

УДК 669.295.615.46

П.В. Панин¹, Д.А. Дзунович¹, Е.Б. Алексеев¹

ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СТРУКТУРА ТИТАНОВОГО СПЛАВА VT6, ДОПОЛНИТЕЛЬНО ЛЕГИРОВАННОГО ВОДОРОДОМ, ПОСЛЕ ВАКУУМНОГО ОТЖИГА*

DOI: 10.18577/2307-6046-2016-0-2-5-5

Проведены исследования фазового состава и структуры образцов титанового сплава VT6 (Ti–6,25Al–4,1V, % по массе), дополнительно легированных водородом до различной концентрации, после низкотемпературного вакуумного отжига. Показано, что если процесс наводороживания сплава VT6 заканчивается в β -области, а кинетические условия охлаждения до комнатной температуры позволяют зафиксировать однофазное β -состояние, то при последующем низкотемпературном вакуумном отжиге формируется ($\alpha+\beta$)-структура с наноразмерными частицами α -фазы.

Ключевые слова: титановый сплав VT6, водородное легирование, термоводородная обработка, вакуумный отжиг, фазовый состав, структура.

Phase composition and structure analyses have been carried out on hydrogenated samples of VT6 (Ti–6,25Al–4,1V, wt.%) titanium alloy after low-temperature vacuum annealing. It has been shown that nanoscale α -phase particles can precipitate in ($\alpha+\beta$)-structure upon low-temperature vacuum annealing if preceding hydrogenation process was ended in β -area and as a result a single β -phase structure was kinetically achieved at room temperature.

Keywords: titanium alloy VT6, hydrogen doping, thermo-hydrogen treatment, vacuum annealing, phase composition, structure.

¹Федеральное государственное унитарное предприятие «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Государственный научный центр Российской Федерации [Federal state unitary enterprise «All-Russian scientific research institute of aviation materials» State research center of the Russian Federation] E-mail: admin@viam.ru

Введение

Разработка, апробация и внедрение материалов нового поколения в условиях высокотехнологичных производств непосредственно сопряжены с инновационными технологиями их получения и обработки. С учетом государственных приоритетов в области создания и поддержки высокотехнологичных производств в авиационно-космической индустрии в ВИАМ разработаны «Стратегические направления развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» [1, 2], где важное место отводится материалам на основе легких металлов, в частности – титановым сплавам [3–6].

Одной из инновационных технологий изготовления титановых сплавов является водородная обработка [7], основанная на использовании водорода в качестве постоянного или временного легирующего элемента. По результатам исследований в данной области построены температурно-концентрационные и температурно-скоростные диаграммы для большой группы титановых сплавов [7–9]. Показаны широкие возможности

* Экспериментальные результаты получены на оборудовании Ресурсного центра коллективного пользования «Авиационно-космические материалы и технологии» ФГБОУ ВПО «МАТИ – Российский государственный технологический университет имени К.Э. Циолковского» (МАИ).

преобразования структуры сплавов разных классов [10–15], что позволило существенно повысить прочностные и усталостные свойства фасонных отливок, увеличить термическую стабильность жаропрочных сплавов, повысить прочность термически неупрочняемых титановых сплавов, снизить температуры или усилия деформирования при обработке давлением и получении деформированных полуфабрикатов [16–18]. В основе водородной обработки лежит уникальный технологический метод – термоводородная обработка (ТВО). Ключевыми стадиями ТВО являются процессы введения водорода (наводороживания) термодиффузионным способом и удаления водорода (дегазации) с помощью вакуумного отжига, который играет важную роль, так как в большей степени определяет конечный комплекс свойств обрабатываемого полуфабриката или изделия.

В данной работе изучено влияние низкотемпературного вакуумного отжига на фазовый состав и структуру образцов из сплава ВТ6, наводороженных по различным режимам.

