

Формування структури та властивостей титан-матричного композиту залежно від методу спікання

Є. Г. Биба

П. І. Лобода, доктор технічних наук, член-кореспондент НАН України

Національний технічний університет України «КПІ», Київ

В роботі досліджено вплив кількості добавок бору на формування структури та механічних властивостей пресовок із порошку гідриду титану під час радіаційного спікання та спікання в умовах швидкісного електронно-променевого нагрівання. Методами растрової електронної мікроскопії, дюротрії, рентгенофазового та рентгеноструктурного аналізів встановлено, що при використанні в якості вихідних порошків гідриду титану та бору отриманий композит характеризується досить високими механічними властивостями, подібними до промислового титанового сплаву VT-6.

Титанові матричні композити (ТМК) мають комплекс характеристик, що визначає їх використання у сферах, де перевага віддається низькій питомій вазі та корозійній стійкості. Проте їх застосування значно обмежене, в таких галузях, як автомобіле- та літакобудування з причини порівняно високої вартості та реакційної активності щодо взаємодії з газами атмосфери, особливо при високій температурі [1]. Як правило, при створенні матричних композитів зміцнююча та матрична фази повинні бути термомеханічно та термодинамічно сумісні [2]. Серед тугоплавких сполук найбільш високу термодинамічну, кінетичну і термомеханічну сумісність з титаном мають TiB і TiC [3].

Механічні властивості композиту залежать від механічних характеристик матричної фази з титану. Введення невеликих добавок модифікаторів (бор, скандій, ітрій, лантан, церій, ніобій, молібден, вуглець) змінює основні параметри процесу кристалізації з розплаву, що в свою чергу призводить до зміни структури титану і, як правило, до поліпшення його властивостей [4]. Відомо, що незначні добавки бору ($\leq 0,5$ % по масі) до традиційних титанових сплавів змінюють їх мікроструктуру та підвищують механічні властивості [5]. Введення бору також сприяє очищенню від небажаних домішок завдяки утворенню сполуки B_2O_3 , яка має високу пружність пари [6]. Бор повністю розчиняється в розплаві титану, однак практично не розчиняється у твердому стані ($\leq 0,05$ % по масі при $750^\circ C$). При легуванні титану бором (більше 14 % по масі) виділяється тугоплавка TiB – фаза, що зміцнює металеву матрицю. Враховуючи те, що розмір та кількість фазових складових композита, що формується в результаті

дифузійної взаємодії залежить від концентрації вихідних компонентів, температури та часу, а при температурах, вищих за 1000 °С, реалізується реакційна взаємодія, що протікає в режимі самогоріння з виділенням великої кількості тепла, актуальним є дослідження концентраційної залежності ущільнення та формування мікроструктури пресовок із суміші порошоків бору та гідриду титану.

В якості вихідного матеріалу застосовували порошок гідриду титану з середнім розміром порошинок 7 мкм і порошок аморфного бору з середнім розміром 0,2 мкм. Для отримання ТМК Ti – TiB доевтектичного, евтектичного і заевтектичного складу були виготовлені шляхом механічного змішування в планетарному млині суміші порошоків TiH₂ з додаванням 1, 1,64, та 2 % по масі В. Формування циліндричних пресовок розміром 10×10 мм проводили в сталевій розбірній пресформі. Термообробка пресовок складалась з двох послідовних стадій: дегідрування і спікання. Спікання дегідрованих пресовок проходило при температурі 1300 °С, з часом витримки 5 хв в електронно-променевої установці “ЭЛА – 6” та 1 години у вакуумній печі СНВЛ 1.3.1/16М1. Пористість зразків після термообробки визначали методом гідростатичного зважування та кількісного металографічного аналізу. Дослідження мікроструктури отриманих ТМК проводили за допомогою скануючого електронного мікроскопу РЕМ 10БИ. Для встановлення фазового складу сплавів з різним вмістом бору використовували рентгенівський дифрактометр Rigaku Ultima IV з мідним (CuK_α) випромінюванням ($\lambda = 0,15418$ нм).

Вимірювання твердості спечених пресовок проводили за методом Брінеля. Межу міцності при стисненні спечених титанових пресовок вимірювали за допомогою апаратно-програмного комплексу для дослідження структурних змін деформованого матеріалу, створеного в Інституті проблем металознавства НАН України.

