Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСИС»

Долбачев Александр Петрович

СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ АЛЮМИНИДОВ ТИТАНА, ПОЛУЧЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ТЕХНОЛОГИЙ ПОСЛОЙНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЕКАНИЯ ПОРОШКОВ

Специальность 2.6.1

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации На соискание степени кандидата технических наук

Научный руководитель

доктор технических наук, профессор Белов Николай Александрович

Москва, 2023

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

Алюминиды титана изучаются длительное время и являются широко признанными материалами с низкой плотностью, работающими при высоких температурах. Основной интерес пал на гамма-алюминиды титана (TiAl- γ), которые в основном состоят из γ фазы и рассматриваются как перспективные материалы для применения в авиационных двигателях. По сравнению с другими материалами, такими как сплавы на основе никеля, интерметаллические гамма титановые сплавы обладают низкой плотностью от 3,9 до 4,2 г/см³, высокими показателями удельной прочности и ползучести при высоких температурах. Алюминиды титана обладают лучшей стойкостью к окислению, чем обычные титановые сплавы. Упорядоченная структура гамма-сплавов делает их достаточно Принимая во внимание хрупкость при комнатной температуре как хрупкими. ограничивающий фактор для более широкого применения данных сплавов, усилия по разработке сплавов были сосредоточены в основном на бинарном сплаве состава Ті-(44-50)Al (ат. %), обладающем более высокой пластичностью из-за дуплексной $\gamma+\alpha_2$ микроструктуры. Легирование дополнительными элементами позволяет повысить их свойства, в частности пластичность.

В целях поиска оптимального метода получения изделий из алюминидов титана новых составов, были разработаны различные способы такие как литье, термомеханическая обработка, порошковая металлургии. Однако главными недостатками данных способов являются энергозатратные и трудоемкие процессы их изготовления.

В связи с этим, использование аддитивных технологий для получения изделий на основе *γ* алюминидов титана является перспективным направлением. Данный метод позволяет получать готовые изделия сложной конфигурации с размерами максимально близкими к номинальным. Одним из таких методов является метод селективного лазерного плавление (СЛП). Однако одним из ограничивающих факторов применения данного метода является сложность изготовления порошковых материалов сложного состава. Возможным решением данной проблемы может являться использование механической смеси, состоящей из элементарных порошков, позволяющей получать изделия с заданным химическим составом непосредственно в процессе лазерного плавления порошка.

2

Цель работы:

Проведение экспериментальных исследований структуры, фазового состава и свойств гамма сплавов на основе алюминидов титана, полученных из смеси элементарных порошков с помощью селективного лазерного плавления.

Для выполнения поставленной цели были сформулированы задачи:

1. Расчетным методом провести анализ фазового состава тройных сплавов систем Ti-Al-X(Nb,Mn,Mo,Cr,Zr,W,V,Si) в условиях равновесной и неравновесной кристаллизации.

2. Анализ возможности получения сплавов на основе алюминида Al₃Ti методом литья.

3. Анализ возможности получения изделий из смеси элементарных порошков с помощью селективного лазерного плавления.

4. Подбор режимов селективного лазерного плавления для получения изделий из двойных и тройных сплавов на основе алюминидов титана с использованием механической смеси элементарных порошков.

5. Исследование микроструктуры и свойств титановых гамма сплавов, полученных методом селективного лазерного плавления.

6. Исследование влияния термической обработки на структуру, фазовый состав, твердость и деформационную пластичность экспериментальных образцов сплавов на основе гамма алюминидов титана, полученных методом селективного лазерного плавления.

Научная новизна

1. На основе количественного анализа тройных сплавов систем Ti-Al- X (Nb,Zr,Cr,V,Mo,Mn,W,Si) показано, что во всем диапазоне концентраций неравновесный интервал кристаллизации составляет более 180 °C, что предполагает образование горячих трещин при кристаллизации.

2. Установлено, что получения сплавов на основе алюминида Al₃Ti методом литья практически невозможно из-за неизбежной первичной кристаллизации грубых первичных кристаллов, приводящих к охрупчиванию.

3. На примере сплава Ti-45Al-5Nb (ат.%) установлена принципиальная возможность получения изделий гамма сплавов на основе алюминидов титана из смеси элементарных порошков титана, алюминия и ниобия с помощью селективного лазерного плавления (СЛП).