Материалы и методы

Исходные слитки сплава ВТ6 состава Ti–6,25Al–4,1V (ГОСТ 19807–91) для проведения исследований получали методом тройного вакуумно-дугового переплава по технологии, аналогичной описанной в работе [19]. Исследования проводили на образцах, вырезанных из горячекатаной плиты толщиной 12 мм. Предварительно плиту отжигали в вакууме при температуре β -области (980°C) в течение 2 ч. Остаточная концентрация водорода после вакуумного отжига, измеренная спектральным методом, не превышала 0,006% (по массе). Насыщение образцов водородом проводили в лабораторной установке Сиверта до концентрации 0,2–1% (по массе), с шагом 0,2% в интервале температур 650–900°C. Охлаждение до комнатной температуры осуществляли со скоростью 1 К/с. Отжиг наводороженных образцов проводили при температуре 625°C в течение 7 ч в вакуумной камерной электропечи сопротивления с экранной теплоизоляцией «Вега-3М». Фазовый состав и структуру образцов изучали при комнатной температуре с помощью оптической (ОМ) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ), а также рентгеноструктурного анализа (РСА).

Результаты

Практически все схемы ТВО титановых сплавов [7] включают отжиг в вакууме как заключительную операцию с целью снижения количества введенного водорода в изделии или полуфабрикате до безопасной концентрации, при которой гарантированно не развивается водородная хрупкость при последующей эксплуатации.

В процессе вакуумного отжига диффузия водорода ускоряется, а градиент диффузионного потока направлен к поверхности образца. Парциальное давление водорода в вакуумной системе меньше его равновесного давления в образце, в результате чего в системе происходит выравнивающая диффузия, приводящая к дегазации. Удаление водорода протекает значительно быстрее, чем диффузионное перераспределение атомов основных легирующих элементов сплава, что оказывает влияние на фазовые превращения, которые, согласно работе [7], можно выделить в отдельный вид – фазовые превращения, протекающие при непрерывном изменении концентрации легирующего компонента (водорода).

Вакуумный отжиг титановых сплавов условно можно разделить на высокотемпературный и низкотемпературный. Высокотемпературный вакуумный отжиг (750–900°C) обычно применяют для снижения содержания водорода до безопасной концентрации, при этом не преследуется цель путем изменения параметров отжига повлиять на фазовые превращения, протекающие в сплаве при дегазации. Низкотемпературный отжиг

(600–700°C), напротив, применяется для контролируемого управления фазовым составом и структурой. Так, при низкотемпературном вакуумном отжиге реализуется возможность измельчения структуры, так как в процессе отжига вследствие низкой диффузионной подвижности основных легирующих элементов при $\beta \rightarrow \alpha$ -превращении процессы зарождения новых частиц α -фазы преобладают над процессами их роста.

Как показали ранее проведенные исследования [20], спектр структур титанового сплава ВТ6 после наводороживающего отжига расширяется с увеличением концентрации введенного водорода:

- $(\alpha + \beta) \rightarrow (\alpha'(\alpha'') + \beta) \rightarrow \beta$ – после наводороживания в β -области;
- $(\alpha + \beta) \rightarrow (\alpha + \alpha_2 + \beta) \rightarrow (\alpha + \alpha_2 + \beta + \delta) \rightarrow (\alpha + \alpha_2 + \delta)$ – после наводороживания в $(\alpha + \beta)$ -области.

Анализ указанных последовательностей позволяет выявить два основных структурных фактора, которые могли бы оказывать влияние на морфологию структуры после вакуумного отжига. К этим факторам можно отнести наличие или отсутствие в структуре после наводороживающего отжига β -фазы и $\alpha'(\alpha'')$ -мартенсита, а также количественное соотношение α_1 - (первичная) и β -фаз.

Вакуумный отжиг проводили при температуре 625°C в течение 7 ч, с охлаждением в печи. Измеренная спектральным методом концентрация водорода во всех образцах после вакуумного отжига не превышала 0,007% (по массе).

