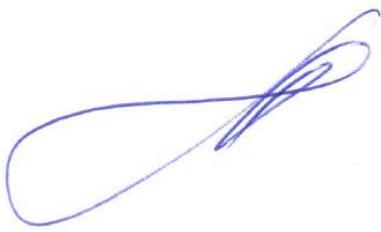


На правах рукописи



Новак Анна Викторовна

**ЗАКОНОМЕРНОСТИ ВЛИЯНИЯ МИКРОДОБАВОК РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ
ЭЛЕМЕНТОВ НА СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ И
МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО СПЛАВА
НА ОСНОВЕ ОРТОРОМБИЧЕСКОГО АЛЮМИНИДА ТИТАНА**

Специальность 05.16.09 – Материаловедение (машиностроение)

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Москва – 2019

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Московский государственный технический университет имени Н.Э. Баумана (национальный исследовательский университет)» и Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов».

Научный руководитель: **Ночовная Надежда Алексеевна**
доктор технических наук

Официальные оппоненты: **Мамонов Андрей Михайлович**
доктор технических наук, профессор, профессор кафедры
«Материаловедение и технология обработки материалов»
ФГБОУ ВПО «Московский авиационный институт
(национальный исследовательский университет)»

Счастливая Ирина Алексеевна
кандидат технических наук, начальник лаборатории НПК
НИЦ «Курчатовский институт» - ЦНИИ КМ «Прометей»

Ведущая организация: ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

Защита состоится «___» 2019 г. в _____ на заседании диссертационного совета Д 212.141.04 при МГТУ им. Н.Э. Баумана по адресу: 105005, г. Москва, 2-я Бауманская ул., д.5, стр.1.

Ваш отзыв на автореферат, заверенный печатью организации, просим высыпать в двух экземплярах по указанному адресу.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на официальном сайте МГТУ им. Н.Э. Баумана www.bmstu.ru.

Телефон для справок: 8(499) 267-09-63

Автореферат разослан «___» 2019 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
кандидат технических наук, доцент

Плохих Андрей Иванович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы. Развитие современной авиационной промышленности связано с созданием экономичных и экологичных газотурбинных двигателей с пониженным расходом топлива, повышенными ресурсом работы и надёжностью. Ключевую роль в решении этой задачи играет применение современных лёгких жаропрочных материалов, обладающих высокими эксплуатационными характеристиками. Особые требования предъявляют к жаропрочным сплавам, предназначенным для изготовления лопаток, дисков, направляющих аппаратов и корпусных элементов компрессора и турбины, поскольку эти детали подвергаются высоким тепловым и силовым нагрузкам.

В настоящее время в отечественной промышленности и за рубежом для изготовления деталей КВД широко применяются жаропрочные титановые сплавы BT25U и BT18U (РФ), Ti6242S (США), IMI834 (Великобритания), Timetal 1100 (США) с температурой эксплуатации до 550-600 °C. Использование этих сплавов, основанных на твердорастворном и дисперсионном упрочнении металлической матрицы, при более высоких температурах ограничено снижением жаропрочных свойств и повышенным окислением. На сегодняшний день они уже не способны в полной мере обеспечить современные температурные требования конструкторов авиационных изделий.

Наиболее перспективными легкими жаропрочными материалами с температурой эксплуатации выше 600 °C являются сплавы на основе алюминидов титана. Среди интерметаллидных титановых сплавов систем Ti-Al и Ti-Al-Nb с точки зрения наилучшей технологичности и пластичности, высоких характеристик прочности, жаропрочности и жаростойкости большой интерес представляют деформируемые сплавы, основой которых является орторомбическая фаза Ti_2AlNb (также известные, как орто-сплавы).

Однако при изготовлении крупногабаритных полуфабрикатов из орто-сплавов на промышленном оборудовании, при невозможности реализации изотермических условий деформации, существует проблема низкой технологичности и обеспечения гарантированного уровня конструкционной пластичности. Для успешного внедрения данных материалов в конструкцию современных авиационных двигателей необходимо повышение вышеуказанных характеристик с одновременным обеспечением высоких прочностных и жаропрочных свойств.

Одним из наиболее эффективных способов решения этой проблемы является микролегирование интерметаллидных титановых орто-сплавов редкоземельными элементами (РЗЭ). Микродобавки РЗЭ рафинируют сплав за счет уменьшения содержания вредных примесей внедрения, отрицательно влияющих на технологичность материала, вступая в реакцию с кислородом и азотом. Введение РЗЭ позволяет улучшить однородность макро- и микроструктуры, уменьшить размер структурных составляющих, поскольку способствует замедлению диффузационных процессов на границах фаз в процессе термомеханической обработки. Однако до настоящего времени влияние РЗЭ на структурно-фазовое состояние и эксплуатационные характеристики орто-сплавов изучено недостаточно.

Целью данной работы является разработка состава и технологии термо-

механической обработки нового интерметаллидного титанового орто-сплава, обеспечивающей высокий уровень пластических и жаропрочных характеристик, на основе установленных закономерностей влияния редкоземельных элементов (РЗЭ) на структурно-фазовое состояние и механические свойства материала.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Исследовать влияние микродобавок редкоземельных элементов на морфологию структуры, фазовый состав и механические свойства при выплавке и термомеханической обработке нового интерметаллидного титанового орто-сплава (далее – орто-сплава) и выбрать наиболее эффективный элемент.

2. Исследовать технологическую пластичность нового орто-сплава, легированного выбранным редкоземельным элементом.

3. Исследовать структуру, фазовый состав и уровень механических характеристик нового орто-сплава, легированного редкоземельным элементом, в зависимости от параметров деформационной и термической обработки.

4. Разработать на основе установленных закономерностей технологию изготовления деформированных полуфабрикатов из нового орто-сплава, легированного редкоземельным элементом, обеспечивающую повышенный уровень пластических и жаропрочных характеристик по сравнению со сплавами-аналогами.

Научная новизна работы

1. Установлено, что редкоземельные элементы Y, Gd и Sc при введении в орто-сплав Ti - 22,4Al - 23,6Nb - 0,9Zr - 1,82(V+Mo+Ta) - 0,15W - 0,4Si (атомн. %) выделяются в виде тугоплавких оксидов Y_2O_3 , Gd_2O_3 и Sc_2O_3 , что обеспечивает формирование более мелкозернистой однородной макроструктуры в слитках; размер первичных зерен β -фазы уменьшается при введении РЗЭ в 5 раз.

2. Установлено, что введение Y, Gd, Sc приводит к уменьшению размера первичных зерен $\beta/B2$ -фазы (с 40 до 8-20 мкм) и повышению дисперсности вторичной пластинчатой О-фазы в микроструктуре орто-сплава, формирующейся в процессе термомеханической обработки.

3. Установлена температурная область (от 980 до 1020 °C) выделения мелкодисперсных частиц α_2 -фазы по границам зерен первичной $\beta/B2$ -фазы в результате растворения приграничной оторочки пластинчатой О-фазы, что приводит к достижению повышенных пластических и прочностных характеристик ($\delta^{20} = 8,4\%$, $\sigma_B^{20} = 1155$ МПа, $\sigma_B^{700} = 930$ МПа) орто-сплава, легированного гадолинием.

Практическая значимость работы

1. Установлено, что максимальная дисперсность вторичной пластинчатой О-фазы, выделяющейся в $\beta/B2$ -матрице в процессе термомеханической обработки, и наиболее высокий уровень прочностных, пластических и жаропрочных характеристик ($\sigma_B^{20} = 1175$ МПа, $\delta^{20} = 6,7\%$, $\sigma_B^{700} = 915$ МПа, $\sigma_{100}^{650} = 355$ МПа) нового орто-сплава достигаются при введении Gd.

2. Установлено, что формирование бимодальной структуры с регламентированным содержанием глобулярной О-фазы на уровне 3 % обеспечивает существенное повышение пластических характеристик орто-сплава, легированного Gd, с одновременным достижением высокой жаропрочности: $\delta^{20} = 7,0\%$, $\sigma_B^{700} = 950$ МПа, $\sigma_{100}^{700} = 300$ МПа.

3. Разработанная технология изготовления деформированных полуфабрикатов

(лопаточных заготовок) из нового орто-сплава, легированного гадолинием, внедрена в производство ФГУП «ВИАМ». Выпущена технологическая инструкция ТИ 1.595-8-787-2015.

4. Разработанный в ходе выполнения работы состав орто-сплава Ti - 22,4Al - 23,6Nb - 0,9Zr - 1,82(V+Mo+Ta) - 0,15W - 0,4Si - 0,11 Gd (атомн. %) защищен патентом РФ на изобретение 2592657 «Жаропрочный сплав на основе титана и изделие, выполненное из него».

