свойств орторомбического сплава, изготовленного селективным лазерным плавлением

Для исследования механических свойств образцов орто-сплава, изготовленных из атомизированного порошка, были проведены испытания на растяжение, сжатие и измерение микротвердости.

Для образцов, изготовленных при различной температуре подогрева из атомизированного порошка: была измерена микротвердость в исходном состоянии. Зависимость микротвердости образцов и содержания орто-фазы приведена на рисунке 17.

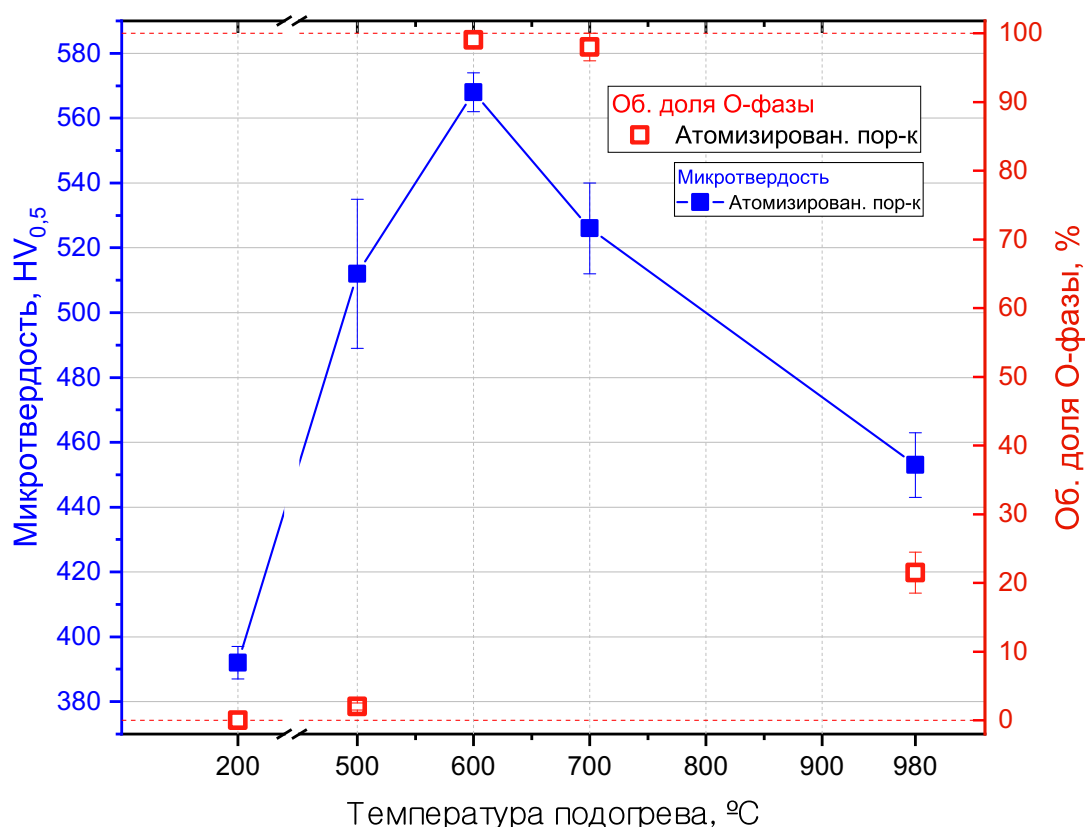


Рисунок 17 – Влияние температуры подогрева платформы в процессе СЛП на микротвердость и количество выделений орто-фазы в образцах, изготовленных из атомизированного порошка

Наименьшие значения микротвердости были получены при температуре подогрева платформы 200 °С (392 HV_{0.5}), что соответствует микроструктуре, состоящей из В2/β-фазы. С увеличением температуры подогрева микротвердость увеличивается, достигая наибольших значений при температуре подогрева 600 °С (568 HV_{0.5}). При этом объемная доля орто-фазы при использовании температуры подогрева платформы 700 °С наибольшая и составляет около 100 %. Дальнейшее увеличение температуры подогрева в процессе СЛП до 980 °С приводит к снижению микротвердости, что коррелирует с содержанием орто-фазы в образцах. Таким образом, микротвердость образцов существенно зависит от количества орто-фазы, которое может варьироваться в зависимости от используемой температуры подогрева платформы в процессе изготовления образцов.