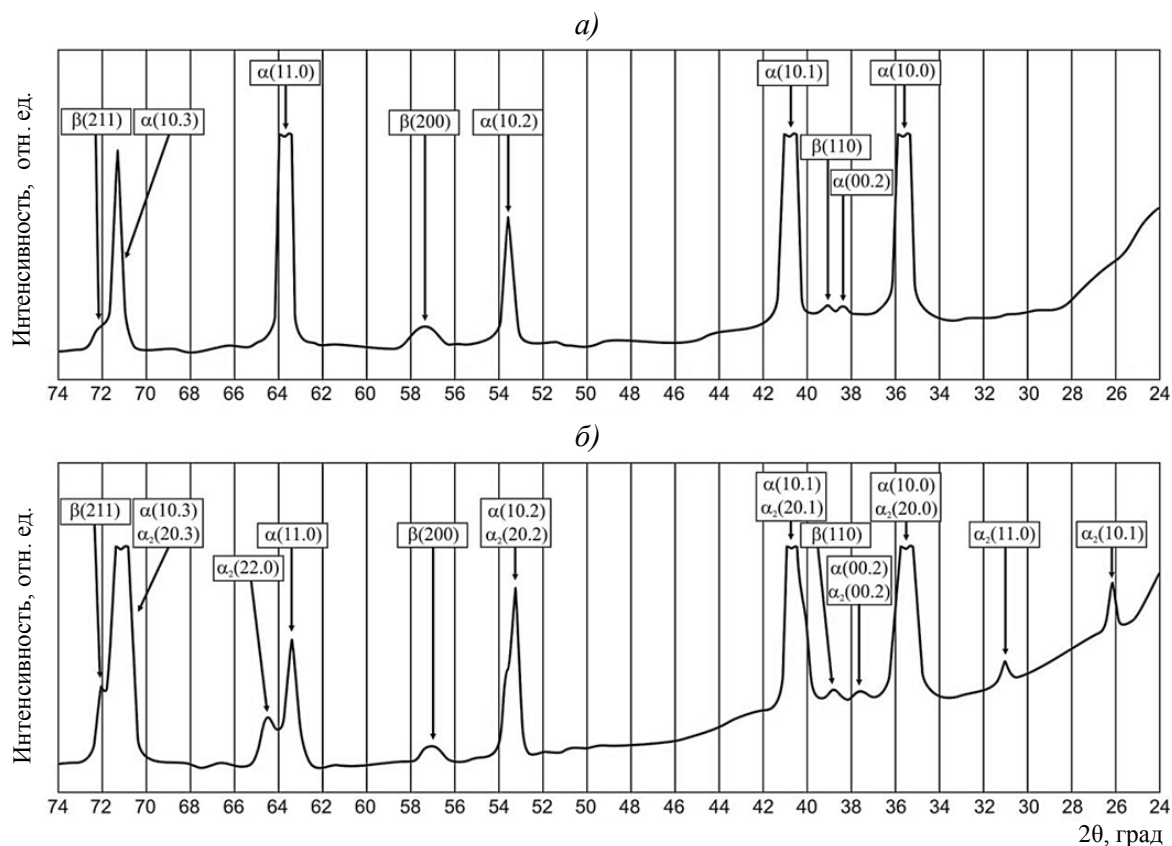


Рис. 1. Дифрактограммы отожженных в вакууме образцов из сплава ВТ6 после наводороживания в β -области (а) и $(\alpha + \beta)$ -области (б)

Согласно данным РСА образцы, наводороженные в β -области, после вакуумного отжига имели двухфазную ($\alpha_p + \beta_p$)-структуру равновесного состава (рис. 1, а). Однако размер структурных составляющих α -фазы значительно изменяется в зависимости от структурного состояния после наводороживания. Так, если в структуре наводороженного сплава преобладал мартенсит (температура наводороживающего отжига 900°C, концен-

трация водорода 0,6% (по массе)), то образующаяся в процессе дегазации $\alpha_{\text{дег}}$ -фаза наследует его морфологию, что приводит к сохранению исходного пластинчатого типа структуры α -фазы (рис. 2, *a*), однако размер пластин меньше по сравнению с исходной «псевдолитой» структурой после высокотемпературного отжига при температуре 980°C.

