

СРАВНИТЕЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ РМ HIP КОМПАКТОВ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ БЫСТРОЗАКАЛЕННОГО PREP ПОРОШКА, И ПРОДУКТА, ПОЛУЧЕННОГО ПО ТРАДИЦИОННОЙ ТЕХНОЛОГИИ ИЗ ЖАРОПРОЧНОГО СПЛАВА НА ОСНОВЕ ТИТАНА

© 2025 г. А. В. Шульга*

Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Москва, 115409 Россия

*E-mail: avshulga@mephi.ru

Поступила в редакцию 15.07.2024 г.

После доработки 17.07.2024 г.

Принята к публикации 19.07.2024 г.

Проведено сравнительное исследование особенностей структуры РМ HIP компактов жаропрочного $\alpha+\beta$ сплава на основе Ti, полученных с использованием сферических частиц быстро закаленного PREP порошка (гранул), и аналогичного продукта, изготовленного по традиционной технологии. Многоуровневое исследование микроструктуры РМ HIP компактов и аналогичного продукта, изготовленного по традиционной технологии, выполнено методами металлографии, SEM, TEM, EDX и OIM. Выявлено влияние вакуумной термообработки и температуры HIP консолидации в областях ($\alpha + \beta$)- и β -фазы на закономерности формирования структуры РМ HIP компактов жаропрочного сплава на основе титана. Особенности микроструктуры, такие как пластинчатая, бимодальная микроструктура, размер зерна, выявлены и подробно изучены в РМ HIP компактах и в образцах продукта, полученного по традиционной технологии. Обнаружено и детально изучено экстремальное поведение значений коэффициента распределения легирующих элементов между α и β фазами (k_d) в продукте, полученном по традиционной технологии, по сравнению с РМ HIP компактами. Анализ полученного результата, в сопоставлении результатов сравнительного исследования структуры и свойств РМ HIP компактов, полученных с использованием быстро закаленных PREP порошков, и изделий, полученных по традиционной технологии из коррозионно-стойких сталей и никелевых суперсплавов, позволил сделать следующий важный вывод. Скорость охлаждения при затвердевании является доминирующим фактором в формировании окончательного структурно-фазового состояния (состава α и β фаз в сплаве Ti) и, следовательно, является ключевым наследственным технологическим параметром, определяющим структурно-фазовое состояние и повышенный уровень механических свойств РМ HIP компактов по сравнению с продуктом, полученным по традиционной технологии.

Ключевые слова: жаропрочный ($\alpha + \beta$) сплав на основе Ti, быстро закаленный PREP порошок, РМ HIP, Металлургия гранул, традиционная технологии, структура, сегрегация легирующих элементов, механические свойства

DOI: 10.56304/S2079562924060393

1. ВВЕДЕНИЕ

РМ HIP технология с использованием быстро закаленных сферических порошков (Металлургия гранул – в отечественной металлургии) обеспечивает преимущества механических свойств и возможность изготовления изделий сложной формы в связи с высокой степенью однородности состава и дисперсности структуры, изделий, по сравнению с традиционной технологией изготовления изделий из сложно легированных сплавов, в частности, жаропрочных суперсплавов на основе Ni и коррозионно-стойких сталей. Жаропрочные ($\alpha + \beta$)

сплавы на основе Ti являются многокомпонентными сложно легированными сплавами, получаемые также по РМ HIP и аддитивным технологиям [1–8].

PREP-метод получения быстро закаленных сферических порошков в результате высоких скоростей охлаждения расплава при атомизации обеспечивает повышение дисперсности структуры и улучшение механических свойств изделий, изготовленных с использованием быстро закаленных PREP порошков сплавов на основе Ti [2–6]. В настоящее время сферические быстро закаленные

Таблица 1. Химический состав исследованного жаропрочного сплава на основе Ti VT25U (мас. %)

Material	Ti	Al	Mo	Zr	Sn	W	Si	Fe	C	O ₂	N ₂	H ₂
VT25U	82.49	6.5	3.8	3.8	2.0	0.9	0.3	0.1	0.02	0.08	0.01	0.005

Таблица 2. Химический состав исследованного жаропрочного сплава на основе Ti VT25U (ат. %)

Material	Ti	Al	Zr	Mo	Sn	Si	W	Fe	C	O ₂	H ₂	N ₂
VT25U	82.35	11.52	1.99	1.89	0.81	0.51	0.23	0.09	0.08	0.24	0.24	0.03

порошки жаропрочных Ti-сплавов благодаря высококачественной сферической форме, малому размеру и оптимальному фракционному составу являются основным типом порошков для РМ НР- и аддитивных технологий.

Для оптимизации технологии РМ НР важны закономерности формирования структуры компактов РМ НР, в частности, при изменении температуры НР, а также в результате предварительной термообработки быстрозакаленного PREP порошка по сравнению с продуктом, полученным по традиционной технологии. Сравнительное исследование особенностей микроструктуры и механических свойств изделий из жаропрочных сплавов на основе Ti, изготовленных по РМ НР технологии с использованием быстрозакаленного порошка и по традиционной технологии, особенно важно для лучшего понимания основ физического материаловедения РМ НР и АМ технологий жаропрочных сплавов на основе Ti с использованием быстрозакаленных порошков [2–12].

Особенности формирования ($\alpha + \beta$) микроструктуры и распределения легирующих элементов в жаропрочном сплаве на основе Ti типа VT25U важны для понимания влияния параметров РМ НР на микроструктуру и механические свойства по сравнению с продуктом, полученным с использованием традиционной технологии. Целью работы является выяснение закономерностей формирования структуры РМ НР компактов, изготовленных с использованием быстрозакаленного PREP порошка, в сравнении с аналогичным продуктом, изготовленного по традиционной технологии и корреляции с механическими свойствами.

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Состав исследованного жаропрочного сплава типа VT25U на основе титана приведен в табл. 1, 2.

Быстрозакаленный порошок сферической формы исследованного жаропрочного сплава на основе Ti получен методом центробежного распыления оплавленного плазменным нагревом вращающегося электрода (Plasma Rotating Electrode Process – PREP) с использованием слитка-элек-

трода. Методы металлографии, SEM, EDX, OIM (Микроскопия ориентационного изображения), использовались для многоуровневого изучения структуры и распределения легирующих элементов. Вакуумная термообработка быстрозакаленного PREP-порошка сплава Ti проводилась при температуре 920°C в течение 8, 12, 24 ч и при температурах 1000, 1020°C в течение 4 ч соответственно в ($\alpha + \beta$) и β фазовых областях.