Для проведения механических испытаний были изготовлены как плоские (рисунок 18, а), так и цилиндрические заготовки образцов (рисунок 18, б), из которых с помощью механической обработки либо электроэрозионной резки изготавливались образцы для испытаний на растяжение.

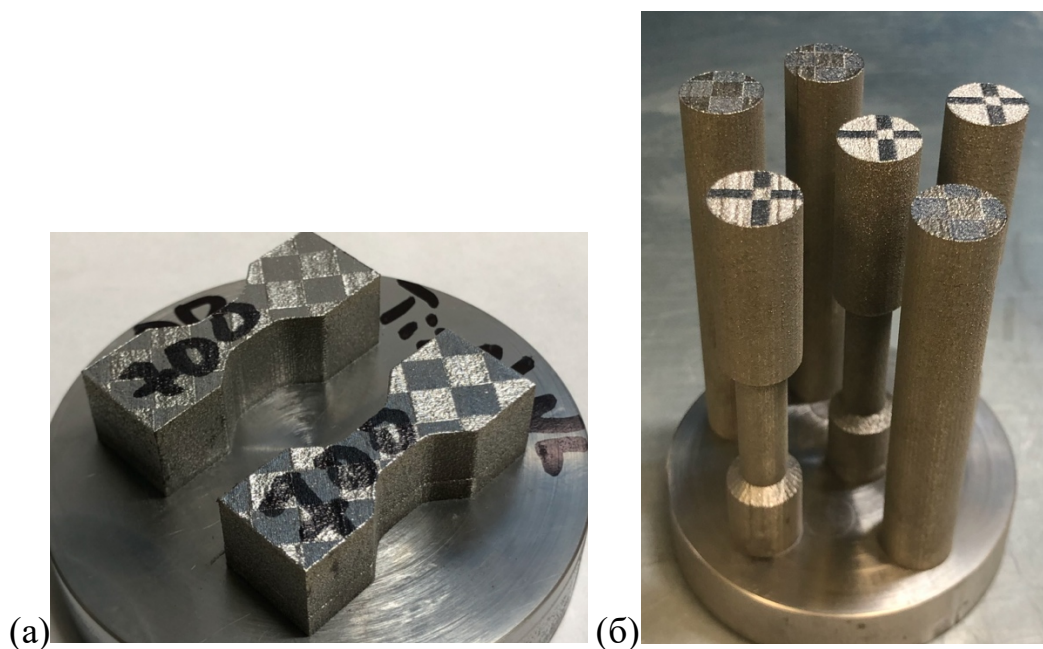


Рисунок 18 – Фотографии заготовок (а) плоских и (б) цилиндрических образцов для испытаний на растяжение, изготовленных методом СЛП

Проведены испытания на растяжение при комнатной температуре для плоских образцов, изготовленных при различной температуре подогрева из атомизированного порошка в исходном состоянии и после отжига при 950 °С в течение 2 часов. Результаты испытаний приведены на рисунке 19.