5. Определены основные эксплуатационные характеристики деформированных полуфабрикатов (лопаточных заготовок), изготовленных в соответствии с ТИ 1.595-8-787-2015. Разработаны технические условия ТУ 1-595-8-1557-2015 на поставку деформированных полуфабрикатов (лопаточных заготовок) из орто-сплава, легированного гадолинием.

Достоверность полученных в работе **результатов** обеспечена большим объемом проведенных исследований с использованием современного высокоточного оборудования, применением взаимодополняющих методов исследований и испытаний, а также апробацией результатов работы.

Положения, выносимые на защиту:

1. Структура, фазовый состав и механические свойства орто-сплава Ti - 22,4Al - 23,6Nb - 0,9Zr - 1,82(V+Mo+Ta) - 0,15W - 0,4Si (атомн. %) в литом состоянии и после термомеханической обработки при его легировании микродобавками редкоземельных элементов Y, Gd, Sc.

2. Температуры фазовых превращений в композициях орто-сплава, содержащих Y, Gd и Sc.

3. Состав орто-сплава, легированного гадолинием (атомн. %):
Ti - 22,4Al - 23,6Nb - 0,9Zr - 1,82(V+Mo+Ta) - 0,15W - 0,4Si - 0,11 Gd.

4. Зависимость характера упрочнения орто-сплава, легированного гадолинием, от температуры, скорости и степени деформации.

5. Зависимость морфологии структуры и механических характеристик орто-сплава, легированного гадолинием, от технологических параметров деформационной и термической обработки.

Личный вклад автора состоит в выполнении всех этапов диссертационного исследования: формирование плана комплексных исследований; анализ научно-технической литературы и патентный поиск; разработка состава нового интерметаллидного титанового орто-сплава с оформлением заявки на изобретение; выбор параметров и технологическое сопровождение деформационной и термической обработки; проведение металлографического анализа; обработка и анализ полученного объема экспериментальных данных, включая подготовку научных статей и выступление с докладами на научных конференциях; разработка необходимой технологической документации.

Апробация работы. Основные результаты диссертационной работы доложены на конференциях: Международная научно-техническая конференция «Титан-2015 в СНГ» (г. Усть-Каменогорск, Казахстан, 2015 г.); Всероссийская научно-техническая конференция «Проблемы производства слитков и полуфабрикатов из сложнолегированных и интерметаллидных титановых сплавов» (г. Москва, 2015 г.); Международная научно-техническая конференция «Титан-2016 в СНГ» (г. Санкт-

Петербург, 2016 г.); Научно-техническая конференция «Климовские чтения – 2017. Перспективные направления развития авиа двигателестроения» (г. Санкт-Петербург, 2017 г.); Всероссийская научно-техническая конференция «Фундаментальные и прикладные исследования в области деформируемых и литейных интерметаллидных сплавов на основе титана и никеля» (г. Москва, 2018 г.).

Публикации. По теме диссертационной работы опубликовано 9 научных работ, в том числе 4 статьи в журналах из перечня ВАК РФ, 1 статья в издании, индексируемом базами Web of Science и Scopus, 1 патент на изобретение, 3 доклада в сборниках трудов конференций.

Структура и объем диссертации. Диссертация изложена на 127 страницах машинописного текста, содержит 48 рисунков и 20 таблиц. Работа состоит из введения, 4 глав, выводов и списка литературы из 105 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность проблемы, сформулированы цель и задачи исследований, научная новизна и практическая значимость работы, приведены положения, выносимые на защиту.

Первая глава посвящена анализу российских и зарубежных сплавов на основе интерметаллидов титана систем Ti-Al и Ti-Al-Nb. Рассмотрена тенденция их развития и представлены сравнительные характеристики физико-механических свойств в зависимости от химического состава и структурно-фазового состояния. Показано, что сплавы на основе интерметаллида Ti_2AlNb , благодаря максимальной технологической и конструкционной пластичности по сравнению с другими алюминидами титана, а также высоким удельным прочностным характеристикам, жаропрочности и жаростойкости, являются сегодня наиболее перспективным классом жаропрочных деформируемых материалов для изготовления деталей современных авиационных двигателей, максимальная рабочая температура которых лежит в диапазоне от 600 до 700 °C.

Рассмотрены способы повышения технологической и конструкционной пластичности орто-сплавов с одновременным обеспечением высоких прочностных и жаропрочных свойств, среди которых одним из наиболее эффективных является микролегирование редкоземельными элементами, способными за счет образования тугоплавких соединений с кислородом оказывать положительное воздействие на пластичность и структурную стабильность сплавов. Показано, что до настоящего времени влияние РЗЭ на структурно-фазовое состояние и эксплуатационные характеристики орто-сплавов изучено недостаточно, о чем свидетельствует практически полное отсутствие информации по рассматриваемому вопросу в открытой печати. По результатам обзора научно-технической литературы сформулирована цель и задачи работы.

Во второй главе приведены объекты и методы исследований, используемое оборудование. Для проведения исследований были выбраны четыре композиции интерметаллидного титанового сплава на основе орто-фазы Ti_2AlNb (далее по тексту – орто-сплава) с микродобавками различных редкоземельных элементов: иттрия (Y), гадолиния (Gd) и скандия (Sc). Химический состав исследуемых композиций приведен в Таблице 1.

Выплавку слитков диаметром 160 мм и массой ~30 кг осуществляли трехкратным вакуумно-дуговым переплавом на установке VAR L 200 фирмы ALD Vacuum Technologies с водоохлаждаемым медным кристаллизатором.

Таблица 1.

Химический состав исследуемых композиций орто-сплава

Состав	Легирующие элементы											
	Ti	Al	Nb	Zr	V	Mo	Ta	W	Si	Y	Gd	Sc
	атомн. %											
K1	осн.								0,19	-	-	-
K2		22,40	23,60	0,90	1,82	0,15	0,40		-	0,11	-	-
K3									-	-	0,37	-
K4									-	-	-	-

Осадку, всестороннюю ковку и штамповку слитков и заготовок выполняли при температурах $\beta/B2$ - , $(\beta/B2+\alpha_2)$ - и $(\beta/B2+O+\alpha_2)$ -области в изотермических условиях на гидравлическом прессе ПА 2642 усилием 1600 тс с индукционной нагревательной установкой УИДИН-500. Горячую прокатку проводили на прокатном стане «Шмитц» ДУО-800 в $(\beta/B2+\alpha_2)$ - и $(\beta/B2+O+\alpha_2)$ -областях.

Двухступенчатую термическую обработку исследуемых композиций сплава осуществляли в муфельной лабораторной печи NaberTherm L(N) 15/12 в соответствии с техническими требованиями ПИ 1.2.587-2002 «Термическая обработка полуфабрикатов и деталей из титановых сплавов» по режиму: нагрев в $(\beta/B2+O+\alpha_2)$ -области, выдержка в течение 2 ч, охлаждение на воздухе; нагрев в $(\beta/B2+O)$ -области, выдержка в течение 12 ч, охлаждение на воздухе.

Анализ химического состава слитков проводили атомно-эмиссионным методом на спектрометре Varian 730-ES в соответствии с МИ 1.2.016-2010.

Анализ макроструктуры выполняли визуально в соответствии с ПИ 1.2.785-2009. Исследование микроструктуры проводили методами оптической микроскопии (инвертированный металлографический микроскоп Olympus GX51 и программный комплекс для анализа изображений SIAMS-700) в соответствии с ПИ 1.2.785-2009, растровой электронной микроскопии (JSM-6490LV со съемкой изображений во вторичных и отраженных электронах) в соответствии с ММ 1.595-17-45-2014 и просвечивающей электронной микроскопии (Tecnai G2 F20 S-TWIN TMP фирмы FEI) в соответствии с ММ 1595-17-344-2007. Подготовку изображений к количественному анализу и их математическую обработку выполняли при помощи компьютерной программы Image Expert Pro3x в соответствии с МИ 1.2.042-2011.

Испытания на сжатие цилиндрических образцов Ø10x15 мм с технологическими углублениями на торцевых поверхностях для графита, применяемого для снижения сил трения, проводили на сервогидравлической испытательной машине MTS-50 в соответствии с ГОСТ 25.503-97.

Качественный рентгеноструктурный фазовый анализ выполняли на дифрактометре D\MAX-2500 фирмы с монохроматическим CuK_{α} излучением в соответствии с ММ 1.595-17-222-2004.