Консолидация порошков проводилась методом горячего изостатического прессования НР со следующими параметрами: 920°C, 8 ч, 150 МПа, 1000°C, 8 ч, 150 МПа.

Предварительная термообработка PREP-порошка перед операцией РМ НР при 920°C осуществлялась при температуре 1000°C.

Образцы для исследования готовились стандартным методом металлографии, с полировкой и химическим травлением образцов компактов и изделия, полученного по традиционной технологии. Экспериментально подобран метод глубокого металлографического травления для выявления наследственных границ гранул в РМ НР компактах и зеренной структуры в традиционном продукте с использованием травителя 1.5 мл HF + 3 мл HNO₃ + 50 мл H₂O.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура изделия, изготовленного по традиционной технологии, и РМ НР компактов жаропрочного ($\alpha + \beta$) сплава VT25U на основе титана, полученного с использованием сферического быстрозакаленного PREP порошка, исследованная методом световой металлографии (LM) (светлое поле – BF) при использовании стандартного и глубокого травления приведена на рис. 1, 2.

Традиционное травление позволяет наблюдать ($\alpha + \beta$) структуру в результате различной травимости α - и β фаз, и не позволяет четко выявлять зерна в традиционном продукте и наследственные границы гранул в РМ НР компактах (рис. 1), поэтому экспериментально подобран метод глубокого травления, который успешно обнаруживает эти основные особенности микроструктуры традиционного продукта и РМ НР компактов (рис. 2).

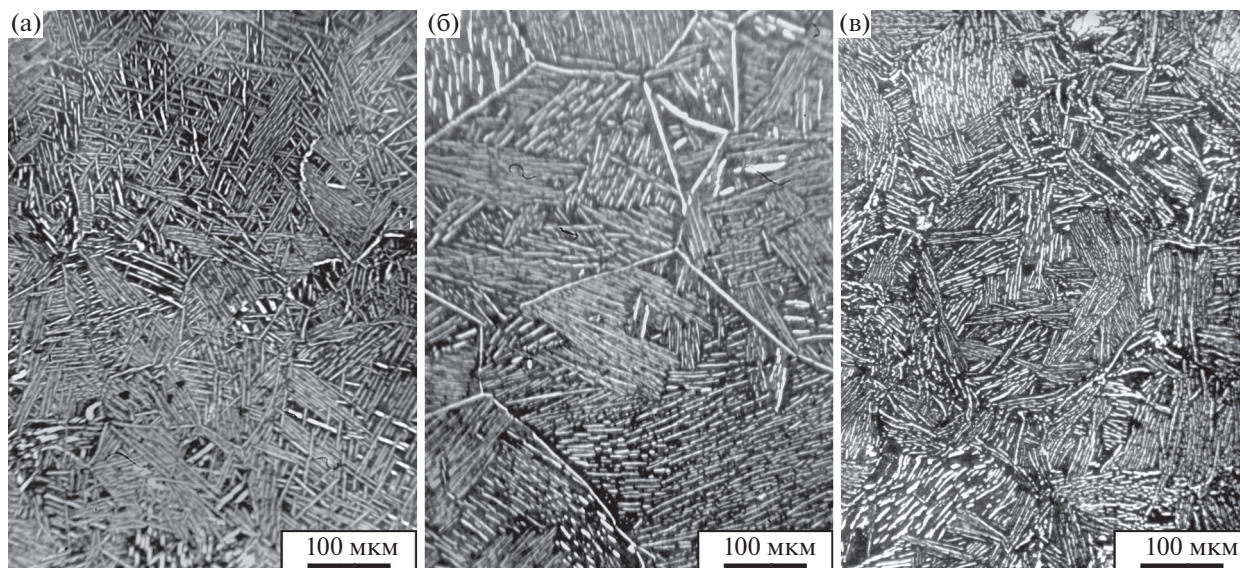


Рис. 1. Микроструктура (LM-BF) продукта, изготовленного по традиционной технологии (а) и РМ НР компактов жаропрочного сплава на основе Ti VT25U, полученных с использованием сферических частиц быстрозакаленного порошка, изготовленного PREP методом при следующих параметрах РМ НР: (б) НР – 1000°C, (в) 1000°C + НР – 920°C; обычное травление ($\alpha + \beta$) структуры.

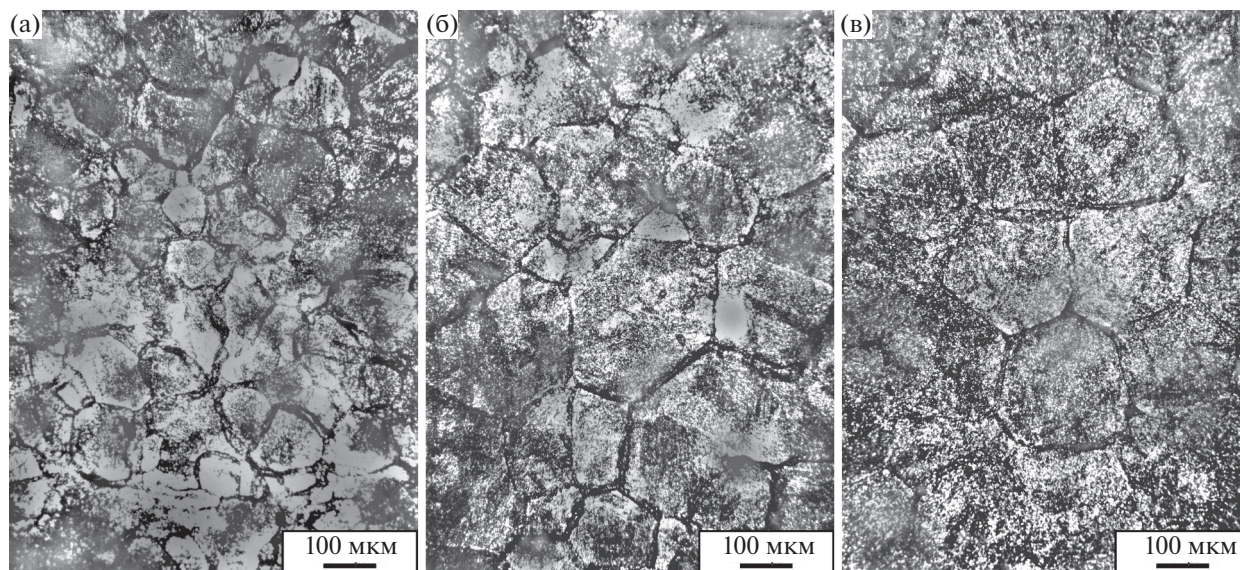


Рис. 2. Микроструктура (LM-BF) продукта, изготовленного по традиционной технологии (а) и РМ НР компактов жаропрочного сплава на основе Ti VT25U, полученных с использованием сферических частиц быстрозакаленного порошка, изготовленного PREP методом при следующих параметрах РМ НР: (б) НР – 1000°C, (в) 1000°C + НР – 920°C; глубокое травление.