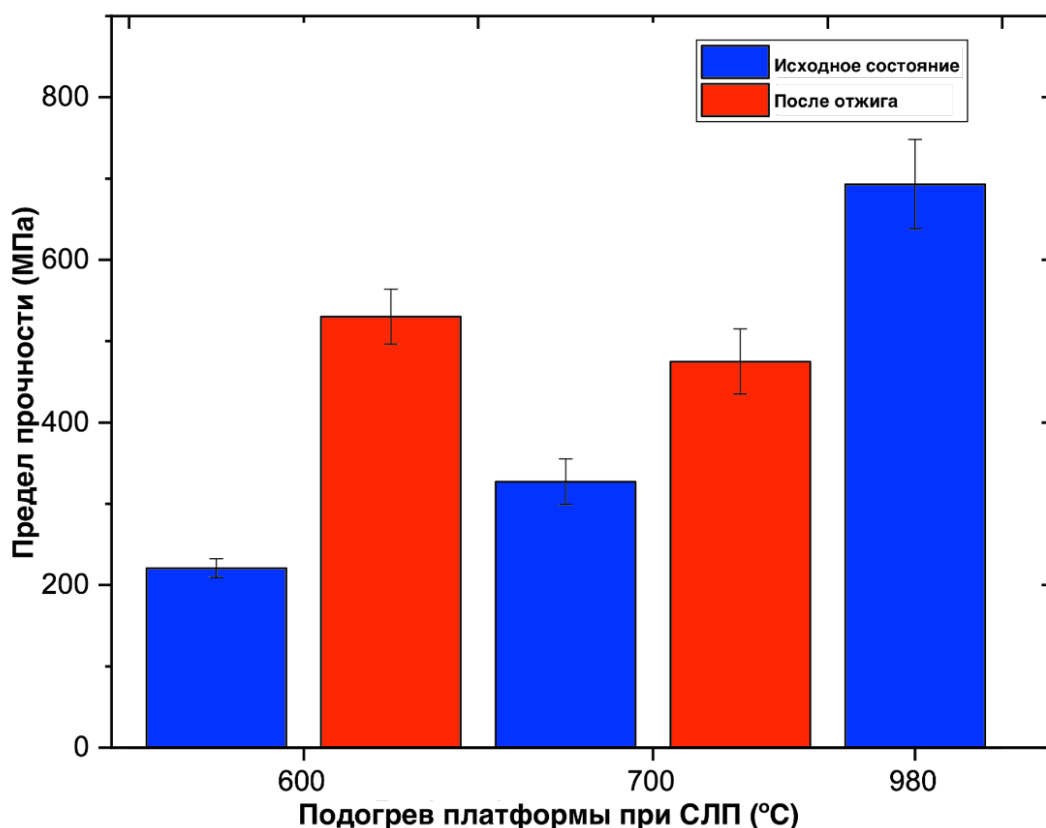


Рисунок 19 – Влияние температуры подогрева платформы в процессе СЛП на предел прочности на растяжение при комнатной температуре для плоских образцов, изготовленных из атомизированного порошка

В исходном состоянии наибольшее значение прочности было получено для образца, изготовленного при температуре подогрева 980 °C (693 ± 55 МПа). Для других образцов значения прочности были значительно ниже: 220–330 МПа в исходном состоянии и 475–530 МПа после отжига. При этом образцы демонстрируют хрупкое разрушение без достижения пластичной деформации. Низкие значения прочности и пластичности главным образом могут быть вызваны наличием микротрещин. Как показано ранее, начиная с определенной высоты в верхней части образцов образуются микротрещины вследствие неравномерной температуры вдоль образца даже в случае температуры подогрева платформы 980 °C. При более низких температурах подогрева количество трещин увеличивается.

В связи с этим были проведены дополнительные испытания на растяжение цилиндрических образцов после ГИП.

Результаты испытаний на растяжение при комнатной и повышенных температурах приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Результаты испытаний на растяжение образцов орто-сплава при комнатной и повышенной температуре

Температура испытания, °С	Предел текучести, МПа	Предел прочности, МПа	Относительное удлинение, %
20	956–997	971–1028	1,0–1,2
650	738–752	815–860	6,5–7,0
700	668	771	6,5

В результате ГИП механические свойства образцов улучшились. Предел прочности при комнатной температуре повысился до 1028 МПа, что близко к значениям предела прочности орто-сплава, изготовленного с помощью пластической обработки с последующей термической обработкой. При этом образцы имеют хрупкий характер разрушения и низкие значения относительного удлинения. Для дальнейшего улучшения механических характеристик может быть применена термическая обработка с режимами, оптимизированными для сплава, изготовленного методом СЛП.

При повышенных температурах образцы продемонстрировали удовлетворительные значения предела прочности на уровне материала, изготовленного с помощью пластической обработки.

Для проведения испытаний на сжатие были изготовлены цилиндрические образцы с диаметром 5 мм и высотой 10 мм. Предел прочности образцов на сжатие при комнатной температуре составил 2452 МПа $\pm$ 123 МПа.

Испытания на сжатие при повышенной температуре 650 °С были проведены с использованием комплекса Gleeble 3800. Нагрев образцов осуществлялся со скоростью около 3 °С/с с выдержкой при температуре испытаний 3 минуты.