Після спікання дегідрованих пресовок загальна пористість зразків, зростає зі збільшенням вмісту бору у вихідній суміші (рис. 1). Залишкова

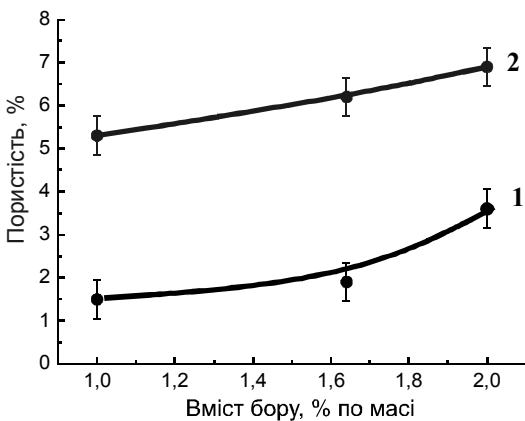


Рис. 1. Вплив кількості бору на пористість пресовок із порошку гідриду титану, спечених в умовах електронно-променевого (1) та радіаційного нагрівання (2).

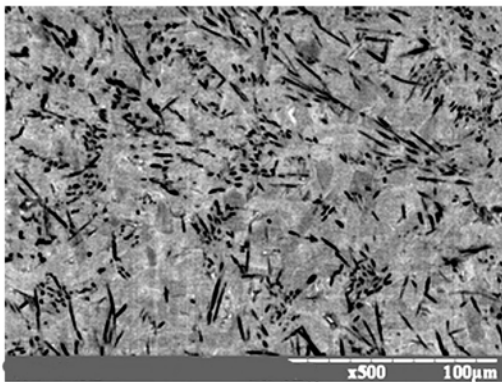
пористість порошкових титанових сплавів обумовлена як незавершеністю процесів ущільнення при спіканні, так і фазовими й структурними перетвореннями, що призводять до додаткового утворення пор попередньо спресованих пресовок при нагріванні. Причому, при радіаційному спіканні пористість у два рази вища, що пов'язано в першу чергу з умовами нагрівання та довшим часом перебування в камері печі та в певній мірі насиченням газами залишкової атмосфери, що сприяє уповільненню процесів дифузії. Під час радіаційного

Структура і фізико-механічні властивості

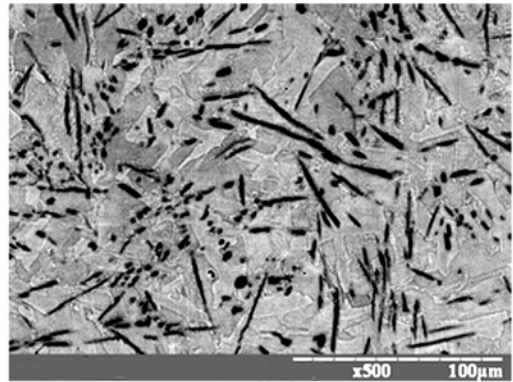
спікання швидкість нагрівання значно менша в порівнянні з електронно-променевим спіканням.

Підвищення швидкості нагрівання зменшує час дифузійної взаємодії титану з бором та з адсорбованими, хемосорбованими домішками та залишковими газами вакуумної атмосфери печі. Тому під час електронно-променевого нагрівання на поверхні частинок титану утворюється менше прошарків боридних фаз, в яких швидкість дифузії компонентів зменшується. Окрім того, наявність непасивованих в результаті дифузійної взаємодії контактів між частинками порошку титану та бору сприяє активації реакційної взаємодії яка протікає з більшою швидкістю в режимі горіння, що саморозповсюджується [7].

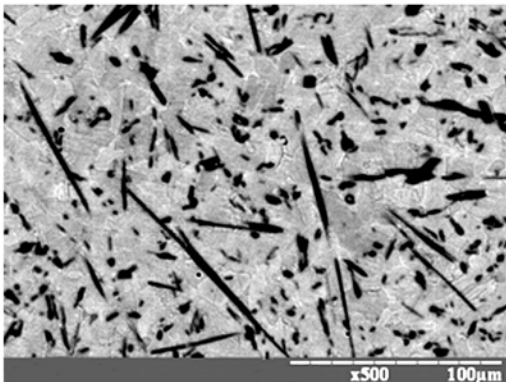
За даними дифрактометричних досліджень пресовки із суміші порошоків TiH_2 та бору після електронно-променевого та радіаційного спікання знаходяться в двофазному стані і представляють собою титанову матрицю з включеннями TiB, інших фаз не виявлено. Відрізняються лише кількісним співвідношенням титану та TiB фази, кількість якої збільшується по мірі зростання бору у вихідній суміші, що підтверджується і даними металографічного аналізу (рис. 2, 3).



а



б



в

Рис. 2. Мікроструктури пресовок із суміші $TiH_2 + B$ після електронно-променевого спікання. а – Ti + 1 % B; б – Ti + 1,64 % B; в – Ti + 2 % B.