Определение температур фазовых превращений проводили методом дифференциального термического анализа на установке DSC 404 F1 в среде гелия при нагреве до температуры 1200 °C со скоростью 20 град/мин в соответствии с РТМ 1.2.032-83 и МИ 1.2.030-2011.

Испытания на растяжение при комнатной и повышенных температурах проводили на испытательных машинах Tiratest 2300/1 в соответствии с ГОСТ 1497-84 и ГОСТ 9651-84. Испытания на длительную прочность при повышенных температурах – на испытательной машине ZST 2/3 в соответствии с ГОСТ 10145-81.

Третья глава посвящена исследованию влияния редкоземельных элементов Y, Gd и Sc на морфологию структуры, фазовый состав и механические характеристики интерметаллидного титанового орто-сплава при выплавке и термомеханической обработке.

Показано, что микроструктура сплава в литом состоянии представлена зернами первичной β -фазы с дисперсными выделениями α_2 -, α_2/O - и O-фаз как в матрице, так и по границам зерен (Рис. 1). В композициях, содержащих РЗЭ, выявлено присутствие оксидов редкоземельных элементов (Рис. 1, е, ж), наличие и природа которых (форма R_2O_3 : Y_2O_3 , Gd_2O_3 и Sc_2O_3) были дополнительно подтверждены результатами рентгеноструктурного фазового анализа.

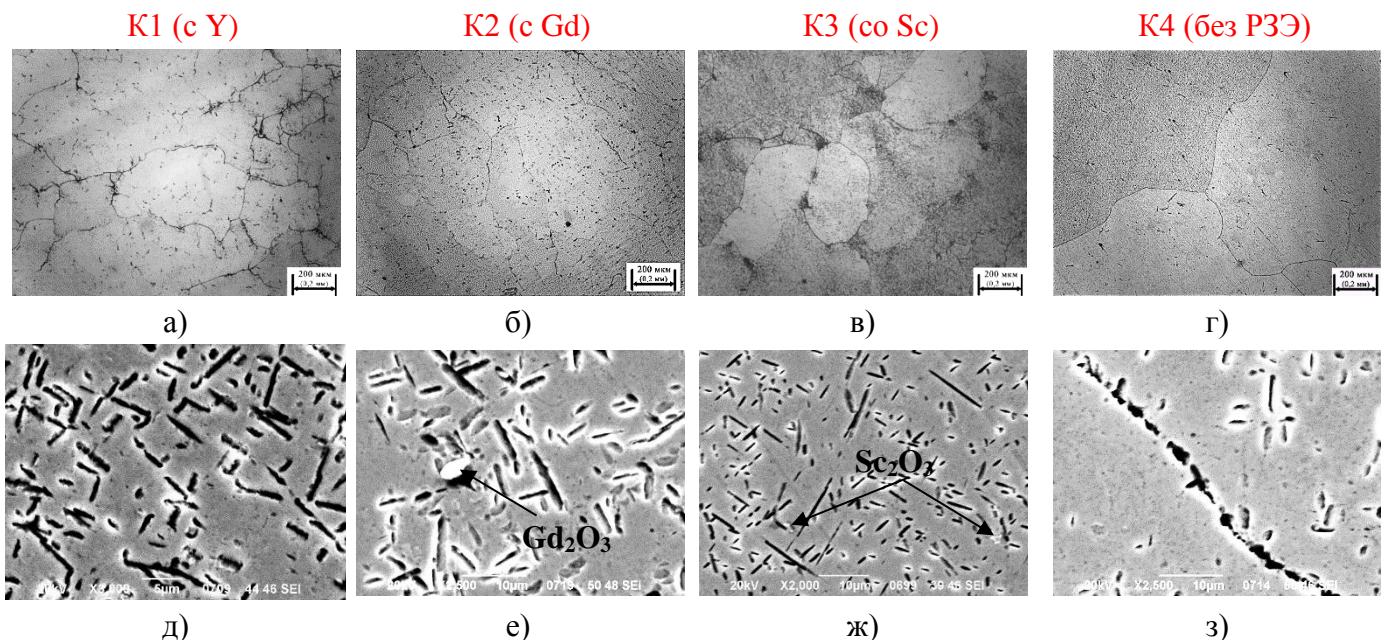


Рис. 1. Микроструктура композиций орто-сплава в литом состоянии:
а, б, в, г – оптическая микроскопия; д, е, ж, з – растровая электронная микроскопия

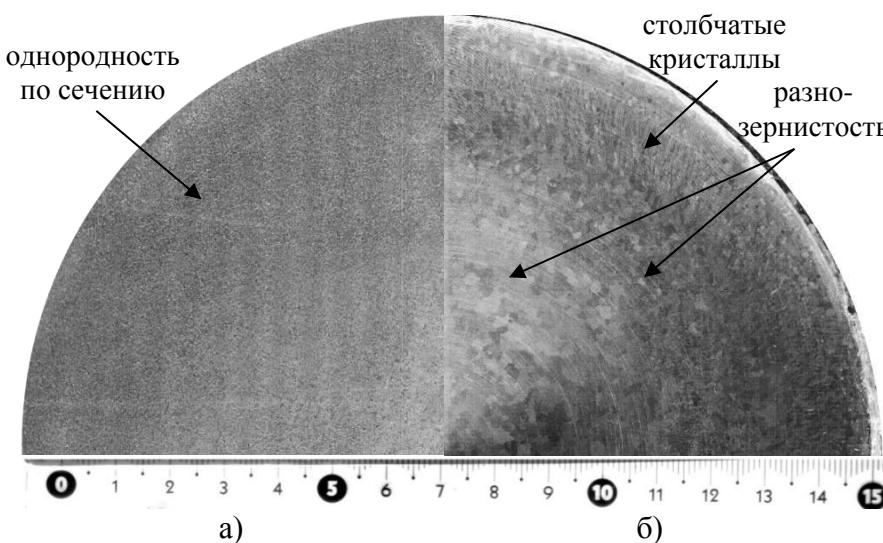


Рис. 2. Макроструктура слитков композиций орто-сплава:
а) композиция с Gd, К2; б) композиция без РЗЭ, К4

Анализ макроструктуры слитков различных композиций в поперечном направлении показал, что введение РЗЭ, обладающих модифицирующим действием (в частности – гадолиния), обеспечивает формирование более мелкозернистой однородной макроструктуры, с менее выраженной зоной столбчатых кристаллов (Рис. 2). Сравнение изображений микро- и макроструктуры

композиций K1 (с Y), K2 (с Gd), K3 (со Sc) (Рис. 1, а, б, в; Рис. 2, а) и «базового» сплава K4 (Рис. 1, г; Рис. 2, б) наглядно демонстрирует, что введение РЗЭ приводит к уменьшению размера зерен первичной β -фазы в центральной части слитка в 5 раз: с 2000 ± 50 мкм до 400 ± 30 мкм.

Поскольку определяющим фактором при выборе и разработке режимов деформационной и термической обработки является знание температур фазовых превращений материала, уточнение диапазонов существования фазовых областей, характерных для сплава конкретного состава, – один из важных аспектов материаловедения. Для оценки влияния РЗЭ на изменение температур фазовых превращений в исследуемом орто-сплаве был проведен дифференциальный термический анализ (ДТА) композиций K1 (с Y), K2 (с Gd), K3 (со Sc) и K4 (без РЗЭ), по результатам которого было установлено, что ход термограмм для всех изучаемых составов идентичен, а температуры пиков, соответствующих экзотермическим и эндотермическим реакциям, практически совпадают. Таким образом, введение РЗЭ в орто-сплав не изменяет последовательность превращений и температурные диапазоны существования фазовых областей.

Анализ полученных при выполнении ДТА термограмм позволил установить температуры фазовых превращений (Таблица 2), которые были дополнитель но подтверждены результатами металлографического анализа образцов после серии пробных закалок.

Таблица 2.