Изображения образца до и после испытания приведены на рисунке 20.

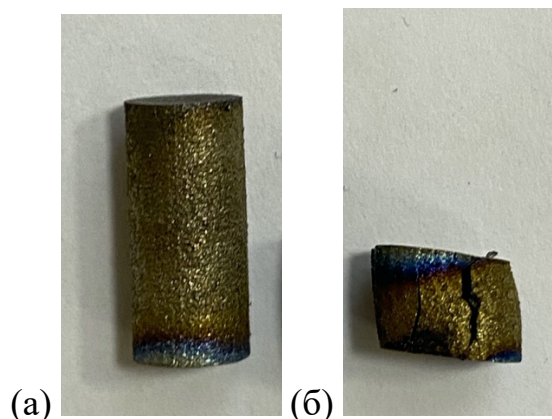


Рисунок 20 – Образец орто-сплава (а) до и (б) после испытания на сжатие при 650 °С

Из приведенного рисунка видно, что при сжатии после значительной пластической деформации произошло образование трещин и разрушение образца.

На рисунке 21 приведена кривая напряжение-деформация при сжатии образца титанового орто-сплава при температуре 650 °С.

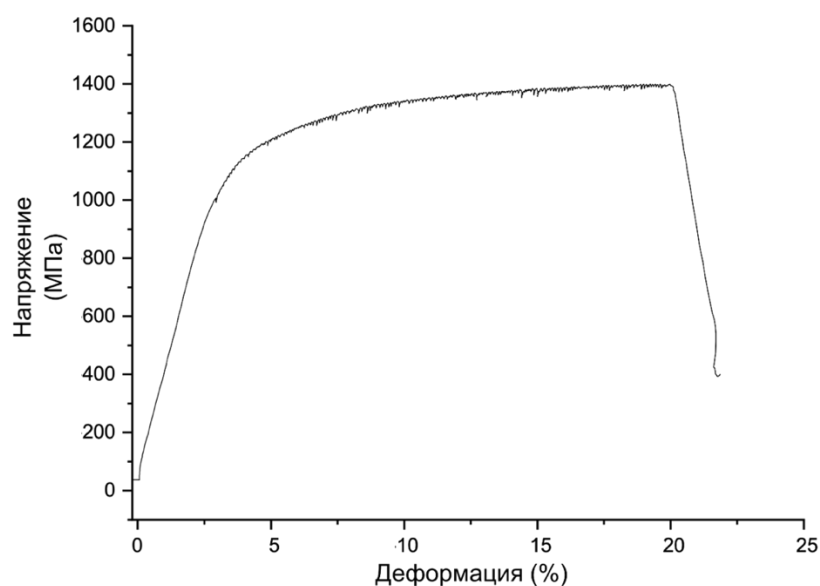


Рисунок 21 – Кривая напряжение-деформация для испытаний на сжатие при температуре 650 °С образца титанового орто-сплава, изготовленного из атомизированного порошка

Прочность на сжатие при 650 °С составила около 1395 МПа, что говорит о снижении прочности по сравнению с комнатной температурой на ~43%.

Исследование возможности изготовления орторомбического сплава с градиентной структурой методом селективного лазерного плавления

Из порошка орто-сплава были изготовлены цилиндрические образцы с высотой 20 мм и диаметром 10 мм. При этом первая часть образца (10 мм) были изготовлены при подогреве платформы 980 °С. После этого платформа охлаждалась до температуры 700 °С, затем изготавливали вторую часть образца высотой 10 мм.

Температура подогрева 980 °С соответствует (В2+О) фазовой области орто-сплава, а 700 °С – О-фазовой области.

Изображение изготовленного образца с градиентной микроструктурой приведено на рисунке 22, а. Была исследована микроструктура данного образца в трех областях: нижней, средней переходной области на высоте 10 мм и верхней части. Как видно из СЭМ-изображений, нижняя часть образца состоит из В2+О микроструктуры, которая представляет собой зерна В2-матрицы с выделениями орто-фазы внутри зерен и по их границам (рисунок 22, г). В середине образца в области, где осуществляли изменение температуры подогрева, наблюдается переходная область, в которой изменяется микроструктура. Ниже переходной области микроструктура состоит из В2+О-фаз. При этом объемная доля выделений орто-фазы увеличивается при приближении к переходной области. Выше переходной области образец состоит полностью из орто-фазы.