4. Показано, что в результате СЛП происходит формирование структуры на основе эвтектоида (α₂+γ), характерной для гамма-сплавов, получаемых традиционным методами

3

5. Показано, что нагрев до 600 °C в течение 1 часа сохраняет исходную твердость (около 450 HV), а нагрев при 700 °C незначительно снижает ее (на 18%) что предполагает высокие характеристики жаропрочности.

6. Показано, что образцы тройного сплава, изготовленные методом СЛП, обладают достаточной деформационной пластичностью, что позволяет проводить 2-кратную осадку при 1050 °C.

Практическая значимость

1. Проведен расчет фазового состава тройных сплавов систем Ti-Al-X (Nb,Zr,Cr,V,Mo,Mn,W,Si), что позволило создать базы данных (включая изотермические и политермические разрезы, а также данные по количеству фаз), которые могут быть использованы в дальнейших работах при выборе оптимальных концентраций легирующих элементов.

2. Полученные данные по режимам селективного лазерного плавления двойного Ti- 50Al и тройного Ti-45Al-5Nb (ат.%) гамма сплава могут быть использованы для проведения дальнейших исследований с целью оптимизации процесса получения качественных объемных изделий.

3. Результаты диссертации внедрены в учебный процесс НИТУ «МИСиС» в дисциплине «Материаловедения легких сплавов».

Положения выносимые на защиту

1. Результаты расчета фазового состава тройных сплавов системы Ti-Al-X (Nb,Zr,Cr,V,Mo,Mn,W,Si).

2. Результаты получения сплавов на основе алюминида Al3Ti методом литья.

3. Результаты структурных исследований процесса синтеза двойного титанового гамма-сплава методом СЛП

4. Результаты структурных исследований процесса синтеза тройного сплава на основе гамма алюминида титана с последующей термической обработкой.

Апробация работы

НИТУ «МИСиС» получен грант РФФИ в рамках конкурса «Аспиранты» № 20-33-90077. Основные положения и результаты выпускной квалификационной работы были представлены на следующих конференциях: Х Всероссийская научно-техническая конференция молодых специалистов, 2019, Уфа; III INTERNATIONAL CONFERENCE AND SCHOOL «Synthesis, structure, and properties of high-entropy materials» October 12-14, 2021; Международная научно-техническая конференция «ИННОВАЦИОННЫЕ ТЕХНОЛОГИИ, ОБОРУДОВАНИЕ И МАТЕРИАЛЫ МАШИНОСТРОИТЕЛЬНОГО ПРОИЗВОДСТВА» 24 - 26 мая 2022 г. МГТУ им. Н.Э. Баумана; Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов 25-27 октября 2022 г.

Публикации

По результатам проведенных исследований было опубликовано 4 печатные работы в журналах, входящих в базы данным Web of Science (Core Collection)/Scopus.

Достоверность научных результатов

О надежности результатов свидетельствует повторяемость результатов, публикации в журналах, входящих в Web of Science (Core Collection)/Scopus. Все испытания проводились согласно рекомендациям действующих ГОСТов. Текст научного доклада проверен на отсутствие плагиата с помощью программы "Антиплагиат" (http://antiplagiat.ru).

Личный вклад автора состоит в проведении литературного обзора; формировании плана экспериментов; проведении экспериментальных исследований; анализе и обработке результатов экспериментов, подготовке научных статей и выступлении на научных конференциях.

Структура и объем диссертации

Научно квалификационная работа состоит из введения, шести глав, общих выводов, а также списка литературы из 100 источников. Работа изложена на 150 страницах, содержит 66 рисунков и 34 таблицы.

Основное содержание работы

В первой главе на основании проведенного литературного обзора была проанализирована система Ti-Al в области гамма сплавов, а также в области с повышенным содержанием алюминия. Литературный обзор показал, что существуют противоречивые версии строения диаграммы Ti–Al в области алюминида Al₃Ti, согласно которым данное соединение может быть как конгруэнтно, так и инконгруэнтно плавящимся. Во втором случае его образованию (по перитектической реакции) должна предшествовать первичная кристаллизация другого алюминида (в частности, Al₁₁Ti₅). Рассмотрены структурные и фазовые превращения, протекающие в них. Уделено внимание легирующим элементам, а именно их влиянию на структуру и свойства сплавов на основе гамма алюминидов титана. Представлены методы получения данных сплавов. Указаны их преимущества и недостатки. Установлено, что наиболее эффективным методом изготовления изделий из сплавов на основе гамма алюминидов титана позволяющим снизить трудо- и энергозатраты является применение аддитивных технологий, а именно метода селективного лазерного плавления. Процесс изготовления сплавов аддитивными гамма технологиями является малоизученным. Основными ограничивающими факторами являются необходимость использования специализированного дорогостоящего оборудования, позволяющего осуществлять высокотемпературный подогрев платформы при печати, а также сложности получения порошков заданного состава. В соответствии с изложенным были сформулированы цель и поставлены задачи для выполнения данной работы.