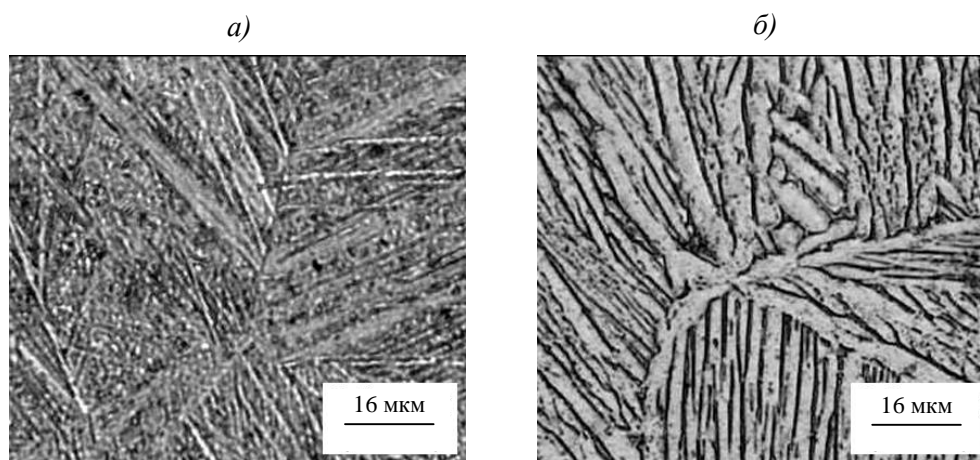


Рис. 2. Микроструктура образцов из сплава ВТ6 после наводороживающего при 900 (*a* – до 0,6% (по массе) Н) и 800°C (*б* – до 0,4% (по массе) Н) и вакуумного отжига при 625°C (ОМ)

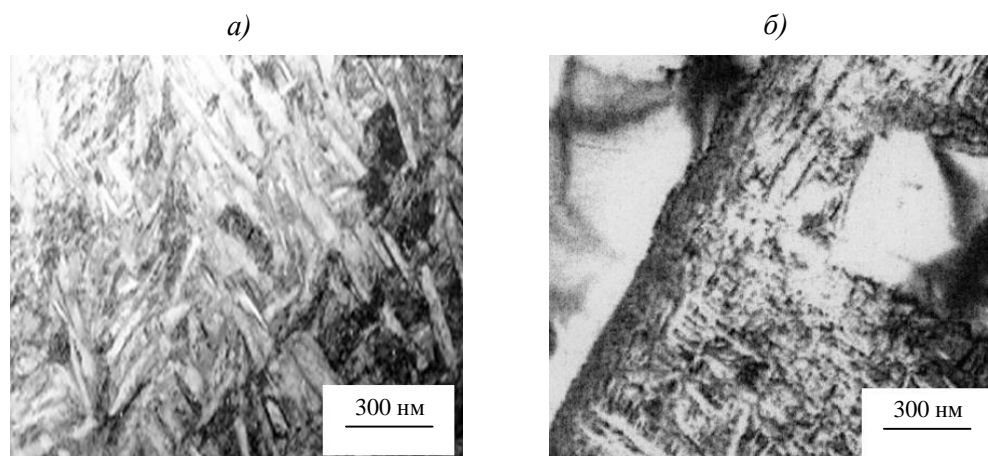


Рис. 3. Структура образца из сплава ВТ6, дополнительно легированного 0,8% (по массе) Н при 850 (*a*) и 800°C (*б*), после вакуумного отжига при 625°C (ПЭМ)

Если же после наводороживающего отжига в структуре удастся зафиксировать практически однофазное β -состояние (возможно содержание до 5% (объемн.) мартенсита), то вакуумный отжиг приводит к формированию равновесной мелкодисперсной ($\alpha_p + \beta_p$)-структуры (рис. 3, *a*). Количественный анализ морфологии получаемой в этом случае структуры показывает, что пластины равновесной $\alpha_{\text{дег}}$ -фазы имеют длину 500–700 нм и толщину не более 100 нм. Это позволяет сделать вывод о формировании наноструктуры.