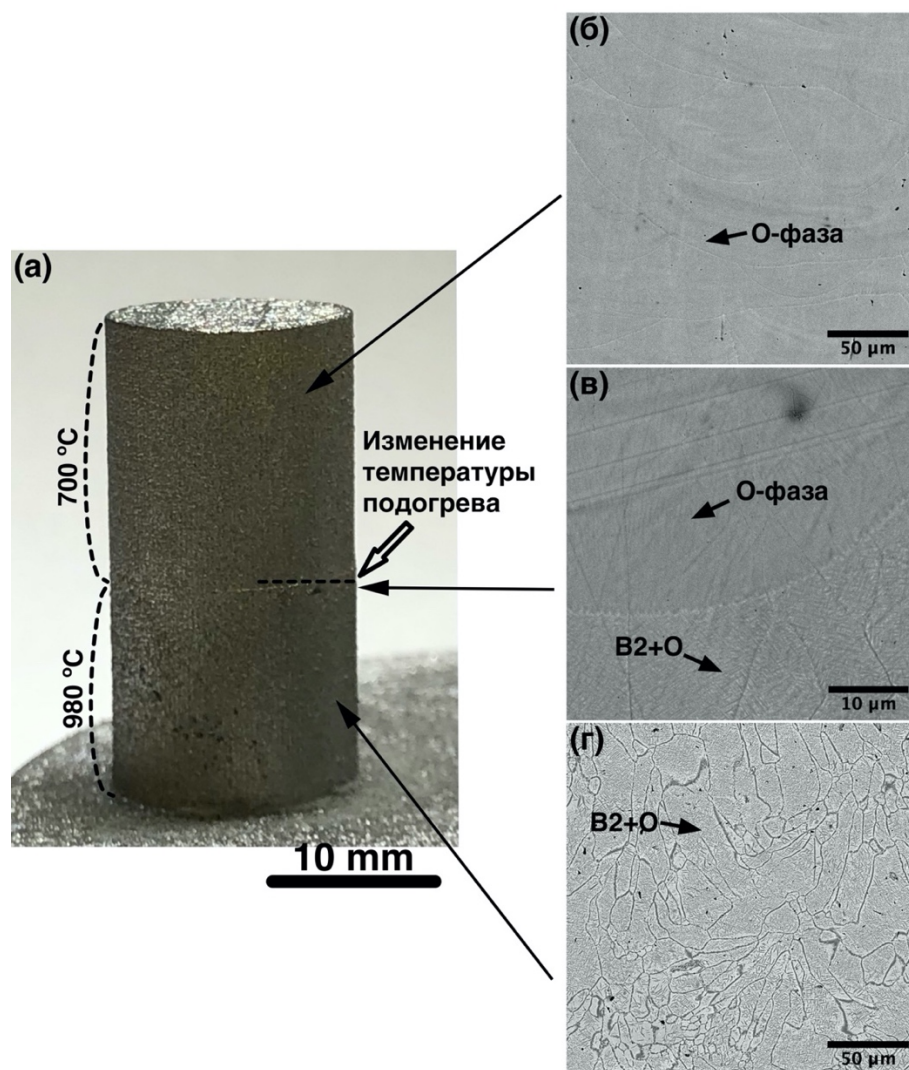


Рисунок 22 – (а) Фотография образца из орторомбического сплава с градиентной микроструктурой и изображения микроструктуры в (б) верхней, (в) средней и (г) нижней частях образца

На рисунке 23 приведен график изменения микротвердости вдоль направления выращивания образца с градиентной структурой.