Во второй главе описаны использованные в данной работе порошковые материалы, применяемое оборудование, а также методики при проведении экспериментальных исследований.

Объектами исследований в данной работе являются двойные и тройные гамма сплавы на основе алюминидов титана. В качестве исследований были выбраны сплавы следующего химического состава (в ат. %):

- Ti-66,7Al, Ti-71Al, Ti-72,5Al для получения методом дуговой плавки из чистых элементов.

- Ti-Al-1Mn, Ti-Al-1Cr, Ti-Al-1Zr для получения методом дуговой плавки из чистых элементов.

 - Ti- 50Al для проведения синтеза методом селективного лазерного сплавления из смеси элементарных порошков. Данный сплав является типичным представителем однофазных гамма сплавов. - Ti-45Al-5Nb для проведения синтеза методом селективного лазерного сплавления из смеси элементарных порошков.

Построение политермических и изотермических разрезов, а также расчет фазового состава многокомпонентных систем осуществляли с помощью программы Thermo-Calc.

Единичные треки и компактные образцы из смеси элементарных порошков исследуемых сплавов получали методом селективного лазерного сплавления с использованием установки SLM 280HL (SLM Solutions, Германия).

Приготовление литых гамма-сплавов осуществляли в лабораторной вакуумной дуговой печи Arc200 с медным водоохлаждаемым тиглем. Образцы для микроструктурных исследований подготавливали методами механической шлифовки и полировкина установке ATM Saphir360.

Микроструктурные исследования и изучение морфологии полученных образцов проводили на световом микроскопе (Axio Observer D1m Carl Zeiss) и сканирующем электронном микроскопе (TESCAN VEGA 3 SBH).

Пористость образцов исследуемых образцов определяли металлографическим методом.

Осаждение образцов проводили на универсальной испытательной машине для высокотемпературных испытаний в вакууме.

Термическую обработку проводили в электрической муфельной печи SNOL 10/11.

Измерения значений твердости по Виккерсу проводили на установке METKON DUROLINE MH-6.

<u>В третьей главе</u> описаны полученные в работе результаты расчетноэкспериментальных исследований двойной Ti-Al и тройных Ti-Al-X систем титановых гамма сплавов.

В соответствии с двойной диаграммой Ti-Al (рис. 1) в области гамма-сплавов протекают два перитектических превращения при температурах 1475 °C (L+ $\beta \rightarrow \alpha$) и 1447 °C (L+ $\gamma \rightarrow \alpha$). Эвтектоидный распад α -фазы по реакции $\alpha \rightarrow \alpha_2 + \gamma$ происходит при температуре 1118 °C. При комнатной температуре γ -фаза имеет большой интервал гомогенности от 50 до 60 (ат. %) алюминия.

Количественный расчет фазового состава некоторых гамма сплавов представлен в таблицах 1-2.



Рисунок 1 – Двойная фазовая диаграмма системы Ti-Al.

Taxuanatuna °C	Q _м , (мас. %) Фаза –		Содержание, (мас. %)		
Temneparypa, C			Al	Ti	
1400	100	α	31,56	68,44	
1200	66,44	α	29,59	70,41	
	33,56	γ	35,46	64,54	
1000	37,98	α_2	26,16	73,84	
1000	62,02	γ	34,86	65,14	
800	35,12	α_2	24,71	75,29	
800	64,88	γ	64,74	35,26	
600	32,72	α_2	76,73	23,27	
000	67,28	γ	64,41	35,59	

Таблица 1 – Расчетные данные для фазового состава сплава Ti- 45Al (ат. %)

Таблица 2 – Расчетные данные для фазового состава сплава Ti- 50Al (ат. %)

Toursonotype °C	Q _M ,	ወንንን	Содержание, (мас. %)		
Temnepatypa, C	(мас. %)	Ψa3a	Al	Ti	
1400	76,97	α	35,12	64,88	
	23,03	γ	39,14	60,86	
1200	100	γ	27.31	63,96	
1000	100	γ	36,04	63,96	
800	100	γ	36,04	63,96	
600	100	γ	36,04	63,96	