Температурные диапазоны существования фазовых областей исследуемых композиций орто-сплава

K1 (с Y)		K2 (с Gd)		K3 (с Sc)		K4 (без РЗЭ)	
t, °C	Фазовый состав	t, °C	Фазовый состав	t, °C	Фазовый состав	t, °C	Фазовый состав
< 915	O+ β /B2	< 920	O+ β /B2	< 920	O+ β /B2	< 915	O+ β /B2
915-1000	O+ β /B2+ α_2	920-1010	O+ β /B2+ α_2	920-1000	O+ β /B2+ α_2	915-1000	O+ β /B2+ α_2
1000-1110	α_2 + β /B2	1010-1110	α_2 + β /B2	1000-1095	α_2 + β /B2	1000-1110	α_2 + β /B2
> 1110	B2/ β	> 1110	B2/ β	> 1095	B2/ β	> 1110	B2/ β

Изучение влияния РЗЭ на морфологию структуры и механические свойства орто-сплава в деформированном состоянии проводили на плитах, полученных термомеханической обработкой слитков исследуемых композиций. Поскольку в ходе ДТА было выявлено, что введение РЗЭ практически не изменяет температуры фазовых превращений, были выбраны температурно-временные параметры термомеханической обработки, используемые при изготовлении полуфабрикатов из орто-сплавов ВТИ-4 и ВИТ1, не содержащих РЗЭ. Однако в процессе горячей прокатки, осуществленной при температуре 950 °C, т.е. вблизи перехода из трехфазной (O+ β /B2+ α_2)-области в двухфазную (O+ β /B2), для композиций, легированных Y, Gd и Sc, не удалось обеспечить заданные геометрические размеры и качество поверхности плит. Наименее технологичной в процессе деформации оказалась композиция, содержащая Sc. Было сделано предположение, что возникновение высоких усилий деформации связано с повышением прочности материала и, как следствие, увеличением сопротивления деформации при повышенных температурах, что приводит к необходимости

корректировки технологических параметров термомеханической обработки (в частности, прокатки) исследуемого орто-сплава при легировании его редкоземельными элементами.

Для подтверждения высказанного предположения о повышении высокотемпературной прочности орто-сплава при его легировании РЗЭ были проведены механические испытания образцов в деформированном состоянии и после термической обработки. Установлено, что введение каждого из вышеуказанных РЗЭ приводит к существенному повышению прочности и жаропрочности орто-сплава (в термически обработанном состоянии) при рабочих температурах 650-700 °С (Рис. 3, в, г). При комнатной температуре прочность и пластичность композиций, содержащих Y и Sc, в деформированном и термически обработанном состоянии находится на уровне «базового» сплава (Рис. 3, а, б). Легирование Gd приводит к одновременному повышению предела прочности (σ_b^{20}) на 65 МПа и относительного удлинения (δ^{20}) в 1,5 раза (для материала в термически обработанном состоянии).

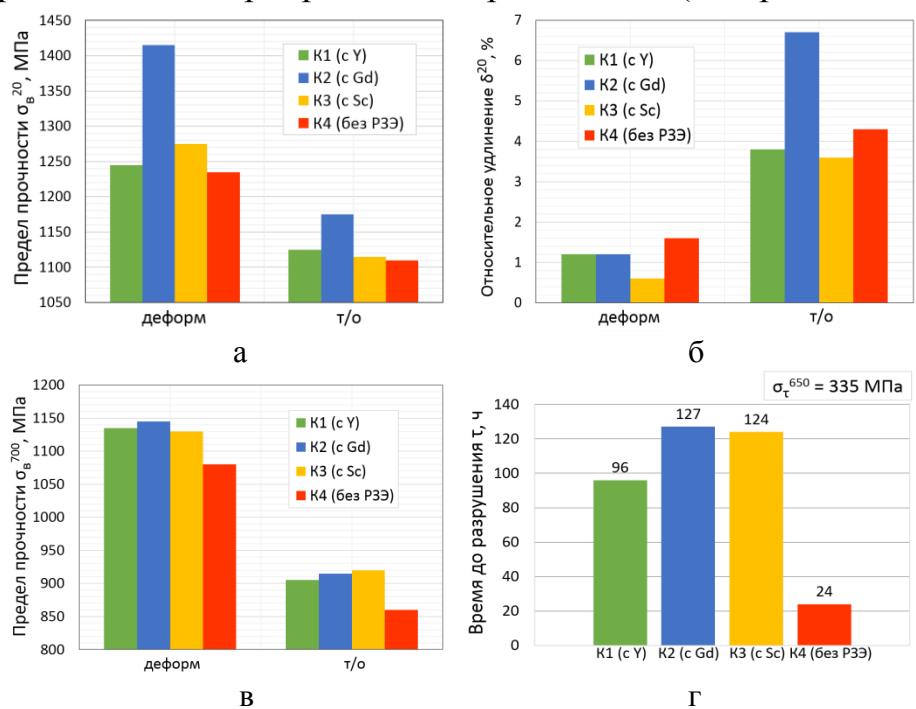


Рис. 3. Механические свойства композиций орто-сплава при комнатной (а, б) и повышенной (в, г) температурах после деформационной и термической обработки

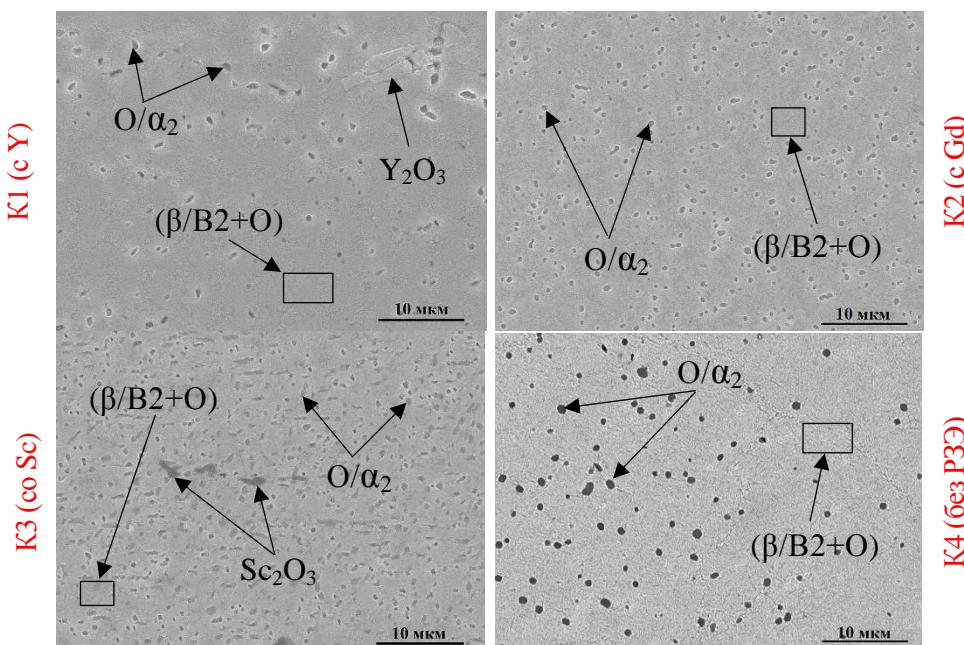


Рис. 4. Микроструктура исследуемых композиций орто-сплава после деформационной обработки; растровая электронная микроскопия

В процессе деформационной обработки в структуре плит исследуемых композиций (Рис. 4) формируется глобулярная O/a_2 -фаза, которая выделяется равномерно по всему объему зерен матрицы $(\beta/B2+O)$. Наибольший размер глобулей (до 2 мкм) наблюдается в композиции K4 "базового" сплава. Частицы оксидов РЗЭ имеют строчечную форму и вытянуты в

направлении прокатки, причем частицы Y_2O_3 имеют больший размер по сравнению с оксидами Sc и Gd.

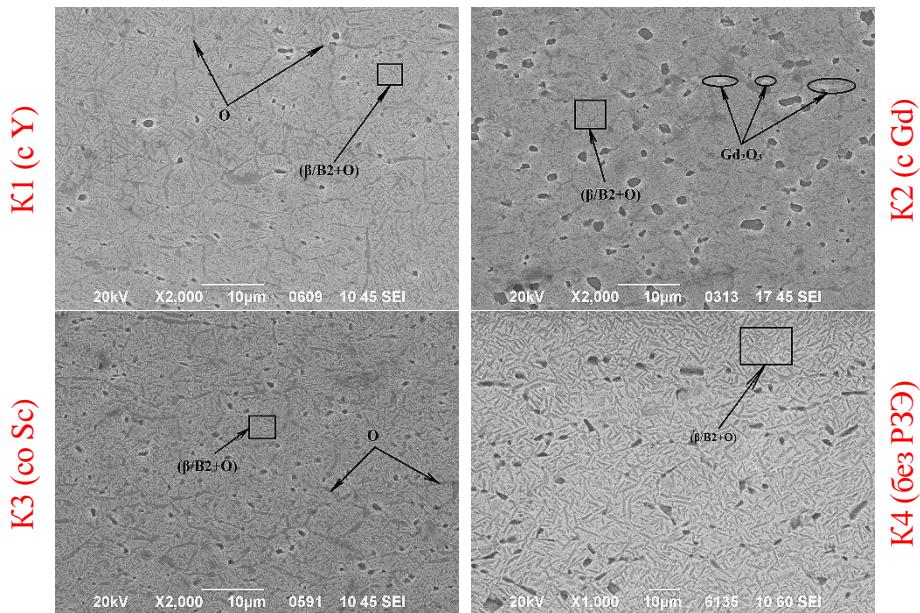


Рис. 5. Микроструктура исследуемых композиций орто-сплава после термической обработки;
растровая электронная микроскопия

После термической обработки количество глобулярной фазы в структуре исследуемых композиций уменьшается, а размер глобулей незначительно возрастает (Рис. 5). Размер первичных зерен $\beta/\text{B}2$ -фазы в композиции K4 составляет 40 мкм. Введение РЗЭ в сплав приводит к уменьшению первичных зерен $\beta/\text{B}2$ -фазы до 8-20 мкм и повышению дисперсности вторичной пластинчатой О-фазы.