Результаты SEM, TEM традиционного продукта и РМ НР компактов жаропрочного сплава на основе Ti, полученного с использованием сферического быстрозакаленного порошка, полученных методом PREP, при следующих режимах РМ НР: НР – 1000°C и 1000°C + НР – 920°C показывают образование бимодальной структуры, включающей первичную α_p - и преобразованную β_t -фазы, а

также полностью пластинчатую микроструктуру. LM, SEM и TEM (рис. 3) показывают влияние температуры НР, а также предварительной термообработки PREP-порошка на особенности микроструктуры.

Результаты исследования ОИМ традиционного продукта и компактов РМ НР жаропрочного сплава на основе Ti, полученного методом НР при

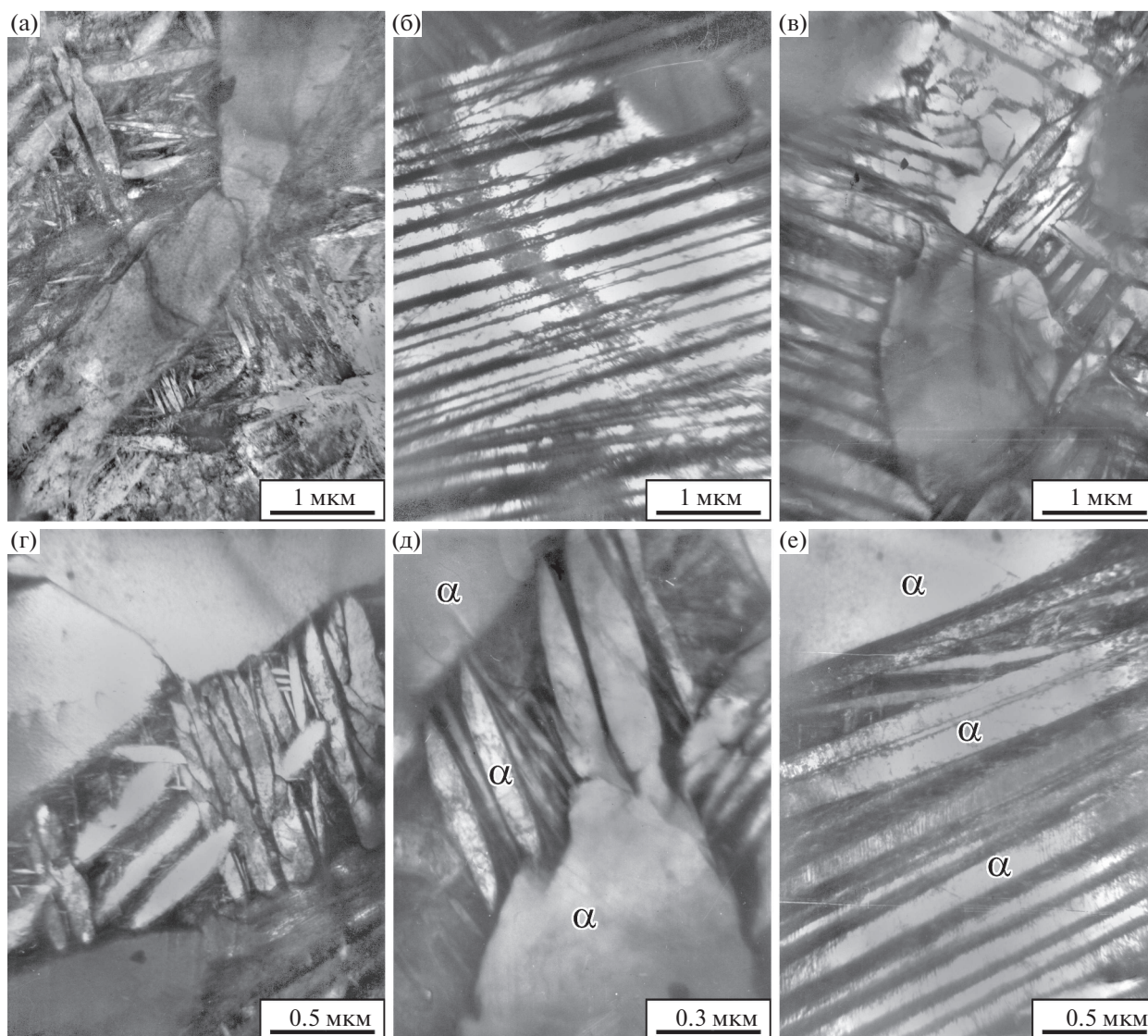


Рис. 3. Микроструктура (ТЕМ) РМ НІР компактов жаропрочного сплава на основе Ті, изготовленных с использованием быстрозакаленного сферического PREP порошка при следующих параметрах РМ НІР: НІР – 920°С (а, г, д), НІР – 1000°С (б, е), 1000°С + НІР – 920°С (в).

1000°С, показаны на рис. 4, 5. Традиционный продукт характеризуется несколько большим количеством α фазы по сравнению с РМ НІР компактом при температуре НІР 1000°С.

По результатам EDX-исследования распределения легирующих элементов в виде EDX-карт и EDX-профилей концентрации легирующих элементов в традиционном продукте (рис. 6, 8) и в РМ НІР компакте жаропрочного сплава на основе Ті, полученном методом РМ НІР при 1000°С (рис. 7, 9), наблюдается существенное перераспределение легирующих элементов между первичной α_p и преобразованной β_t фазами. Определены коэффициенты распределения легирующих элементов между α_p и β_t фазами (табл. 3).

Анализ результатов исследования распределения легирующих элементов между α_p и β_t фазами в РМ НІР компактах и в продукте, полученного по традиционной технологии, показывает экстремальные значения коэффициентов распределения легирующих элементов ($k_d = C_{\alpha}/C_{\beta}$) для продукта, полученного по традиционной технологии.

Рассмотрим детально результаты по распределению легирующих элементов между α и β фазами в исследованных РМ НІР компактах, полученных с использованием быстрозакаленного PREP порошка и продукта, полученного по традиционной технологии из жаропрочного сплава на основе титана VT25U.