Расчет политермических сечений тройных систем Ti-Al- X при содержании алюминия 45 (ат. %), позволил провести оценку влияния на фазовый состав добавления третьего легирующего элемента (X) при разных температурах. Главным отличием тройной системы от двойной является наличие трехфазных областей. Другой отличительной особенностью является то, что в тройных системах перитектические реакции (L+β→α и

L+α→γ) и эвтектоидная реакция (α→α₂ +γ) протекают в интервале температур. На рисунке 2 представлено политермическое сечение тройной системы Ti-Al-Nb при концентрации Nb до 16 % включительно.



Рисунок 2 – Политермическое сечение тройной системы Ti–Al–Nb при содержании 45Al (ат. %)

На изотермическом разрезе с ниобием, построенном при температуре 1250 °C, присутствует тройная фазовая область ($\alpha+\beta+\gamma$) в виде треугольника (рисунок 3а). Равновесным составам фаз соответствуют вершины данного треугольника. Небольшие изменения химического состава в тройном сплаве могут привести к существенному изменению в фазовом соотношении, что может существенно сказаться на конечной структуре.

При 850 °C отсутствует α-фаза, вместо которой появляется α₂-фаза, а также присутствует новая фаза σ.

На изотермическом сечении в концентрационном диапазоне алюминия с 30 до 55 (ат. %) при 1250 °С (рисунок 3а) имеется несколько фазовых областей, в числе которых три фазовых α , β и γ , двухфазные $\alpha+\gamma$, $\beta+\gamma$, $\alpha+\beta$, а также тройная фазовая область $\alpha+\beta+\gamma$. Ввиду того, что конодный треугольник, соответствующий тройной фазовой области достаточно мал, небольшие изменения в составе сплава, могут привести к существенному изменению в фазовом соотношении. Если рассмотреть сплав с постоянной концентрацией алюминия равной 45 (ат. %), то фазовый состав данного сплава будет сильно варьироваться ввиду изменения концентрации ниобия. При содержании ниобия 5 (ат. %) сплав будет находиться в $\alpha+\gamma$ области. При увеличении содержания ниобия до 8 (ат. %), сплав уже будет находиться

в трехфазной области. При содержании ниобия в сплаве 10 (ат. %) сплав окажется в $\beta+\gamma$ области. Стоит отметить, что на изотермическом сечении, построенном при 850 °C нет фазы β , как при 1250 °C и присутствует трехфазная область с новыми фазами α_2 и σ (рисунок 3б). Сплав, при изменении содержания ниобия практически по всем диапазоне, будет находиться в $\alpha_2 + \gamma$ области.



Рисунок 3 – Изотермический разрез Ti–Al–Nb при температуре 1250 °C (а) и 850 °C (б)

<u>В четвертой главе</u> описаны полученные в работе результаты для двойных Ti-66,7Al, Ti-71Al, Ti-72,5Al (ат. %) и тройных Ti-Al-1Mn, Ti-Al-1Cr, Ti-Al-1Zr (ат. %) титановых сплавов с высоким содержанием алюминия методом литья.

Результаты микроструктурных исследований (рисунок 4) показывают, что в двойных сплавах Ti-Al с повышенным содержанием алюминия в результате кристаллизации образовались трещины. Появление данных трещин связано с протеканием сложных фазовых превращений (включая перитектические реакции) и образования огромных хрупких интерметаллидных соединений в виде игл в процессе затвердевания сплава. По результатам МРСА (рисунок 5) можно сделать предположение о том, что в структуре образовались интерметаллидные соединения близкие по составу к TiAl₃ (предположительно Ti₅Al₁₁).



В

Рисунок 4 – Микроструктура сплавов с повышенным содержанием алюминия: а - Ti- 66,7Al (ат. %), б - Ti-71Al (ат. %), в - Ti-72,5Al (ат. %), СЭМ

Несмотря на повышенное (до 72,7 ат. %) содержанием алюминия, значения твердости составили более 333 HV.