Композиция K2, легированная Gd, отличается от других составов с РЗЭ наиболее мелкодисперсными пластинами О-фазы. В структуре композиций K1 и K3, содержащих Y и Sc, пластинчатая О-фаза дополнительно выделяется по границам $\beta/\text{B}2$ -зерен в виде «оторочки», в то время как в структуре K2 (с Gd) такая «оторочка» отсутствует, что объясняет более высокий уровень пластичности при комнатной температуре ($\delta^{20} = 6,7\%$ для K2 (с Gd); 3,8 и 3,6 % – для K1 (с Y) и K3 (co Sc), соответственно).

Установлено, что легирование РЗЭ приводит к измельчению структурных составляющих, выделяющихся в процессе термической обработки, и благоприятно сказывается на уровне прочностных и жаропрочных характеристик за счет присутствия в структуре оксидов Y_2O_3 , Gd_2O_3 и Sc_2O_3 , а также повышает пластичность орто-сплава (до 6,7 % – при введении Gd).

На основании полученных данных для легирования разрабатываемого орто-сплава в качестве редкоземельного элемента, оказывающего наиболее эффективное влияние, был выбран гадолиний, обеспечивающий уменьшение размера первичных зерен β -фазы в литом состоянии в 5 раз, максимальную дисперсность вторичной пластинчатой О-фазы, выделяющейся в $\beta/\text{B}2$ -матрице в процессе термомеханической обработки, а также достижение наиболее высокого уровня прочностных, пластических и жаропрочных характеристик ($\sigma_b^{20} = 1175 \text{ МПа}$; $\delta^{20} = 6,7\%$; $\sigma_b^{700} = 915 \text{ МПа}$; $\sigma_{100}^{650} = 355 \text{ МПа}$).

Дальнейшие исследования, представленные в работе, выполнены на сплаве, расчетный химический состав которого приведен ниже (в атомн. %):

Ti - 22,4Al - 23,6Nb - 0,9Zr - 1,82(V+Mo+Ta) - 0,15W - 0,4Si - 0,11Gd.

Четвертая глава состоит из двух параграфов и выводов, носит актуальный прикладной характер и заключается в исследовании влияния параметров деформационной и термической обработок на структурно-фазовое состояние и механические свойства орто-сплава, легированного гадолинием, для определения

режимов термомеханической обработки, наиболее эффективно влияющих на улучшение комплекса эксплуатационных свойств.

Первый параграф посвящен исследованию технологической пластичности орто-сплава, легированного Gd, с целью последующей корректировки технологических параметров термомеханической обработки, о необходимости которой вследствие возникновения высоких усилий деформации было упомянуто в Главе 3.

Для изучения технологичности орто-сплава, легированного гадолинием, в процессе деформации были проведены испытания на сжатие цилиндрических образцов в литом состоянии в диапазоне температур от 800 до 1100 °C. При более высоких температурах осадку образцов не проводили, поскольку при температурах выше (1115±5) °C, в однофазной β /B2-области, сплав характеризуется высокой технологической пластичностью и его поведение аналогично поведению орто-сплавов, не содержащих РЗЭ. Учитывая технологические особенности гидравлического пресса усилием 1600 тс, применяемого для проведения операций осадки, всесторонней ковки и штамповки орто-сплавов при изготовлении полуфабрикатов в условиях производства ФГУП «ВИАМ», испытания на сжатие образцов из орто-сплава, легированного гадолинием, выполнялись при скорости относительной деформации 10^{-2} с^{-1} до величины деформации, равной 70 %. Результаты испытаний приведены на Рис. 6 и 7.

Анализ полученных результатов показал, что орто-сплав, легированный гадолинием, обладает наиболее высокой технологической пластичностью при температуре 1000 °C – вблизи границы перехода из трехфазной (β /B2+ α_2 +O)-области в двухфазную (β /B2+ α_2)-область, а также при температуре 1100 °C, соответствующей двухфазной (β /B2+ α_2)-области (Рис. 6).

При данных температурах по достижении зоны пластического течения ($\sigma_{0,2 \text{ сж}}^{1000} = 150 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2 \text{ сж}}^{1100} = 65 \text{ МПа}$) дальнейшего роста напряжения не наблюдается, и с деформации в 4 и 8 % (для 1100 и 1000 °C,

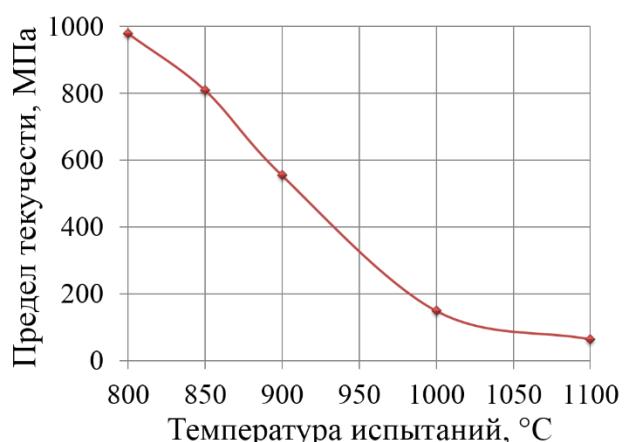


Рис. 6. Температурная зависимость условного предела текучести орто-сплава, легированного гадолинием, при сжатии

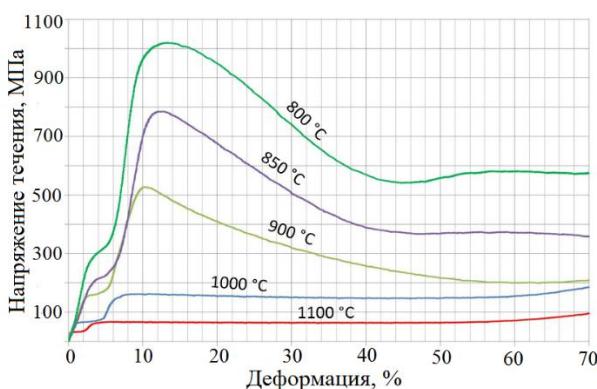


Рис. 7. Кривые упрочнения орто-сплава, легированного гадолинием, полученные при испытаниях на сжатие в диапазоне температур 800-1100 °C

соответственно) начинается зона установившейся деформации (Рис. 7). При температурах испытаний 900, 850 и 800 °C ход кривых упрочнения изменяется: по достижении зоны пластического течения ($\sigma_{0,2 \text{ сж}}^{900} = 555 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2 \text{ сж}}^{850} = 810 \text{ МПа}$, $\sigma_{0,2 \text{ сж}}^{800} = 980 \text{ МПа}$) с ростом величины деформации выше 10-14 % сначала происходит существенное падение напряжения, соответствующее зоне разупрочнения, и только по достижении 45-60 % начинается зона установившейся

деформации (Рис. 7). Такое поведение кривых можно объяснить локальным разогревом образца, активацией диффузионных процессов, прохождением динамической рекристаллизации, а также структурными превращениями.