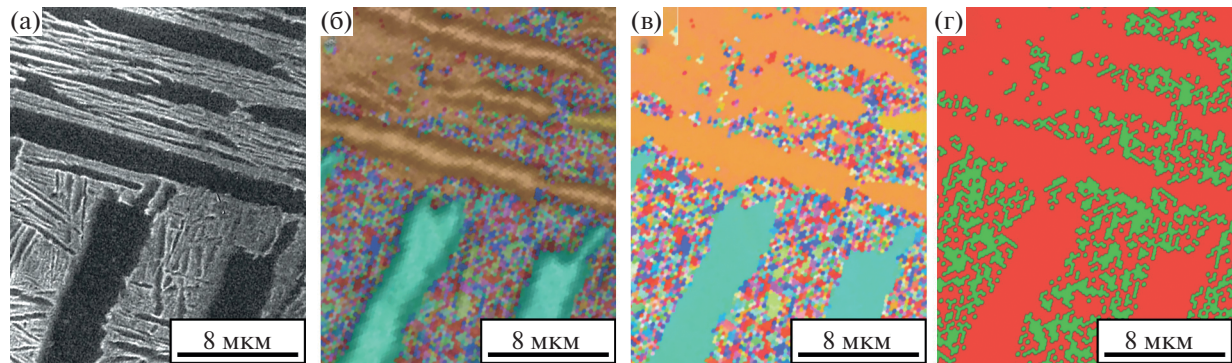


Рис. 4. Микроструктура (SEM) (а), IQ + IPF карты (б), IPF карта (в), фазовая карта (г) продукта, изготовленного по традиционной технологии из жаропрочного сплава на основе Ti; на фазовой карте (г) красный цвет – α -Ti (0.774), зеленый – β -Ti (0.221).

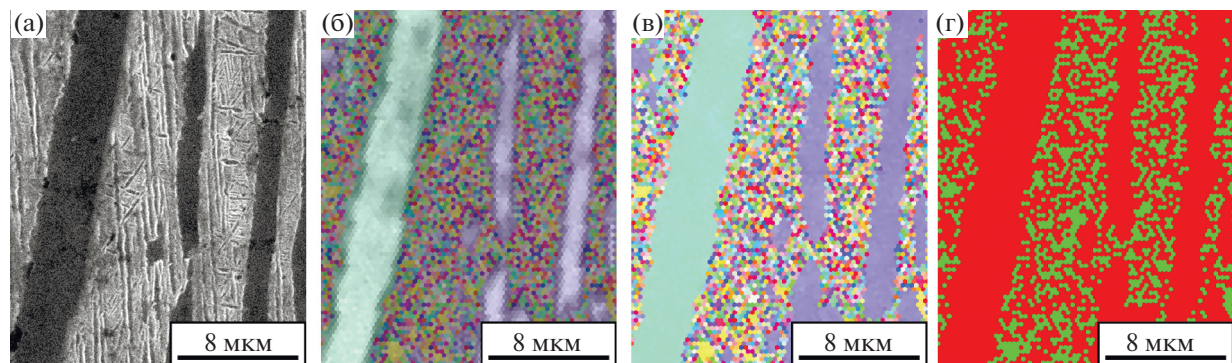


Рис. 5. Микроструктура (SEM) (а), IQ + IPF карты (б), IPF карта (в), фазовая карта (г) РМ НРП компакта (НРП – 1000°C) жаропрочного сплава на основе Ti, полученного с использованием сферического быстрозакаленного PREP порошка; на фазовой карте (г) красный цвет – α -Ti (0.739), зеленый – β -Ti (0.254).

Коэффициенты распределения $k_d = C_\alpha/C_\beta$, можно определить по бинарным диаграммам, как это принято при анализе коэффициентов распределения $k_0 = C_S/C_L$ легирующих при затвердевании.

Для Al в Ti, который относится к α стабилизаторам, существует перитектическое превращение (реакция $\beta + L \leftrightarrow \alpha$) при температуре 1503°C (вы-

ше 882°C для полиморфного превращения Ti) и соответственно имеет более высокую растворимость в α фазе, чем в β фазе ($k_d = 1.45$). При экспериментальном определении $k_d = C_\alpha/C_\beta$ значения получены ниже равновесного значения по фазовой диаграмме Ti–Al, во всех исследованных состояниях. Более низкие значения k_d в РМ НРП компактах, а в продукте, полученном по традици-

Таблица 3. Коэффициенты распределения (соотношения) легирующих элементов между первичной α_p и преобразованной β_t фазами $k_d = C_\alpha/C_\beta$ в РМ НРП компактах и продукте, полученном по традиционной технологии (ТТ) исследованного жаропрочного ($\alpha + \beta$) сплава на основе Ti VT25U

Элемент	Ti	Al	Mo	Zr	Sn	W	Si	Fe	C	O	N	H
НРП 920°C	1.09	1.33	0.12	0.85	0.95	0.21	0.20	0.80	0.88	1.01	1.08	
1000°C + НРП 920°C	1.09	1.33	0.11	0.86	0.93	0.18	0.29	0.78	0.60	0.93	—	—
НРП 1000°C	1.11	1.24	0.20	0.81	0.85	0.22	0.25	0.93	0.74	0.88	1.16	—
ТТ	1.15	1.39	0.09	0.76	0.85	0.09	0.25	0.78	0.99	1.04	1.10	—
$k_d = C_\alpha/C_\beta$ – расчет по бинарным фазовым диаграммам		1.45	0.08	0.75	0.84	0.06	0.40	0.14	1.90	2.42	2.86	0.17