Сплав			Ср. значение HV				
Ti-66,7Al (ат. %)	336,4	322,7	339,6	323,6	325,3	350,9	333,08
Ti-71Al (ат. %)	375,8	363,8	359,7	367,9	351,3	365,3	363,96
Ті-72,7Аl (ат. %)	365,3	355,7	361,7	356,2	394,6	372,6	365,97

Таблица 1 – Значения микротвердости сплавов Ti-Al с повышенным содержанием алюминия

<u>В пятой главе</u> описаны полученные в работе результаты для двойного титанового гамма сплава Ti- 50Al (ат. %) методом селективного лазерного плавления с использованием смеси элементарных порошков.

Было оценено влияние режимов процесса селективного лазерного плавления при получении единичных треков из данного сплава. Было установлено, что варьирование режимов плавления оказывает значительное влияние на морфологию и структуру треков. Сочетание низкой мощности 100 Вт и скорости сканирования выше 400 мм/с приводит к формированию нестабильных и прерывающихся треков. При данных режимах было отмечено формирования на поверхности дефектов в виде шариков (рисунок 5).



Рисунок 5 – Морфология единичных треков (вид сверху) полученных при мощности 100 Вт и скорости сканирования лазера: (а) 400 мм/с, (б) 500 мм/с, (в) 600 мм/с

Использование мощности 200 Вт и выше привело к формированию треков в виде «замочной скважины» (рис. 6). В результате чего в поперечном сечении трека были обнаружены дефекты в виде газовых пор.



Рисунок 6 – Изображения поперечного сечения единичных треков при скорости сканирования 100 мм/с и мощности лазера: (a) 200 Вт, (б) 300 Вт, (в) 400 Вт

Микроструктурные исследования полученных показали наличие нерасплавленных, втянутых в бассейн расплава частиц титанового порошка (рис. 6а,7а). Кроме того, по результатам микрорентген спектрального анализа удалось установить, что использование титанового сплава ВТ-6 в качестве материала подложки приводит к неоднородному распределению алюминия в треках (рис. 76,86).

			Спектр	Элемент	Содержание (ат. %)
	100 -75	Crecip 174	171	Al	11,4
		Crossp 173	1/1	TI	88,6
	- 1		172	Al	12,4
			172	Ti	87,6
The Aller		Creatip 171	172	Al	18,68
			175	Ti	81,32
и понное			174	Al	27,09
. 100jum	· 100μm		1/4	Ti	72,91
а		б			

Рисунок 7 – Карты распределения элементов (а) и результаты МРСА (б) трека полученного при мощности лазера 100 Вт и скорости сканирования 100 мм/с

		Спектр	Элемент	Содержание (ат. %)
Hursen A		150	Ti	88,6
		139	Al	11,4
	Crexp 160	160	Ti	87,5
	Creasp 159	100	Al	12,5
$(1, j, j) \in \mathbb{R}^{n}$		161	Ti	81,32
т и электронное 100µm		101	Al	18,68
а	б			

Рисунок 8 – Карты распределения элементов (а) и результаты MPCA (б) трека полученного при мощности лазера 100 Вт и скорости сканирования 200 мм/с

Увеличение скорости сканирования до 200 мм/с привело к более неоднородному распределению элементов в бассейне расплава (рис. 8а).

Измеренные значения микротвердости треков составили 500±20 HV. По величине микротвердости был сделан вывод о том, что в процессе селективного лазерного плавления образовался интерметаллид, так как твердость чистого титана составляет порядка 180 HV, а алюминия около 40 HV.

Далее были проведены исследования получения из данного сплава компактных образцов размером 5x5x5 мм методом селективного лазерного плавления. В образцах полученных при мощности лазера 50 и 100 Вт, при плотности энергии равной 40 Дж/мм³, а также при 100 Вт и плотности энергии 80 Дж/мм³ наблюдалась пористость до 30 % и 3 % соответственно, а также большое количество нерасплавленных частиц титанового порошка (рис. 9а) из-за недостаточной плотности энергии. Причиной появления пор послужило образование на поверхности образца в процессе лазерного сканирования дефектов в виде шариков, которые препятствовали равномерному нанесению последующих слоев порошка.



Рисунок 9 – Изображение дефектов в виде шариков (стрелками) и нерасплавленных частиц титана (а) и (б) образец без пористости, соответствующий плотности энергии 120 Дж/мм³.

С повышением плотности энергии до 120–160 Дж/мм³ дефекты в виде пористости исчезли, а количество нерасплавленных части титана снизилось (рис. 96). Результаты карт распределения элементов (рис. 10) в образцах полученных при P=100 Вт и плотности энергии 120 (а) и 160 Дж/мм³ (б) соответственно указывают на равномерное распределение элементов в сечении образца.