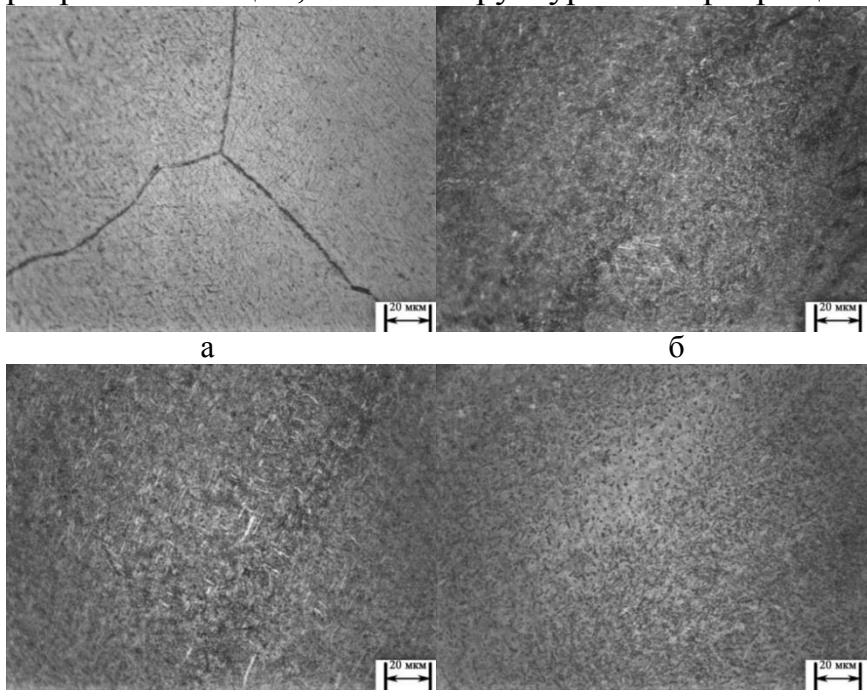


Рис. 8. Микроструктура орто-сплава, легированного гадолинием, в литом состоянии (а) и после испытаний на сжатие при 850 °С (б), 900 °С (в), 1000 °С (г); оптическая микроскопия

с изменением оси деформации в $\beta/B2$ - и $(\beta/B2+\alpha_2)$ -областях, завершающую ковку и осадку в $(O+\beta/B2+\alpha_2)$ -области, а также дальнейшую горячую прокатку на плиты толщиной (20 ± 2) мм.

Второй параграф четвертой главы посвящен изучению влияния технологических режимов изготовления катаных плит на структурно-фазовое состояние и механические свойства интерметаллидного титанового сплава, легированного гадолинием. Исследование осуществлялось в два этапа. Во-первых, была выполнена отработка технологических параметров получения деформированных заготовок (сутунок), предназначенных для последующей прокатки. Были выбраны два технологических режима, отличающиеся друг от друга количеством перековов и длительностью выдержки при температуре 980° С в $(\beta/B2+O+\alpha_2)$ -области (Рис. 9). Во-вторых, была проведена отработка параметров горячей прокатки, в ходе которой отдельное внимание было уделено выбору температуры деформации, осуществлявшемуся в интервале от 980 до 1050 °С.

В зависимости от температуры деформации изменяется морфология и объемная доля выделений О-фазы (Рис. 8). Снижение предела текучести на сжатие при повышении температуры с 850 до 1000 °С (Рис. 6) обусловлено растворением пластин О-фазы в матрице $\beta/B2$ и уменьшением ее объемной доли.

С учетом результатов исследований технологической пластичности была разработана термомеханическая схема изготовления деформированных полуфабрикатов из орто-сплава, легированного гадолинием, включающая осадку и всестороннюю ковку

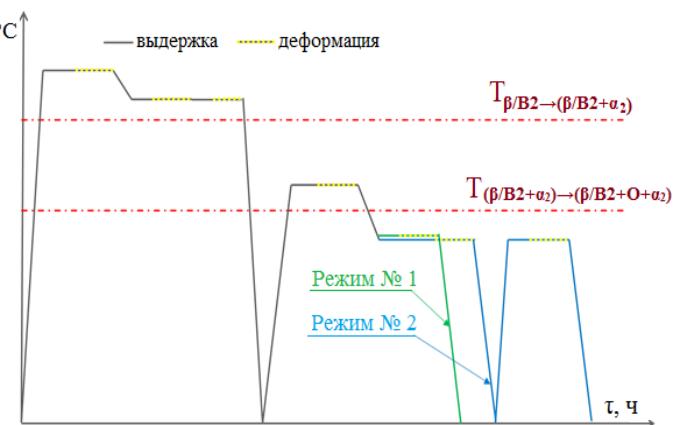


Рис. 9. Технологическая схема деформационной обработки сутунок перед прокаткой на плиты

С целью изучения влияния режимов деформационной обработки сутунок на морфологию структуры катаных плит из орто-сплава, легированного гадолинием, были проведены металлографические исследования. В плитах, изготовленных по обоим режимам, формируется бимодальная структура (Рис. 10): частицы глобулярной О-фазы располагаются в матрице первичной β /B2-фазы, внутри которой находятся также мелкодисперсные и ультрамелкодисперсные (длиной до 0,5 мкм) пластинки О-фазы. Однако при реализации режима № 2 объемная доля частиц глобулярной О-фазы снижается в шесть раз (Рис. 10, б). При этом возрастает размер мелкодисперсных пластин О-фазы (с 0,5-5 мкм до 1-10 мкм), которые выделяются в матрице первичной β /B2-фазы (Рис. 10, д, е). По границам первичных β /B2-зерен наблюдаются мелкодисперсные частицы α_2 -фазы размером до 0,8 мкм, которые отчетливо проявляются при съемке в отраженных электронах. В обоих случаях в структуре присутствуют строчечные частицы оксидов гадолиния Gd_2O_3 (Рис. 10, а, г).

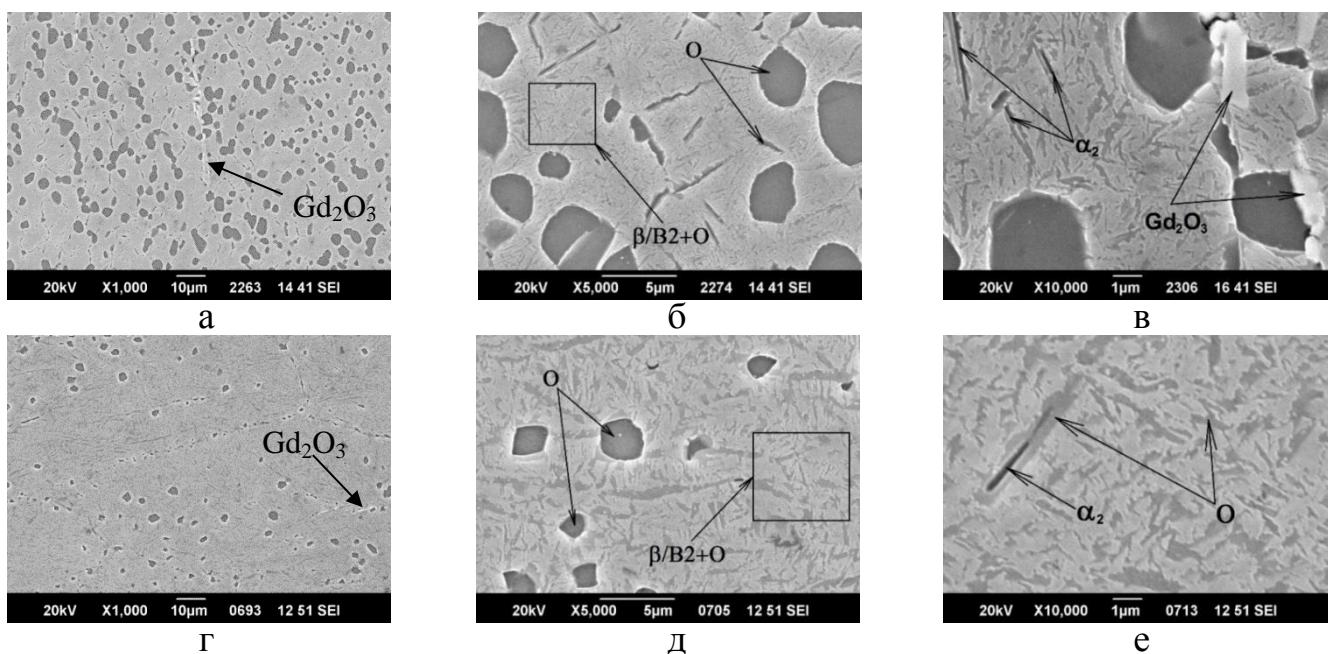


Рис. 10. Микроструктура (РЭМ) катаных плит из легированного гадолинием орто-сплава после термической обработки: а, в, д – деформация по режиму № 1; б, г, е, – деформация по режиму № 2