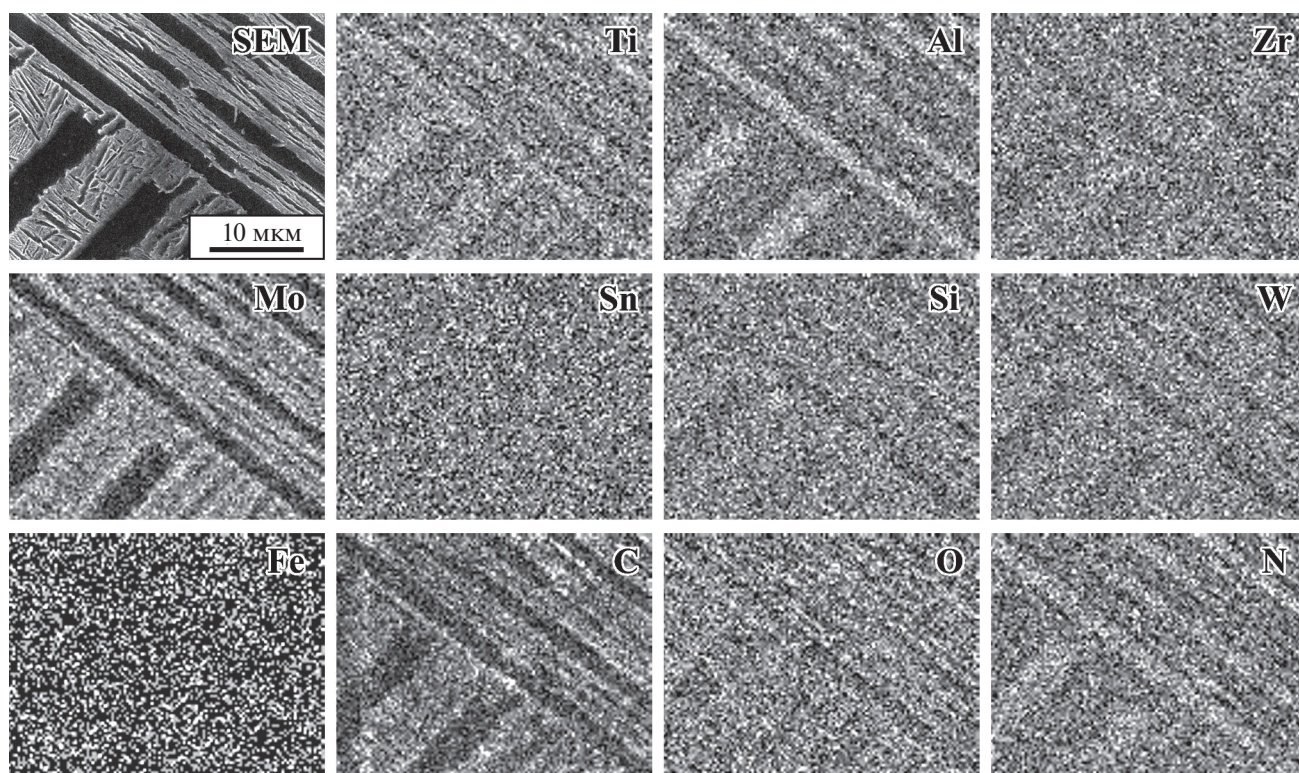


Рис. 6. Микроструктура (SEM) и EDX-карты распределения легирующих элементов в продукте, изготовленном по традиционной технологии из жаропрочного сплава на основе титана VT25U.

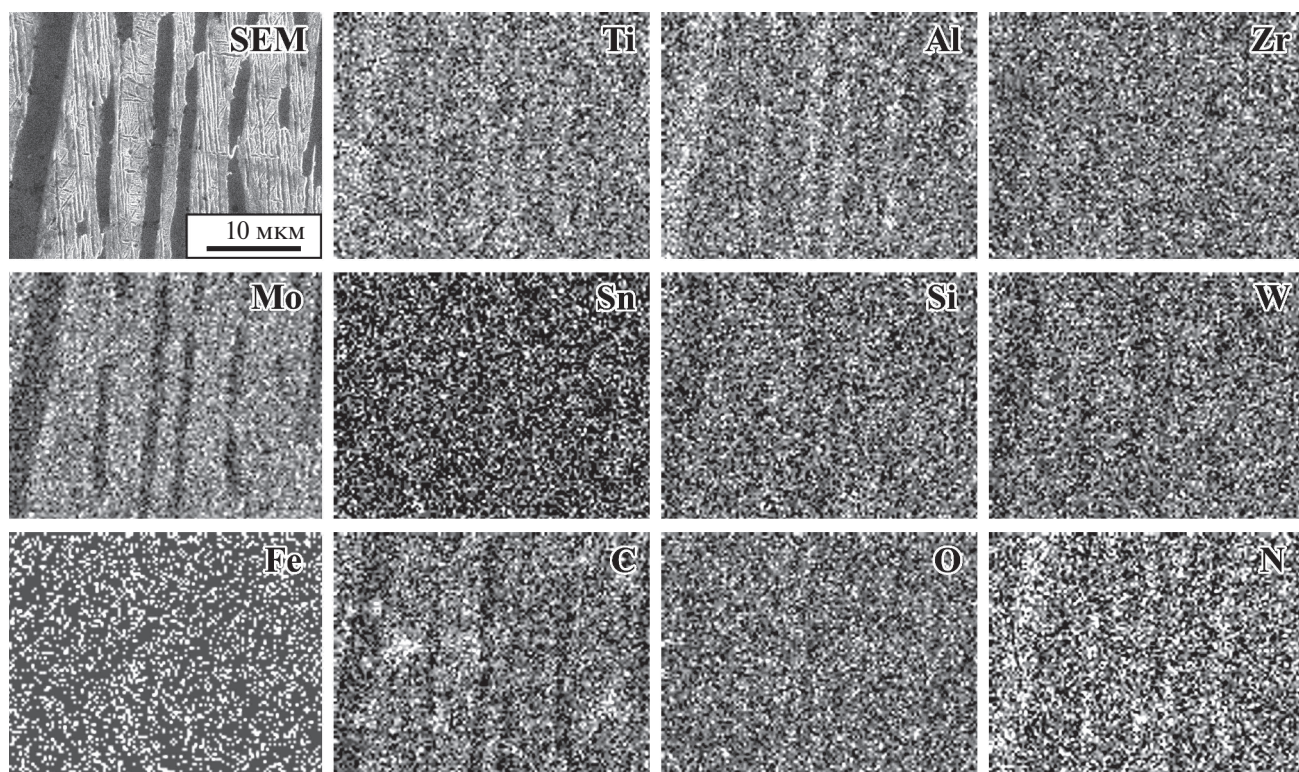


Рис. 7. Микроструктура (SEM) и EDX-карты распределения легирующих элементов в PM HIP компакте (HIP – 1000°C), полученном с использованием сферического быстрозакаленного PREP порошка жаропрочного сплава на основе Ti VT25U.