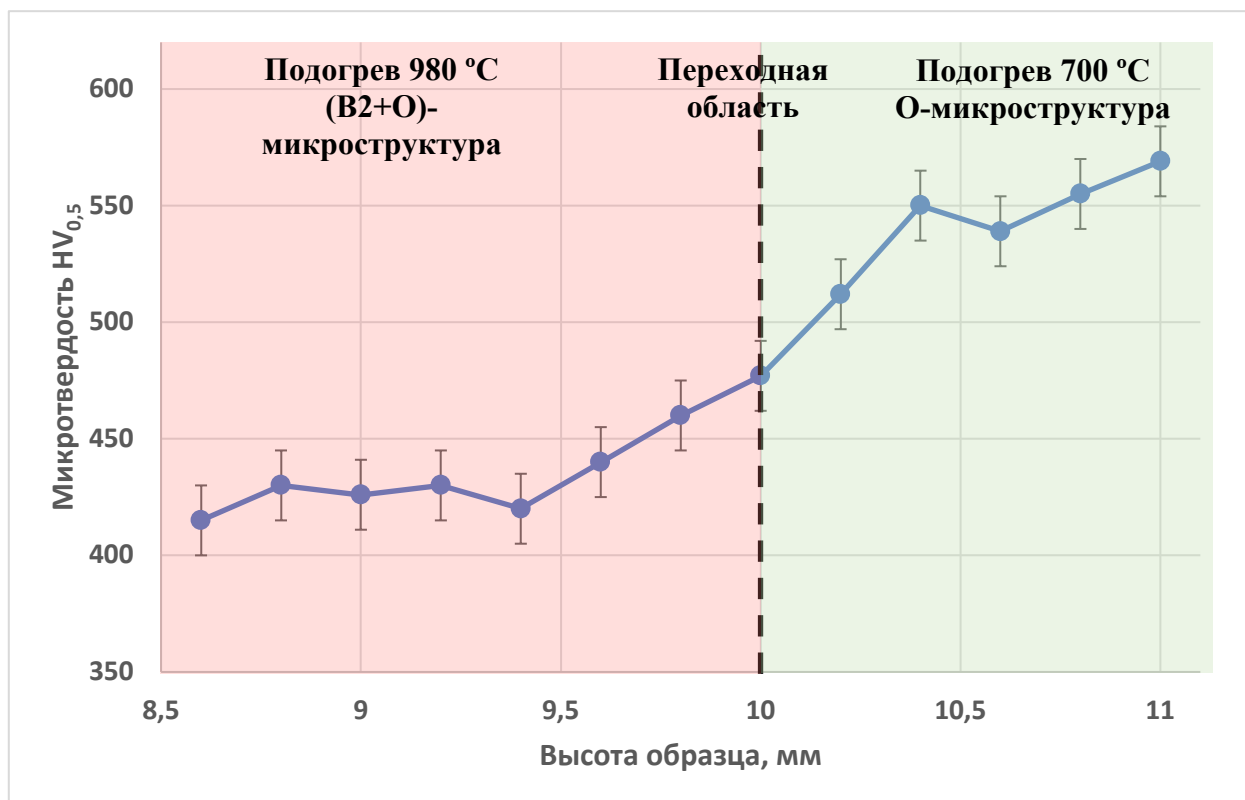


Рисунок 23 – Изменение микротвердости вдоль высоты образца с градиентной микроструктурой

Изменение микроструктуры вдоль направления выращивания образца привело к изменению микротвердости. В случае двухфазной микроструктуры из B2+O-фаз микротвердость находится на уровне 415–430 HV_{0,5}, что соответствует предыдущим результатам измерений образцов без градиентной структуры. Выше переходной области микротвердость резко повышается и достигает значений около 560–570 HV_{0,5}, что соответствует значениям микротвердости образцов, состоящих полностью из орто-фазы.

Заключение

В рамках представленной работы были проведены экспериментальные исследования процесса СЛП интерметаллидного титанового орто-сплава, исследовано структурно-фазовое состояние сплава в зависимости от технологических режимов СЛП и последующих термической обработки и горячего изостатического прессования.

Установлено, что при плотности энергии 45,8 Дж/мм³ и 54,9 Дж/мм³ при температуре подогрева платформы 600 °С и 700 °С в процессе селективного лазерного плавления компактные образцы имеют наибольшие значения относительной плотности 99,95%.

При температуре подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления менее 600 °С в образцах образуется большое количество холодных трещин, вызванных высокими остаточными напряжениями. При повышении температуры подогрева холодные трещины не образуются, однако, начиная с определенной высоты образца наблюдаются горячие трещины, образовавшиеся по границам зерен.

Методом дифференциальной сканирующей калориметрии определены температуры фазовых превращений в орто-сплаве, изготовленном селективным лазерным плавлением.