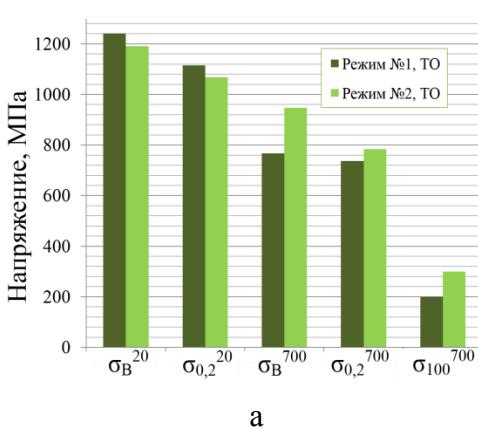
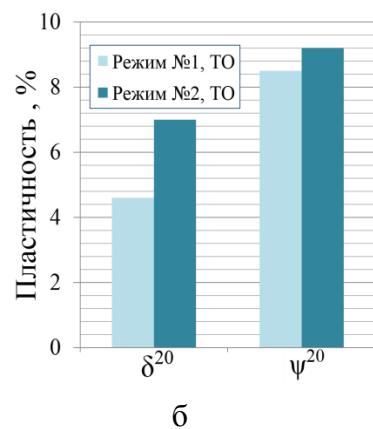


Рис. 11. Прочностные (а) и пластические (б) свойства катаных плит из легированного гадолинием орто-сплава, полученных деформацией по режимам №№ 1 и 2 с последующей термической обработкой



Для оценки влияния микроструктуры катаных плит, полученных при реализации различных режимов деформационной обработки сутунок, на уровень эксплуатационных свойств были проведены механические испытания при комнатной и повышенной температурах. Результаты испытаний (Рис. 11) показали, что при сопоставимом уровне прочности при 20 °C

катаные плиты с меньшей объемной долей глобулярной О-фазы, изготовленные по режиму № 2, обладают более высокой пластичностью и повышенными характеристиками жаропрочности по сравнению с плитами, изготовленными по режиму №1: предел прочности и длительная прочность на базе испытаний 100 ч при температуре 700 °C выше на 180 МПа и больше в 1,5 раза, соответственно, относительное удлинение при комнатной температуре выше в 1,5 раза.

Для оценки объемной доли и размеров глобулярной О-фазы в микроструктуре плит, изготовленных по режиму № 2, был проведен количественный металлографический анализ. Установлено, что объемная доля глобулярной О-фазы составляет порядка 3%, причем глобулы располагаются как в первичном β /B2-зерне, так и по его границам (Рис. 12). Частицы Gd_2O_3 располагаются преимущественно по границам первичных β /B2-зерен и вытянуты в направлении прокатки, причем крупные частицы (длиной до 16 мкм) имеют строчечный характер и представляют собой скопление отдельных более мелких одинаково ориентированных частиц (Рис. 12). Объемная доля оксидов гадолиния Gd_2O_3 составляет 0,2 %.

На втором этапе анализировалось влияние температуры прокатки, которую осуществляли в диапазоне от 980 до 1050 °C. Повышение температуры прокатки с 950 °C до 980° С благоприятно сказалось на технологичности сплава, однако на поверхности катаных плит образовалась сетка мелких неглубоких трещин, не выводящих плиту за рамки заданной геометрии. Дальнейшее повышение температуры до 1020 °C обеспечило получение бездефектных заготовок. Нагрев же до температуры 1050 °C привел к существенному росту β /B2-зерна, что, как правило, негативно сказывается на уровне пластических характеристик, поэтому дальнейшие исследования данного режима прокатки не проводились.

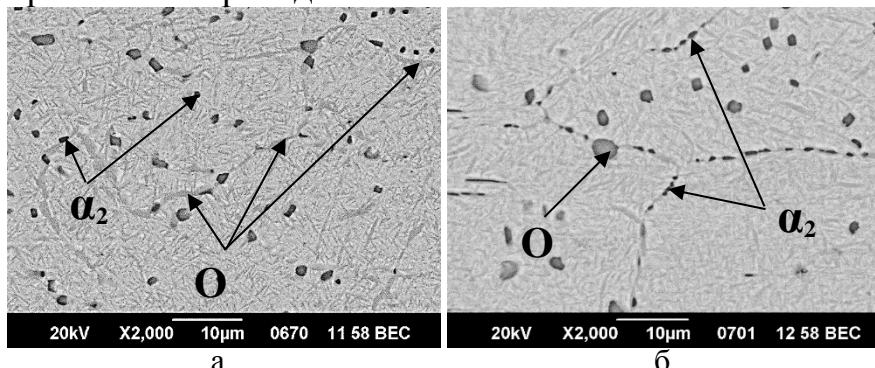


Рис.13. Микроструктура орто-сплава, легированного Gd, после прокатки при температурах 980 °C (а) и 1020 °C (б) в термически обработанном состоянии; растровая электронная микроскопия

анализ (Рис. 13). Установлено, что повышение температуры прокатки с 980 °C до 1020 °C приводит к увеличению пластических характеристик ($\delta^{20} = 5,5\%$ при температуре прокатки 980 °C до $\delta^{20} = 8,4\%$ при температуре прокатки 1020 °C) и одновременно

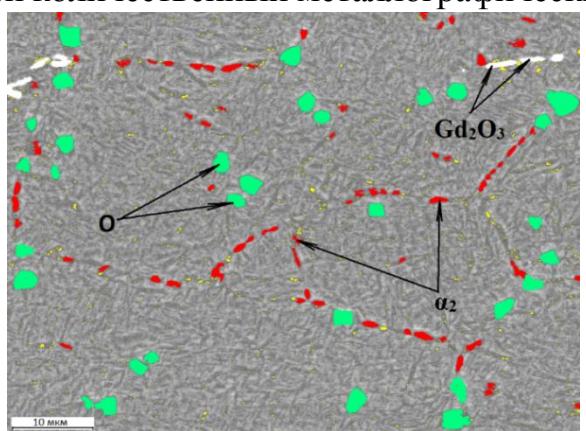


Рис. 12. Микроструктура катаной плиты из легированного гадолинием орто-сплава, полученная деформацией по режиму № 2

Для исследования зависимости уровня механических характеристик и морфологии структуры исследуемого сплава от температуры прокатки были проведены испытания образцов на растяжение при комнатной и повышенной температурах в деформированном состоянии и после термической обработки, а также металлографический

обеспечивает высокие прочностные свойства при комнатной и повышенной температурах ($\sigma_{B}^{20} = 1155$ МПа, $\sigma_{B}^{700} = 930$ МПа), что обусловлено уменьшением количества и размера глобулярной О-фазы, растворением приграничной «оторочки» пластинчатой О-фазы и выделению по границам первичных β /В2-зерен мелкодисперсных частиц α_2 -фазы в процессе термомеханической обработки.

По результатам проведенного комплекса исследований по изучению влияния параметров деформационной и термической обработки на структурно-фазовое состояние и механические свойства орто-сплава, легированного гадолинием, была разработана технология изготовления деформированных полуфабрикатов (лопаточных заготовок), оформленная в виде технологической инструкции ТИ 1.595-8-787-2015, и внедрена в производство ФГУП «ВИАМ». Выпущены технические условия ТУ 1-595-8-1557-2015 на поставку лопаточных заготовок. Разработанный в ходе выполнения данной работы состав орто-сплава, легированного гадолинием, защищен патентом РФ на изобретение 2592657 «Жаропрочный сплав на основе титана и изделие, выполненное из него».

Определены основные эксплуатационные характеристики деформированных полуфабрикатов (лопаточных заготовок), изготовленных в соответствии с разработанной ТИ 1.595-8-787-2015. Разработанный орто-сплав, легированный гадолинием, обладает повышенными характеристиками прочности и жаропрочности по сравнению со сплавами-аналогами (Таблица 3): превосходит по пределу прочности при температуре 20 °C на 6,0 % орто-сплавы ВИТ1, Ti-22Al-23Nb и на 21,5 % жаропрочный титановый сплав BT18U, по пределу прочности при температуре 700 °C – на 17,0 и 49,0 % сплавы ВИТ1 и BT18U, соответственно. Длительная прочность при температуре 700 °C (на базе испытаний 100 часов) разработанного сплава в 1,7 раз выше, чем у сплава ВИТ1, а пластичность при комнатной температуре – в 1,6 раза больше.

Таблица 3.