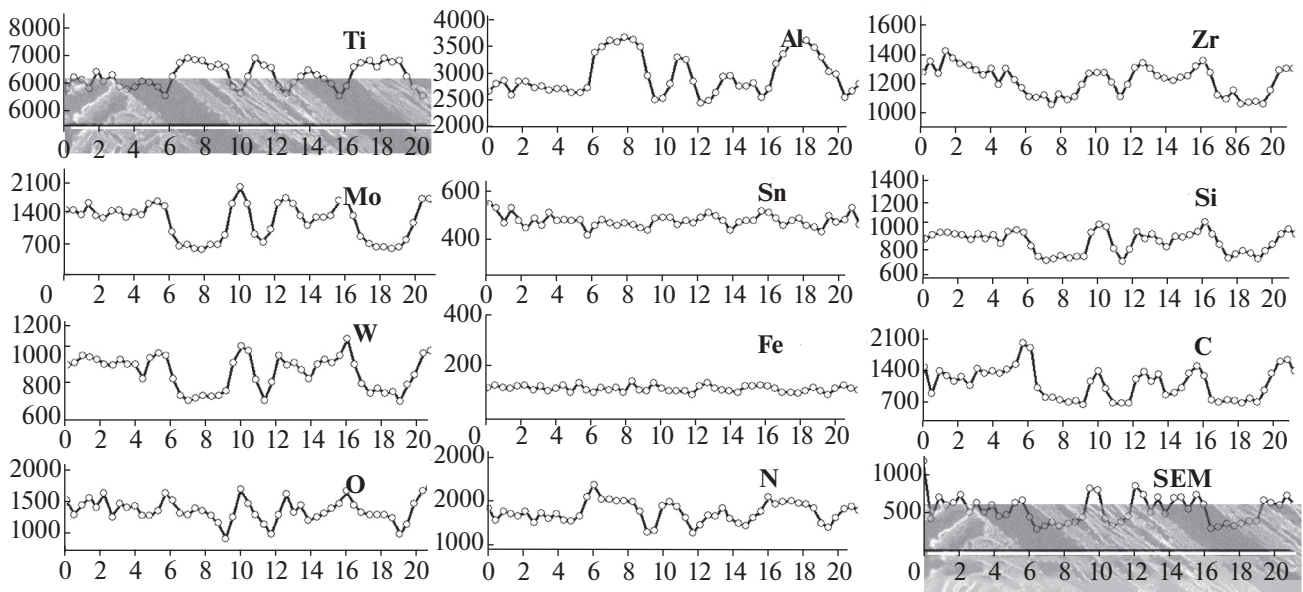


Рис. 8. Профили концентрации (EDX) легирующих элементов в продукте, изготовленном по традиционной технологии из жаропрочного титанового сплава VT25U.

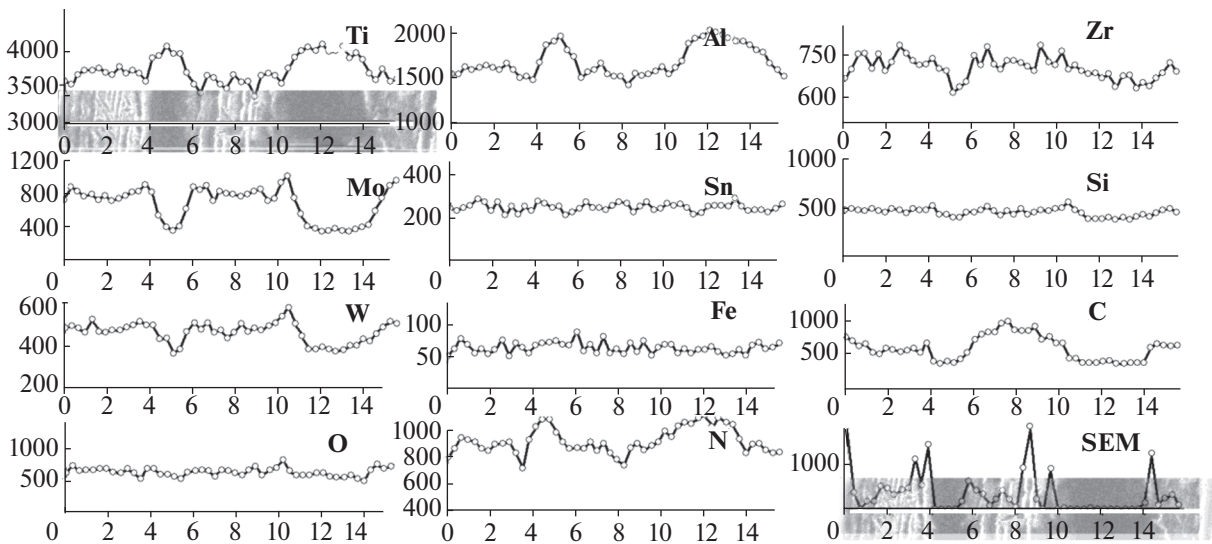


Рис. 9. Профили концентрации (EDX) легирующих элементов в РМ НРП компакте жаропрочного сплава на основе Ti VT25U, полученного с использованием сферического быстрозакаленного PREP порошка, при следующем параметре РМ НРП: НРП – 1000°C.

онной технологии, значение $k_d = 1.39$ более высокое и близкое к равновесному значению, определенному по фазовой диаграмме Ti–Al.

Для Zr в Ti, существует полная взаимная растворимость в жидком состоянии и изоморфных α и β фаз в твердом состоянии. В области малых концентраций, соответствующих исследуемому сплаву (1.99 ат. %), Zr можно отнести к β стабилизаторам. Распределение Zr между α и β фазами характеризуется некоторым обогащением β фазы

($k_d = 0.75$ по фазовой диаграмме Ti–Zr) и согласуется с экспериментальными значениями – более высокие для РМ НРП компактов и более низкое значение в продукте, полученном по традиционной технологии ($k_d = 0.76$) и близкое к равновесному значению, определенному по фазовой диаграмме Ti–Zr.

Важно отметить, что Mo и W – β стабилизаторы ($k_d < 1$) согласно бинарным диаграммам со-

стояния характеризуются сходными фазовыми диаграммами.

Для **Mo в Ti**, который относится к β стабилизаторам существует монотектоидное превращение (реакция $\alpha + \beta_2 \leftrightarrow \beta_1$) при температуре 720°C (ниже 882°C для полиморфного превращения Ti) и предельно низкая растворимость в α фазе, β_1 и β_2 изоморфные твердые растворы ВСС с концентрацией ~15 и более 0.60% ат. Mo, соответственно.

Распределение Mo между α и β фазами характеризуется существенным обогащением β фазы ($k_d = 0.08$ по фазовой диаграмме Ti–Mo).

Для **W в Ti**, который относится к β стабилизаторам существует также монотектоидное превращение (реакция $\alpha + \beta_2 \leftrightarrow \beta_1$) при температуре 740°C (ниже 882°C) и предельно низкая растворимость в α фазе, β_1 и β_2 изоморфные твердые растворы ВСС с концентрацией ~10 и более 0.70% ат. W, соответственно. Распределение W между α и β фазами характеризуется существенным обогащением β фазы ($k_d = 0.06$ по фазовой диаграмме Ti–W).

Предельно низкая растворимость в α фазе дает минимальные значения коэффициентов распределения k_d для Mo, а также W среди легирующих элементов, и экспериментально определенные значения k_d получены выше во всех исследованных состояниях по сравнению с равновесными, соответствующим фазовым диаграммам и более высокие в состояниях РМ НР по сравнению с традиционным состоянием.