Установлено, что температура подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления существенно влияет на морфологию микроструктуры, фазовый состав и свойства титанового орто-сплава. В зависимости от температуры подогрева изготовленные из атомизированного порошка компактные образцы имели β /В2-ячеистую микроструктуру, О-микроструктуру и (β /В2+О)-микроструктуру с различной морфологией и соотношением отдельных фаз.

Микротвердость образцов зависит от температуры подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления и имеет прямую корреляцию с объемной долей О-фазы. Наибольшая микротвердость 568 НV_{0,5}, была получена при использовании подогрева платформы 700 °С, что соответствует наибольшей объемной доле О-фазы.

Установлено, что для достижения удовлетворительного уровня механических свойств необходимо проведение горячего изостатического прессования образцов после их изготовления селективным лазерным плавлением. Прочностные характеристики изготовленного орто-сплава после ГИП близки к значениям орто-сплава, изготовленного пластической обработкой.

Продemonстрировано, что путем варьирования температуры подогрева платформы в процессе селективного лазерного плавления возможно изготовление образцов титанового орто-сплава с градиентной структурой вдоль направления выращивания.

Литературные источники

1. Павлова Т.В., Кашапов О.С., Ночовная Н.А. Титановые сплавы для газотурбинных двигателей // Все материалы. Энциклопедический справочник. 2011. № 5. С. 8–14.
2. Кашапов О.С.. Состояние, проблемы и перспективы создания жаропрочных титановых сплавов для деталей ГТД // Труды ВИАМ. 2013. № 3.
3. Wang W. et al. Microstructure control and mechanical properties from isothermal forging and heat treatment of Ti–22Al–25Nb (at.%) orthorhombic alloy // *Intermetallics*. 2015. Vol. 56. P. 79–86.
4. Germann L. et al. Effect of composition on the mechanical properties of newly developed Ti₂AlNb-based titanium aluminide // *Intermetallics*. 2005. Vol. 13, № 9. P. 920–924.
5. Kumpfert J. Intermetallic Alloys Based on Orthorhombic Titanium Aluminide // *Adv. Eng. Mater.* 2001. Vol. 3, № 11. P. 851.
6. Loria E.A. Gamma titanium aluminides as prospective structural materials // *Intermetallics*. 2000. Vol. 8, № 9–11. P. 1339–1345.
7. Pathak A., Singh A.K. A first principles study of Ti₂AlNb intermetallic // *Solid State Commun.* 2015. Vol. 204. P. 9–15.
8. Моисеев В.Н. Титан в России // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2005. № 8. С. 23–29.
9. Peters M. *Titanium and Titanium Alloys*. Eds. by Ch / ed. Leyens C., Peters M. Weinheim: Wiley, 2003. 496 p.
10. Белоконь Ю.А., Павленко Д.В., Пахолка С.Н. Получение интерметаллидных титановых сплавов для деталей компрессора газотурбинных двигателей на основе метода самораспространяющегося высокоскоростного синтеза // *Вісник двигунобудування*. 2016. №. 1. С. 72–80.
11. Wang M., Lin X., Huang W. Laser additive manufacture of titanium alloys // *Mater. Technol.* 2015. Vol. 00, № 0. P. 1753555715Y.000.

12. Attar H. et al. Recent developments and opportunities in additive manufacturing of titanium-based matrix composites: A review // Int. J. Mach. Tools Manuf. 2018. Vol. 133. P. 85–102.
13. Thijs L. et al. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti–6Al–4V // Acta Mater. Acta Materialia Inc., 2010. Vol. 58, № 9. P. 3303–3312.
14. Зленко М., Попович А.А., Мутылина И.Н. Аддитивные технологии в машиностроении. СПб: Изд-во Политехн. ун-та, 2013. 222 с.
15. Wong K. V., Hernandez A. A Review of Additive Manufacturing // ISRN Mech. Eng. 2012. Vol. 2012. P. 1–10.
16. Gussone J. et al. Microstructure of γ -titanium aluminide processed by selective laser melting at elevated temperatures // Intermetallics. 2015. Vol. 66. P. 133–140.

Аспирант: _____/Полозов И.А./