При електронно-променевому спіканні пресовок із суміші порошоків гідриду титану та бору (1, 1,64 та 2 % по масі) (рис. 2), спостерігається збільшення кількості, розміру та витягнутості голкоподібних боридних

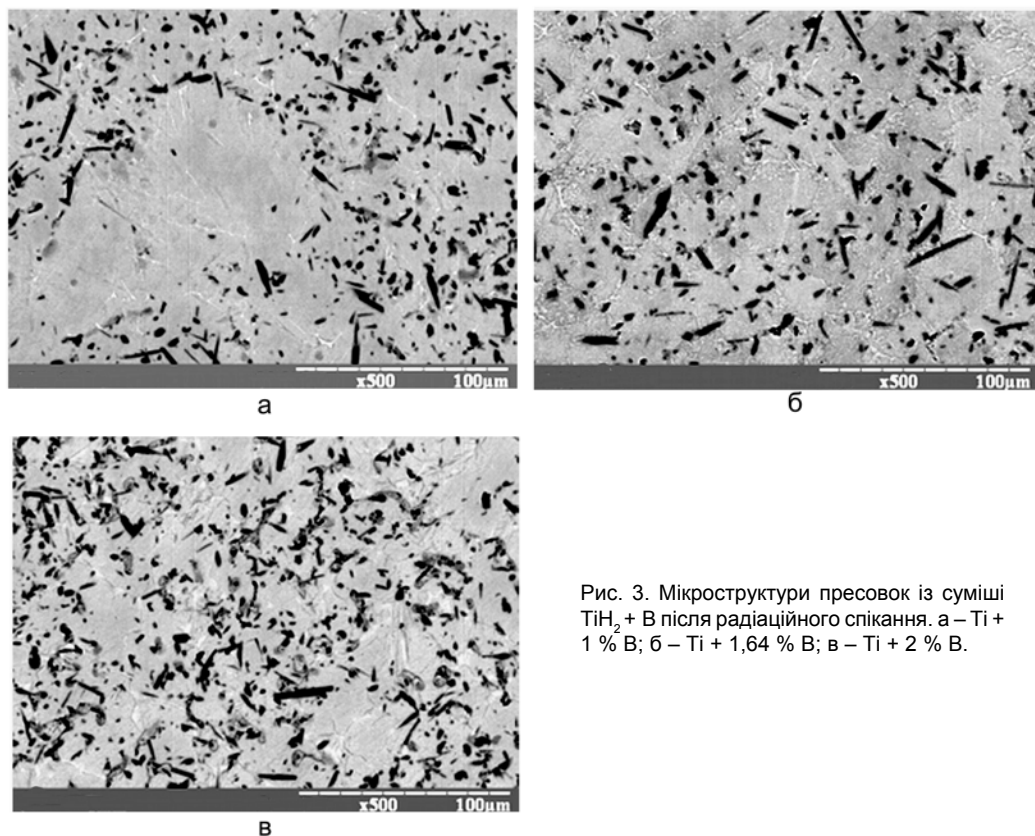


Рис. 3. Мікроструктури пресовок із суміші TiH_2 + В після радіаційного спікання. а – $Ti + 1\% B$; б – $Ti + 1,64\% B$; в – $Ti + 2\% B$.

включень. При радіаційному спіканні (рис. 3) спостерігається аналогічна залежність, проте витягнутість включень TiB менша, ніж у випадку електронно-променевого нагрівання і не спостерігається збільшення поперечного перетину витягнутих включень бориду по мірі зростання концентрації бору, що обумовлено процесами дифузійної коалесценції, які більш повно проходять в умовах радіаційного нагрівання при більшому часі ізотермічної витримки. На витягнутість включень бориду титану може впливати і температурний градієнт, величина якого за об'ємом пресовки значно (100 – 200 градусів) більше за умови електронно-променевого нагрівання в порівнянні з радіаційним. Також виявлено, що при радіаційному спіканні боридні включення розташовані по межах зерен (рис. 3), а при електронно-променевому спіканні в значній кількості наявні боридні включення, що проходять через кілька зерен одразу (рис. 2).

Для оцінки загальної твердості композита проводили дослідження твердості за Брінелем (рис. 4) для пресовок, спечених із суміші порошоків гідриду титану і бору (1, 1,64 та 2 % по масі).

При радіаційному спіканні твердість має більше значення, що пов'язано, в першу чергу, із більшою концентрацією та дисперсністю включень TiB . Окрім того збільшення тривалості спікання призводить до більш повного протікання процесу хімічної взаємодії і утворенню на границі розподілу матричної та моноборидної фази більш твердої фази дибориду

титану, проте на дифрактограмах данної фази не виявлено, що пов'язано з незначним її вмістом. При електронно-променевому нагріванні за рахунок більш швидкого нагріву та охолодження прошарок із дибориду титану не встигає утворитись.

За допомогою апаратно-програмного комплексу для дослідження структурних змін деформованого матеріалу було встановлено вплив умов спікання, мікроструктури і фазового складу на межу міцності на стиснення спечених пресовок композиту Ti-TiB (таблиця).