Для **C в Ti**, который относится к α стабилизаторам, существует перитектоидное превращение (реакции $\beta + \text{TiC} \leftrightarrow \alpha$) при температуре 932°C (выше 882°C для полиморфного превращения Ti) и соответственно имеет более высокую растворимость в α фазе, чем в β фазе (см. реакцию).

Распределение C между α и β фазами характеризуется существенным обогащением α фазы ($k_d = 1.99$ по фазовой диаграмме Ti–C).

При экспериментальном определении $k_d = C_\alpha/C_\beta$ значения получены ниже не только равновесного значения по фазовой диаграмме, но ниже единицы, что соответствует обогащению не α -, а β -фазы, во всех исследованных состояниях. Более низкие значения $k_d \sim 0.74$ в РМ НР компактах, а в продукте, полученном по традиционной технологии значение $k_d = 0.99$ остается несколько ниже единицы, т.е. C обогащает β -фазу.

Полученные результаты для Mo, W и C свидетельствуют о взаимном влиянии сильных карбидообразующих элементов Mo, W и углерода на их перераспределение между α и β фазами в РМ НР компактах и в продукте полученном по традиционной технологии.

Объяснить полученные результаты можно на основании анализа термодинамики твердого рас-

твора, а именно, химического потенциала или парциальной мольной свободной энергии Гиббса, активности и коэффициента активности [13, 14].

Наличие в твердом растворе многокомпонентных сплавов легирующих элементов, в частности карбидообразующих элементов, оказывает существенное влияние на коэффициент активности углерода в твердом растворе. Наиболее детально изучено влияние легирования на коэффициент активности углерода в аустените [13, 14].

Полученные при исследовании аустенита результаты свидетельствуют о снижении коэффициента активности углерода в аустените при легировании его карбидообразующими металлами. Снижение коэффициента активности углерода при легировании карбидообразующими элементами приводит к увеличению его растворимости.

Таким образом, повышенное содержание Mo W в β фазе приводит к снижению коэффициента активности углерода в β фазе, повышению его растворимости в β фазе и соответственно к снижению содержания углерода в α фазе.

В приближении термодинамики твердых растворов, очевидно, присутствие углерода в α фазе стимулирует повышенное содержание карбидообразующих элементов Mo, W в α фазе, так что экспериментально определенные значения k_d превышают значения, полученные по фазовым диаграммам фазы ($k_d = 0.08$ по фазовой диаграмме Ti–Mo), ($k_d = 0.06$ по фазовой диаграмме Ti–W). Значения k_d для Mo (0.09) и W (0.09) в продукте, полученном по традиционной технологии, и содержание этих элементов в α фазе ниже, чем в компактах полученных по РМ НР технологии (Mo $k_d \sim 0.14$) и (W $k_d \sim 0.20$).

Известно, что указанные элементы оказывают доминирующее влияние на механизмы твердорасворного упрочнения, а также карбидного упрочнения в широком спектре сплавов и сталей.

Для **O в Ti**, который относится к α стабилизаторам, существует перитектическое превращение (реакции $L + \alpha \leftrightarrow \beta$) при температуре 1720°C (выше 882°C для полиморфного превращения Ti) и соответственно имеет более высокую растворимость в α фазе, чем в β фазе. При экспериментальном определении $k_d = C_\alpha/C_\beta$ получены значения ниже, чем по фазовой диаграмме (2.42), что соответствует некоторому обогащению α фазы, во всех исследованных состояниях и более низкие в РМ НР состояниях. В традиционном состоянии значения k_d (1.04) несколько выше, чем в РМ НР, но значения ниже, чем по фазовой диаграмме.

Для **N в Ti**, который относится к α стабилизаторам, существует перитектическое превращение (реакции $L + \alpha \leftrightarrow \beta$) при температуре 2017°C (выше 882°C для полиморфного превращения Ti) и соответственно имеет более высокую растворимость в α фазе, чем в β фазе. При эксперимен-

тальном определении $k_d = C_\alpha/C_\beta$ получены значения ниже, чем по фазовой диаграмме (2.86), что соответствует некоторому обогащению α фазы, во всех исследованных состояниях и более низкие в РМ НР состояниях. В традиционном состоянии значение k_d (1.10) несколько выше, чем в РМ НР, но значения ниже, чем по фазовой диаграмме.

Следует отметить более высокие значения k_d по фазовой диаграмме, что согласуется с экспериментальными значениями k_d для азота по сравнению с кислородом.

Сопоставляя полученные результаты по распределению между α и β фазами углерода, кислорода и азота можно констатировать аналогию поведения кислорода и азота с поведением углерода.

На основе термодинамического анализа влияния легирования Mo, W на углеродный потенциал в твердом растворе и, соответственно, на активность и коэффициент активности, можно объяснить аналогичное влияние Mo, W на поведение кислорода и азота, используя зависимость кислородного и азотного потенциала от легирования твердого раствора.

Полученные результаты свидетельствуют о сходном взаимном влиянии легирующих элементов Mo, W и примесей C, O, N на их перераспределение между α и β фазами в РМ НР компактах и в продукте полученном по традиционной технологии, определяющем более высокую прочность РМ НР компактов по сравнению с продуктом, полученном по традиционной технологии.

Для N в Ti, который относится к β стабилизаторам существует эвтектоидное превращение (реакция $\alpha + \delta \leftrightarrow \beta$) при температуре 300°C (ниже 882°C для полиморфного превращения Ti) и растворимость в α фазе (10 ат. %), δ фаза – инконгруэнтный гидрид с областью гомогенности по водороду ~15 ат. %. Распределение N между α и β фазами характеризуется обогащением β фазы (β -стабилизатор N $k_d = 0.17$ по фазовой диаграмме Ti–N) и с экспериментально в работе не определялся.

Для Fe в Ti, который относится к β стабилизаторам существует эвтектоидное превращение (реакция $\alpha + Ti_2Fe \leftrightarrow \beta$) при температуре 595°C (ниже 882°C для полиморфного превращения Ti) и низкая растворимость в α фазе, Ti_2Fe инконгруэнтное интерметаллическое соединение FCC [15].

Следует отметить существенное превышение экспериментального значения $k_d \sim 0.82$ для Fe во всех исследованных состояниях по сравнению со значением $k_d = 0.14$, полученным по бинарной фазовой диаграмме Ti–Fe. Значительное повышение содержание Fe в α фазе обусловлено влиянием легирования исследованного сплава цирконием (1.99 ат. % – второй по количеству легирующий элемент после Al). Распределение Zr между α и β фазами характеризуется некоторым обогащением

β фазы (β -стабилизатор Zr $k_d = 0.75$ по фазовой диаграмме Ti–Zr) и согласуется с экспериментальными значениями. В сплавах циркония с добавками Fe установлено образование прочного интерметаллического соединения циркония $ZrFe_2$. Таким образом, обладая высоким химическим сродством, цирконий приводит к повышению содержания Fe в α фазе и, соответственно, к шестикратному увеличению экспериментального значения k_d по сравнению с бинарной диаграммой Ti–Fe [15].