Наличие в структуре после наводороживания первичной α_1 -фазы, обогащенной алюминием до состава α_2 , оказывает влияние на структурообразование при вакуумном отжиге. Структура таких образцов после дегазации представлена α - и β -фазами неравновесного состава; в микрообъемах α -фазы сохраняется дальний порядок упорядочения, о чем свидетельствуют сверхструктурные рефлексы на дифрактограммах (см. рис. 1, *б*).

Исследования показали, что если в структуре после наводороживающего отжига присутствует менее 30% (объемн.) α_1 -фазы, то процессы зарождения частиц $\alpha_{\text{дег}}$ -фазы преобладают над процессами их роста и в результате формируется бимодальная структура, содержащая частицы первичной частично упорядоченной $\alpha(\alpha_2)$ -фазы размером 1–3 мкм и обедненную алюминием вторичную наноразмерную $\alpha_{\text{дег}}$ -фазу, которая выделяется из β -фазы при дегазации (рис. 3, б). Если же в структуре наводороженного сплава содержится более 30% (объемн.) α_1 -фазы, то даже при низкотемпературной дегазации преобладают процессы роста ее частиц, а вторичной $\alpha_{\text{дег}}$ -фазы образуется значительно меньше (см. рис. 2, б).

Обсуждение и заключения

Установлено, что если в процессе наводороживания $\alpha \rightarrow \beta$ -превращение протекает до конца и последующее охлаждение до комнатной температуры позволяет зафиксировать однофазную β -структуру, то при последующем низкотемпературном (600–650°C) вакуумном отжиге формируется ($\alpha+\beta$)-наноструктура, содержащая пластины α -фазы длиной 500–700 нм и толщиной не более 100 нм.

Установлено, что если после наводороживающего отжига в структуре сплава ВТ6 содержится не более 30% (объемн.) первичной α -фазы, то вакуумный отжиг при температуре 625°C позволяет сформировать бимодальную структуру, содержащую (кроме равновесного количества β -фазы) обогащенную алюминием и частично упорядоченную первичную $\alpha(\alpha_2)$ -фазу и обедненную алюминием наноразмерную вторичную α -фазу, выделяющуюся из β -фазы в процессе дегазации.

Авторы выражают благодарность одному из основоположников водородной технологии титановых сплавов в России академику РАН А.А. Ильину и сотрудникам его научной школы д.т.н., проф. С.В. Скворцовой и д.т.н., проф. А.М. Мамонову за помощь в получении и интерпретации экспериментальных результатов, обсуждение и критические замечания.

ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // *Авиационные материалы и технологии*. 2015. №1 (34). С. 3–33.
2. Каблов Е.Н. Шестой технологический уклад // *Наука и жизнь*. 2010. №4. С. 2–7.
3. Каблов Е.Н. Материалы и химические технологии для авиационной техники // *Вестник Российской академии наук*. 2012. Т. 82. №6. С. 520–530.
4. Ночовная Н.А. Перспективы и проблемы применения титановых сплавов / В сб. *Авиационные материалы и технологии*. Вып. «Перспективы развития и применения титановых сплавов для самолетов, ракет, двигателей и судов»: сб. докладов юбилейного совещания, посвященного 55-летию титановой лаборатории ВИАМ. М.: ВИАМ. 2007. С. 4–8.
5. Хорев А.И. Фундаментальные и прикладные работы по конструкционным титановым сплавам и перспективные направления их развития // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2013. №2. Ст. 04. URL:<http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.07.2015).
6. Ночовная Н.А., Панин П.В., Алексеев Е.Б., Боков К.А. Экономнолегированные титановые сплавы для слоистых металлополимерных композиционных материалов // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2014. №11. Ст. 02. URL:<http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.07.2015). DOI: 10.18577/2307-6046-2014-0-11-2-2.
7. Ильин А.А., Колачев Б.А., Носов В.К., Мамонов А.М. Водородная технология титановых сплавов. М.: Издательский дом МИСиС, 2002. 392 с.
8. Панин П.В., Дзунович Д.А., Алексеев Е.Б. Способы описания фазового состава титановых сплавов, дополнительно легированных водородом (обзор) // *Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн.* 2015. №3. Ст. 03. URL:<http://www.viam-works.ru> (дата обращения: 14.07.2015). DOI: 10.18577/2307-6046-2015-0-3-3-3.