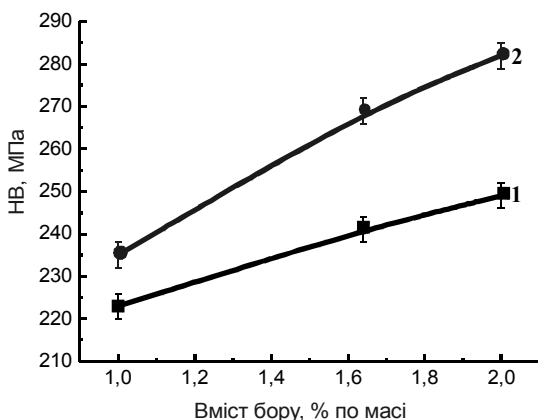


Рис. 4. Вплив кількості бору на твердість за Брінелем пресовок із порошку гідриду титану, спечених в умовах електронно-променевого (1) та радіаційного (2) нагрівання.

Вплив способу нагрівання на величину межі міцності при стисненні пресовок із суміші порошків гідриду титану та бору

Вміст бору, % по масі	Електронно-променеве спікання	Радіаційне спікання
	σ_g^c , МПа	σ_g^c , МПа
1,00	1128	1051
1,64	1323	1208
2,00	1322	1169

При електронно-променевому та радіаційному спіканні збільшення вмісту бору в вихідній суміші сприяє збільшенню кількості включень TiB, що сприяє підвищенню межі міцності на стиснення і свідчить про зменшення пластичності, але збільшення міцності композита. Як відомо, чистий титан є відносно пластичним матеріалом, але зі збільшенням вмісту фази бориду титану в композиті зростає доля складової, менш здатної до пружної деформації і реалізується механізм зміцнення через блокування руху дислокацій. Проте у випадку радіаційного спікання межа міцності дещо нижча за рахунок збільшення пористості вдвічі в порівнянні з електронно-променевим спіканням. Також на значення міцності мають вплив і структурні зміни сплаву.

Висновки Таким чином встановлено, що при електронно-променевому спіканні отримано композит з пористістю вдвічі меншою, ніж при радіаційному. За рахунок швидкого нагріву та охолодження при електронно-променевому спіканні відбувається гартування, що сприяє появі в структурі витягнутих, орієнтованих голкоподібних включень TiB, які в 2 – 3 рази довші, ніж при радіаційному спіканні.

Використання бору, як легуючого елемента, дає можливість виготовити надлегкий титановий сплав, який можна ефективно використовувати в аерокосмічній промисловості.

Література

1. Clyne T. W., Withers P. J. An Introduction to Metal Matrix Composites. – Cambridge University, Press, 1993.
2. Luo G., Zhen Q., Deng J. The Research and Development of TMCs. Titanium '95: Science and Technology, Birmingham, UK.– 1995. – P. 2704 – 2713.
3. Alexander W. Materials Science and Engineering Handbook. – CRC, 2000.
4. Магницкий О. Н. Литейные свойства титановых сплавов. – М. : Машиностроение, 1968. – 120 с.
5. Miracle D.B. Titanium Alloyed with Boron // Advanced Materials and Processes. – 2006. – 12. – P. 41 – 43.
6. Loboda P.I., Byba E.G., Cherniavskii V.V. Obtaining of improved purity titanium by sintering of TiH₂ powders with boron edition // International Conference “Sintering 2009”. – Kiev: September 7-11, 2009.
7. Самсонов Г.В., Серебрякова Т.И., Неронов В.А. Бориды. – М.: Атомиздат, 1975. – 374 с.

Одержано 28.10.14

Е. Г. Биба, П. И. Лобода

Формирование структуры и свойств титан-матричного композита в зависимости от метода спекания

Резюме

В работе исследовано влияние количества добавок бора на формирование структуры и механических свойств прессовок из порошка гидрида титана при радиационного спекания и спекания в условиях скоростного электронно-лучевого нагрева. Методами растровой электронной микроскопии, дюриметрии, рентгенофазового и рентгеноструктурного анализов установлено, что при использовании в качестве исходных порошков гидрида титана и бора полученный композит характеризуется достаточно высокими механическими свойствами подобными промышленному титановому сплаву ВТ-6.

E. G. Byba, P. I. Loboda

The structure and properties formation of titanium-matrix composite depending on the method of sintering

Summary

In this paper the influence of the boron amount additions on the structure formation and mechanical properties of compacts during radiation sintering and sintering in conditions of high-speed electron beam heating is investigated. Using SEM, durometry tests, X-ray diffraction and X-ray analyzes established that the use of titanium hydride and boron powders as initial, allowed to obtain composite that characterized by a high mechanical properties similar to industrial titanium alloy ВТ-6.