а

15



Рисунок 10 – Карты распределения элементов в образцах полученных при Р=100Вт и плотности энергии 120 Дж/мм³ (а) и 160 Дж/мм³ (б)

МРСА анализ (рис. 11, 12) для данных режимов показал пониженное содержание Al которое составило ~45 (ат. %). Снижение содержания Al связано с его потерями в процессе СЛП, которые нужно учитывать при подборе параметров. При этом в некоторых местах образцов были обнаружены участки с повышенным содержанием титана, что свидетельствует о локальном неполном расплавлении титанового порошка.

1/th 3	Спектр	Элемент	Содержание, ат. %
Спектр 270	270	Ti	61,36
Спектр 271	270	Al	38,64
	271	Ti	59,14
Cnextp 272	271	Al	40,86
The state of the s	272	Ti	54,28
LE F. F. Y. S.	212	Al	45,72
and the second second second	272	Ti	55,74
Слектр 274	213	Al	44,26
Cnextp 273		Ti	53,48
250µm	274	Al	46,52

Рисунок 11 – Изображение с указанием EDS участков образца, полученного при мощности лазера 100 Вт и плотности энергии 120 Дж/мм³.



Спектр	Элемент	Содержание, ат. %
275	Al	38,95
213	Ti	61,05
276	Al	48,94
270	Ti	51,06
777	Al	39,55
211	Ti	60,45
279	Al	44,24
278	Ti	55,76
270	Al	42,86
219	Ti	57,14
280	Al	41,65
	Ti	58,35

Рисунок 12 – Изображение с указанием EDS участков образца, полученного при мощности лазера 100 Вт и плотности энергии 160 Дж/мм³

На образцах, полученных при мощности лазера 100 Вт и плотности энергии 120 Дж/мм³ и 160 Дж/мм³ значения микротвердости составили 526±15 HV и 531±17 HV соответственно. Для сравнения значение микротвердости в образцах из сплава Ti6Al4V составляет 383,16±10,62 HV.

<u>В шестой главе</u> описаны полученные в работе результаты процесса синтеза тройного титанового гамма сплава Ti-45Al-5Nb (ат. %) методом селективного лазерного плавления с использованием смеси элементарных порошков.

Было оценено влияние режимов селективного лазерного плавления, в том числе повторного переплава при получении единичных треков из данного сплава.

Установлено, что повторный переплав приводит к формированию дополнительных дефектов при печати единичных треков. В результате переплава при скорости сканирования 525 мм/с и мощности 122,5 Вт (70% от исходной) на поверхности треков наблюдаются наплывы и увеличивается разбрызгивание металла в виде капель по краям трека (рис. 13).



Рисунок 13 – Дефекты на поверхности трека в виде наплывов и разбрызгивания капель металла после повторного переплава 70 % от исходной мощности, СЭМ

Увеличение мощности до 140, 157,5 и 175 Вт (80 %, 90 % и 100 % соответственно) от исходной при повторном переплаве и скорости сканирования 525 мм/с привело к образованию дополнительных дефектов в виде трещин из-за возникших термических напряжений (рис. 14).



Рисунок 14 – Дефекты на поверхности треков в виде трещин после повторного переплава при мощности: а – 80 %; б – 90 %; в – 100 % от исходной соответственно, СЭМ

Вторым этапом были проведены исследования получения из данного сплава компактных образцов размером 5x5x5 мм методом селективного лазерного плавления. В образцах, полученных при мощности лазера 100 Вт и плотности энергии 105,8 Дж/мм³ были обнаружены дефекты в виде пор и трещин, а также присутствовали нерасплавленные частицы ниобия (рис. 15а). Плотность образца при этом составила 92±2,3 %. Повышение плотности энергии до 122,1 Дж/мм³ при мощности 125 Вт позволило добиться плотности образца 97±1,5 %. Однако в образце по-прежнему наблюдаются частицы Nb (рис. 15б). В образцах из тройного сплава Ti-45Al- 5Nb также, как и в двойном гамма сплаве Ti-50Al наблюдаются трещины, возникшие из-за термических напряжений в результате селективного лазерного сплавления. Для их минимизации требуется применение дополнительного нагрева платформы. Дальнейшее увеличение мощности лазера и скорости сканирования не дало положительных результатов, а лишь привело к образованию трещин и пор еще большего размера (рис. 156).