9. Панин П.В., Ширяев А.А., Дзунович Д.А. Построение температурно-концентрационной диаграммы фазового состава титанового сплава ВТ6, дополнительно легированного водородом // Технология машиностроения. 2014. №3. С. 5–9.
10. Ильин А.А., Скворцова С.В., Мамонов А.М., Коллеров М.Ю. Фазовые и структурные превращения в титановых сплавах разных классов под действием водорода // Титан. 2007. №1. С. 32–37.
11. Скворцова С.В., Панин П.В., Ночовная Н.А., Грушин И.А., Митропольская Н.Г. Влияние водорода на фазовые и структурные превращения в титановом сплаве ВТ6 // Технология легких сплавов. 2011. №4. С. 35–40.
12. Скворцова С.В., Панин П.В., Дзунович Д.А., Засыпкин В.В., Герман М.А. Создание композитной структуры в титановом сплаве Ti–6Al с помощью термоводородной обработки / В сб. тезисов докладов VII Международного аэрокосм. конгресса (IAC'12). М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 2012. С. 197–198.
13. Панин П.В., Дзунович Д.А., Засыпкин В.В. Создание двухфазной композитной структуры в альфа-сплаве Ti–6Al с помощью термоводородной обработки // Научные труды (Вестник МАТИ). 2012. №19 (91). С. 33–37.
14. Панин П.В., Лукина Е.А., Дзунович Д.А., Герман М.А. Преобразование структуры титанового сплава Ti–6Al с помощью термоводородной обработки / В сб. материалов Всероссийской науч.-технич. конф. «Новые материалы и технологии – 2012». М.: МАТИ, 2012. С. 83–84.
15. Панин П.В., Грушин И.А., Митропольская Н.Г. Исследование закономерностей изменения структурно-фазового состояния титанового сплава ВТ6 при дополнительном легировании водородом // Научные труды (Вестник МАТИ). 2013. №20 (92). С. 31–34.
16. Ильин А.А., Скворцова С.В., Панин П.В., Шалин А.В. Влияние термоводородной обработки и пластической деформации на структурообразование в титановых сплавах разных классов // Авиационная промышленность. 2009. №4. С. 31–36.
17. Овчинников А.В., Носов В.К., Афонин В.Е., Панин П.В. Основные закономерности деформации сплавов титан-водород // Технология легких сплавов. 2007. №3. С. 96–99.
18. Панин П.В., Дзунович Д.А., Лукина Е.А. Управление структурой и свойствами титановых сплавов при обратимом легировании водородом и пластической деформации / В сб. материалов XIX науч.-технич. конф. молодых ученых и специалистов РКК «Энергия». Сер. XII. 2012. Вып. 1–2. С. 103–107.
19. Каблов Д.Е., Панин П.В., Ширяев А.А., Ночовная Н.А. Опыт использования вакуумно-дуговой печи ALD VAR L200 для выплавки слитков жаропрочных сплавов на основе алюминидов титана // Авиационные материалы и технологии. 2014. №2. С. 27–33.
20. Панин П.В. Закономерности формирования фазового состава и структуры в титановых сплавах при термоводородной обработке и пластической деформации: автореф. дис. ... канд. техн. наук. М., 2009. 24 с.