Сравнение механических характеристик орто-сплава, легированного гадолинием, с характеристиками сплавов-аналогов

Наименование характеристик	Уровень свойств (средние значения)				Квоты превосходства, %		
	Марка материала				ВИТ1	BT18U	Ti-22Al-23Nb
	ВИТХ	ВИТ1	BT18U	Ti-22Al-23Nb			
$t_{раб}$, °C	700	650	600	650	8,0	16,5	8,0
σ_{B}^{20} , МПа	1190	1120	980	1125	6,0	21,5	6,0
δ^{20} , %	7,0	4,3	10,0	5	63,0	-	40,0
E^{20} , ГПа	125	123	113	-	-	10,0	-
KCU^{20} , кДж/м ²	53,0	44,7	230,0	-	18,5	-	-
МЦУ ²⁰ , МПа (2·10 ⁷ ц, 50 Гц, $R_g = -1$)	560	-	375	-	-	49,0	-
σ_{B}^{700} , МПа	945	810	635	880*	17,0	49,0	-
σ_{100} , МПа	300	180	185*	340*	67,0	-	-
ρ , кг/м ³	5320	5286	4550	-	-	-	-

* Температура испытаний 650 °C

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

1. В результате исследования влияния Y, Gd и Sc при легировании орто-сплава Ti - 22,4Al - 23,6Nb - 0,9Zr - 1,82(V+Mo+Ta) - 0,15W - 0,4Si установлено, что:

– редкоземельные элементы Y, Gd и Sc выделяются в виде тугоплавких оксидов Y_2O_3 , Gd_2O_3 и Sc_2O_3 , что обеспечивает формирование более мелкозернистой однородной макроструктуры в слитках; размер первичных зерен β -фазы уменьшается при введении РЗЭ в 5 раз: с 2000 ± 50 мкм до 400 ± 30 мкм;

– микролегирование добавками Y, Gd и Sc не изменяет последовательность фазовых превращений и температурные диапазоны существования фазовых областей сплава;

– микролегирование Y, Gd, Sc приводит к уменьшению размера первичных зерен $\beta/B2$ -фазы с 40 до 8-20 мкм и повышению дисперсности вторичной пластинчатой О-фазы в микроструктуре орто-сплава, формирующейся в процессе термомеханической обработки.

2. Установлено, что максимальная дисперсность вторичной пластинчатой О-фазы, выделяющейся в $\beta/B2$ -матрице в процессе термомеханической обработки, а также наиболее высокий уровень прочностных, пластических и жаропрочных характеристик ($\sigma_{B}^{20}=1175$ МПа, $\delta^{20}=6,7\%$, $\sigma_{B}^{700}=915$ МПа, $\sigma_{100}^{650}=355$ МПа) нового орто-сплава Ti - 22,4Al - 23,6Nb - 0,9Zr - 1,82(V+Mo+Ta) - 0,15W - 0,4Si достигаются при введении редкоземельного элемента Gd в количестве 0,11 атомн. %.

3. Установлено, что орто-сплав, легированный гадолинием, обладает наиболее высокой технологической пластичностью при температурах 1000°C (вблизи границы перехода из трехфазной ($\beta/B2+\alpha_2+O$)-области в двухфазную ($\beta/B2+\alpha_2$)-область) и 1100°C (соответствует двухфазной ($\beta/B2+\alpha_2$)-области). Снижение предела текучести при сжатии с ростом температуры с 800 до 1000°C обусловлено растворением пластин О-фазы в матрице $\beta/B2$ и снижением ее объемной доли.

4. Установлено, что формирование бимодальной структуры с регламентированным содержанием глобулярной О-фазы на уровне 3 % обеспечивает существенное повышение пластических характеристик орто-сплава, легированного Gd, с одновременным достижением высокой жаропрочности: $\delta^{20}=7,0\%$, $\sigma_{B}^{700}=950$ МПа, $\sigma_{100}^{700}=300$ МПа.

5. Установлено, что повышение температуры прокатки от 980°C до 1020°C приводит к увеличению пластических характеристик и одновременно обеспечивает высокие прочностные свойства деформированных полуфабрикатов при комнатной и повышенной температурах ($\sigma_{B}^{20}=1155$ МПа, $\delta^{20}=8,4\%$, $\sigma_{B}^{700}=930$ МПа). Это обусловлено уменьшением количества и размера глобулярной О-фазы, растворением приграничной «оторочки» пластинчатой О-фазы и выделением по границам первичных $\beta/B2$ -зерен мелкодисперсных частиц α_2 -фазы.

6. Разработана технология изготовления деформированных полуфабрикатов (лопаточных заготовок) из нового орто-сплава, легированного гадолинием (ТИ 1.595-8-787-2015), которая внедрена в производство ФГУП «ВИАМ»; разработаны технические условия ТУ 1-595-8-1557-2015 на поставку деформированных полуфабрикатов (лопаточных заготовок) из орто-сплава, легированного Gd.

7. Разработанный в ходе выполнения работы состав орто-сплава, легированного гадолинием, защищен патентом РФ на изобретение 2592657 «Жаропрочный сплав на основе титана и изделие, выполненное из него».

8. Определены основные эксплуатационные характеристики деформированных

полуфабрикатов (лопаточных заготовок), изготовленных в соответствии с ТИ 1.595-8-787-2015. Разработанный орто-сплав, легированный гадолинием, обладает повышенными характеристиками прочности и жаропрочности по сравнению со сплавами-аналогами: превосходит по пределу прочности при температуре 20 °С на 6,0 % орто-сплавы ВИТ1, Ti-22Al-23Nb и на 21,5 % жаропрочный титановый сплав BT18U, по пределу прочности при температуре 700 °С – на 17,0 и 49,0 % сплавы ВИТ1 и BT18U, соответственно. Длительная прочность при температуре 700 °С (на базе испытаний 100 часов) разработанного сплава в 1,7 раз выше, чем у сплава ВИТ1, а пластичность при комнатной температуре – в 1,6 раза больше.

Основное содержание диссертации отражено в следующих публикациях:

Публикации в изданиях, рекомендованных ВАК

1. Новак А.В., Ночовная Н.А., Алексеев Е.Б. Влияние параметров деформационной обработки на морфологию структуры и механические свойства интерметаллидного титанового орто-сплава ВИТ5 // Деформация и разрушение материалов. 2019. № 6. С. 10-16.
2. Деформируемый интерметаллидный титановый орто-сплав, легированный иттрием. Часть 2. Исследование влияния термической обработки на микроструктуру и механические свойства катаной плиты / A.B. Новак [и др.] // Труды ВИАМ. 2018. № 12 (72). С.37-45.
3. Деформируемый интерметаллидный титановый орто-сплав, легированный иттрием. Часть1. Исследование микроструктуры слитка и построение реологических кривых / A.B. Новак [и др.] // Труды ВИАМ. 2018. № 6 (66). С.12-21.
4. Исследование структуры и механических свойств деформируемого интерметаллидного титанового сплава ВИТ5, легированного гадолинием / A.B. Новак [и др.] // Титан. 2017. №2 (56). С. 21-29.

Публикации в изданиях, индексируемых базами данных Web of Science и Scopus

5. Study of the Structure and Properties of Heat-resistant Alloys Based on Titanium Aluminides with Gadolinium Microadditives / A.V. Novak [et al.] // Inorganic Materials: Applied Research, 2017. Vol.8, № 4. P. 634-641.

Другие публикации

6. Новак А.В., Ночовная Н.А., Алексеев Е.Б. Исследование влияния деформационной обработки структуру и механические свойства интерметаллидного титанового сплава ВИТ5 // Климовские чтения – 2017. Перспективные направления развития авиадвигателестроения: сборник статей научно-технической конференции. Спб.: Скифия-принт, 2017. С. 366-374.
7. Эффективность применения микродобавок редкоземельных элементов для повышения механических характеристик интерметаллидного титанового сплава / A.B. Новак [и др.] // Проблемы производства слитков и полуфабрикатов из сложнолегированных и интерметаллидных титановых сплавов: Сборник докладов научной конференции. М.: ФГУП ВИАМ, 2015. Ст. 1. <https://conf.viam.ru/conf/169/proceedings>.
8. Влияние технологических параметров обработки на морфологию структуры и механические свойства интерметаллидного титанового орто-сплава / A.B. Новак [и др.] // Фундаментальные и прикладные исследования в области деформируемых и литьевых интерметаллидных сплавов на основе титана и никеля: материалы Всероссийской научно-технической конференции (г. Москва, 30 окт. 2018 г.) / ФГУП «ВИАМ». – М.: ВИАМ, 2018. С. 112-125. <https://conf.viam.ru/conf/278/proceedings>.

Патенты на изобретения

9. Каблов Е.Н., Ночовная Н.А., Алексеев Е. Б., Новак А.В. Жаропрочный сплав на основе титана и изделие, выполненное из него: пат. 2592657 Рос. Федерация. № 2014153689/02; заявл. 29.12.2014; опубл. 20.07.2016; 6 с.