Рисунок 15 – Оптические изображения структуры образцов из сплава Ti-45Al-5Nb, полученных при мощности 100 Вт и плотности энергии 105,8 Дж/мм³ (а) и мощности 125 Вт и плотности энергии 122,1 Дж/мм³ (б) соответственно.



Рисунок 16 – Оптические изображения структуры образцов из сплава Ti-45Al-5Nb, полученных при мощности 150 Вт и плотности энергии 105,8 Дж/мм³ (а) и мощности 175 Вт и плотности энергии 105,8 Дж/мм³ (б) соответственно.

Проведение термической обработки образцов при температуре 1000 °C в течение 1 часа полученных при мощности лазера 125 Вт и плотности энергии 122,1; 105,8 и 93,4 Дж/мм³ соответственно привело к частичному растворению частиц ниобия и формированию дуплексной структуры, состоящей из ($\alpha_2+\gamma$) колоний (рис. 176). Результаты MPCA показывают увеличение содержания Nb после проведения термообработки с 2,37 до 2, 99 (ат. %) (рис. 18).



Рисунок 17 – Микроструктура образца без термообработки (а) и (б) после при 1000 °C, 1 час.



Спектр	Элемент	Содержание, ат. %
8	Ti	43,05
	Al	53,96
	Nb	2,99

Рисунок 18 – Результаты МРСА образца после 1000 °С в течение 1 час полученного при мощности 125 Вт и плотности энергии 122 Дж/мм³.

Полученные по режимам №1 (P=100 Вт, V=300 мм/с), №2 (P=125 Вт, V=325 мм/с), №3 (P=125 Вт, V=375 мм/с), №7 (P=175 Вт, V=525 мм/с), h=105 мкм компактные образцы из тройного сплава Ti45Al5Nb подвергли двухкратному осаждению при температуре 1050 °C. На рисунке 19 представлен внешний вид образцов после испытаний.

Визуальный осмотр образцов не выявил видимых следов разрушения, из-за чего можно сделать вывод о том, что образцы, полученные после селективного лазерного сплавления, обладают высокой деформационной пластичностью.



Рисунок 19 – Внешний вид образцов после осаждения при 1050 °С (слева направо режимы): №1, №2, №3, №7.

Микроструктурные исследования образцов показали наличие микротрещин. Окончательно не удается сделать вывод о том, что данные трещины образовались именно в процессе осаждения, так как в исходных образцах они также присутствуют после печати.

Предварительный нагрев при 1050 °С привел к формированию тонкодисперсной дуплексной структуры, состоящей из ($\alpha_2+\gamma$) колоний (рисунок 20).





а



Рисунок 20 – Микроструктура образцов после осаждения при 1050 °C: а – режим №1, б – режим №3, в – режим №7

В

В таблицах 2, 3 представлены результаты значений микротвердости по Виккерсу образцов из сплава Ti-45Al-5Nb полученных при различных режимах селективного лазерного сплавления в как исходном состоянии, так и после термообработки и осаждения.

N⁰	D	V	HV, исх	HV,	HV,	HV,	HV,	HV, 1000
режима	г, р	v ,		600 °C	700 °С 1ч.	800 °C	900 °С 1ч.	°С 1ч.
	Вт	MM/C		1ч.		1ч.		
2	125	325	463±20	462±18	382±24	329±24	317±24	304±24
3	125	375	456±22	457±26	372±19	332±19	322±19	300±19
4	125	425	460±19	455±23	381±20	335±20	320±20	299±20

Таблица 2 – Результаты микротвердости образцов сплава Ti-45Al-5Nb

Таблица 3 – Значения микротвердости сплава Ti-45Al-5Nb после осаждения при 1050 °C в 2 раза

№ режима	Р, Вт	V, мм/с	HV, исх	HV, после осаждения
1	100	300	467±18	353,82
2	125	325	362±21	363,82
3	125	375	464±17	358,38
7	175	525	459±20	369,9

Отжиг, проведенный при 600 С в течение 1 часа практически не повлиял на твердость исследуемых образцов. После проведение последующего отжига при температуре 700 °С значения твердости снизились примерно на 18 %, что говорит о достаточно высоких характеристиках жаропрочности. Дальнейшее проведение отжигов привело к резкому падению твердости на 34 % относительно исходных значений.

Полученные значения микротвердости после осаждения при температуре 1050 °C снизились на 24 % по сравнению с исходным состоянием, оставаясь на достаточно высоком уровне (выше 350 HV). С учетом высокой деформационной пластичности (даже с учетом трещин в исходной заготовке) можно предположить, что рассматриваемый тройной сплав имеет перспективный материал для технологии СЛП.

выводы

1. На основе количественного анализа тройных сплавов систем Ti-Al-X (Nb,Mn,Mo,Cr,Zr,Si) установлены особенности фазовых превращений в условиях равновесной и неравновесной кристаллизации. Проведен расчет фазового состава при различных температурах, а также расчетные значения температур ликвидуса, равновесного и неравновесного солидуса.

2. Показано, что во всем диапазоне концентраций неравновесный интервал кристаллизации составляет более 180 °C, что предполагает образование горячих трещин при кристаллизации.

3. Установлено, что получение сплавов на основе алюминида Al₃Ti методом литья практически невозможно из-за неизбежной первичной кристаллизации грубых первичных кристаллов, приводящих к охрупчиванию.

4. Изменение параметров селективного лазерного плавления оказывает сильное влияние при печати единичных треков из порошковой смеси Ti-50Al. Сочетание низкой мощности 100 Вт и скорости сканирования выше 400 мм/с приводит к формированию нестабильных и прерывающихся треков. При данных режимах было отмечено появление на их поверхности дефектов в виде шариков. Использовании мощности от 200 Вт и выше привело к формированию треков в виде «замочной скважины». Вследствие этого в поперечном сечении трека были обнаружены дефекты в виде газовых пор.

5. Определены режимы селективного лазерного плавления, позволяющие получать изделия из двойного гамма-сплава Ti-50Al (ат. %) с минимальным количеством дефектов. Для предотвращения растрескивания изделий при печати необходимо использовать дополнительный подогрев платформы.

6. На образцах из двойного сплава, полученных при мощности лазера 100 Вт и скорости сканирования 278 и 208 мм/с значения микротвердости составили 526±15 HV и 531±17 HV соответственно, что значительно выше твердости чем у чистых титана и алюминия.

7. Установлена принципиальная возможность получения изделий гамма сплавов на основе алюминидов титана из смеси элементарных порошков титана, алюминия и ниобия с помощью селективного лазерного плавления (СЛП).

8. Проведенные микроструктурные исследования показывают значительное влияние термической обработки на структуру и свойства образцов тройного сплава. В результате проведения отжига при температуре 1000 °C в течение 1 часа формируется ламельная структура, состоящая из (α₂+γ) колоний.

23

9. Микротвердость на полученных образцах составила около 450 ± 22 HV, что на 15 % ниже, чем у двойного Ti-50Al гамма-сплава. Снижение значений микротвердости вызвано дополнительным легированием Nb и присутствием в структуре второй более мягкой α_2 фазы. Нагрев до 600 °C в течение 1 часа сохраняет исходную твердость, а нагрев при 700 °C незначительно снижает ее (на 18%) что предполагает высокие характеристики жаропрочности.

10. Показано, что образцы тройного сплава, изготовленные методом СЛП, обладают достаточной деформационной пластичностью, что позволяет проводить 2-кратную осадку при 1050 °C.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ ОТРАЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ ПУБЛИКАЦИЯХ:

1. A.P. Dolbachev, N.A. Belov, T.K. Akopyan Experimental Study of Single Tracks Obtained from a Mixture of Ti and Al Powders with Variable Parameters of the Selective Laser Melting Process» Russian Journal of Non-Ferrous Metals // 62 (2021) 539–544. (Web of Science, Scopus).

2. Долбачев А.П., Белов Н.А., Акопян Т.К. Экспериментальное изучение единичных треков, полученных из смеси порошков Ті и Аl при варьируемых параметрах процесса селективного лазерного плавления. // Цветная металлургия. 4 (2021) 51-58. (Scopus, BAK)

3. Т. К. Акопян, Н. И. Дашкевич, Н. О. Короткова, А. П. Долбачев Расчетноэкспериментальные исследования структуры и фазового состава в процессе кристаллизации и при термообработке γ-сплава типа TNM, дополнительно легированного хромом // Цветные металлы, 5 (2017) 67–73 (Scopus, BAK).

4. T.K. Akopyan, N.O. Korotkova, A.P. Dolbachev Analysis of the phase composition and microstructure of a TNM-type alloy by using thermodynamic calculation» Non-ferrous Metals // 43 (2017) 43–49 (Web of Science, Scopus).

•