Для Si в Ti, который относится к β стабилизаторам существует эвтектоидное превращение (реакция $\alpha + Ti_3Si \leftrightarrow \beta$) при температуре 862°C (ниже 882°C для полиморфного превращения Ti) и предельно низкая растворимость в α фазе (0.5 ат. %), Ti_3Si инконгруэнтное интерметаллическое соединение.

Следует отметить, что в работе [16] установлено существенное дестабилизирующее влияние присутствия таких примесей, как углерод и кислород на образование Ti_3Si . Существенно более низкие значения k_d Si для всех исследованных состояний (~0.25) по сравнению со значением $k_d = 0.40$, полученным по бинарной диаграмме Ti–Si, очевидно, обусловлено подавлением образования Ti_3Si за счет присутствия примесей углерода и кислорода в α фазе [16].

Для Sn в Ti, в области малых концентраций, соответствующих исследуемому сплаву (0.81 ат. %), Sn относится к β стабилизаторам. Распределение Sn между α и β фазами характеризуется минимальным среди всех легирующих элементов обогащением β фазы ($k_d = 0.84$ по фазовой диаграмме Ti–Sn) и согласуется с экспериментальными значениями – более высокие для РМ НР компактов и более низкие значения в продукте, полученном по традиционной технологии ($k_d = 0.85$) и по сравнению с РМ НР компактами более близкое к равновесному значению, определенному по фазовой диаграмме Ti–Sn. Следует отметить, что в связи с невысоким обогащением β фазы Sn ($k_d = 0.84$) как и Zr ($k_d = 0.75$) и не существенным влиянием на температуру $\alpha \leftrightarrow \beta$ -превращения, Zr и Sn – способствующие повышению характеристик прочности, жаропрочности, относят к *нейтральным* упрочнителям.

Таким образом, на основании анализа экспериментальных EDX-результатов по определению значений коэффициентов распределения легирующих элементов между α и β фазами ($k_d = C_\alpha/C_\beta$) и сопоставление с равновесными значениями коэффициентов распределения легирующих элементов, определенными по бинарным фазовым диаграммам обнаружено экстремальное поведение значений коэффициента распределения легирующих элементов между α и β фазами (k_d) в продукте, полученном по традиционной техноло-

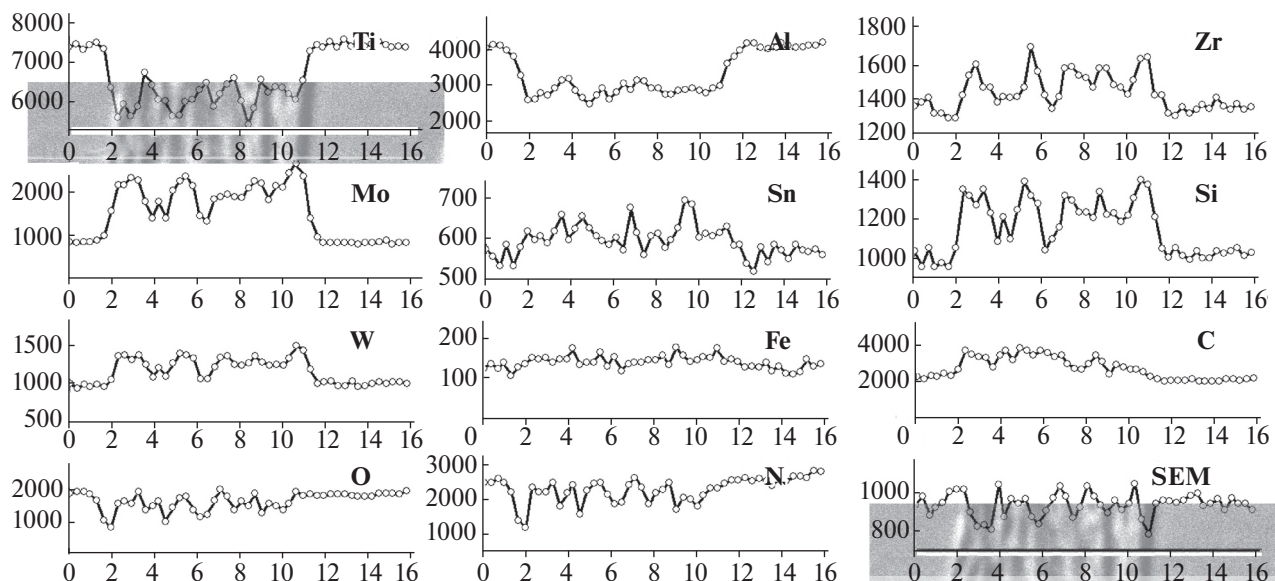


Рис. 10. Профили концентрации (EDX) легирующих элементов в сферической частице (грануле) быстро закаленного PREP порошка, термообработанного при 920°C в течение 24 ч.

гии, по сравнению с РМ НРП компактами. Экстремальные значения (k_d) в традиционном продукте по сравнению с РМ НРП компактами — означает более близкие значения к равновесным значениям коэффициента распределения k_d , рассчитанным по бинарным фазовым диаграммам.

Для объяснения полученного результата предложена обобщенная схема равновесной фазовой диа-

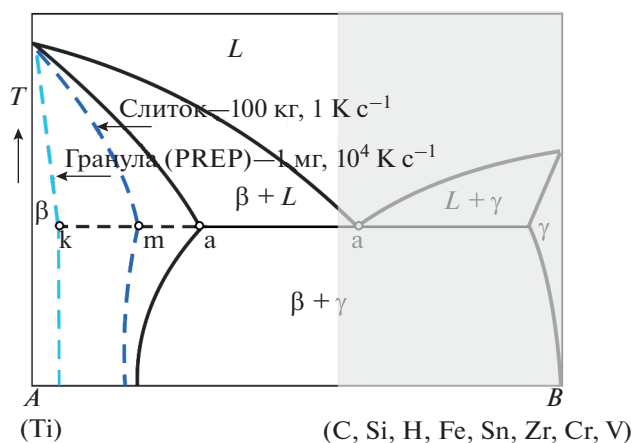


Рис. 11. Обобщенная схема равновесной фазовой диаграммы (черные сплошные линии) с неравновесными линиями солидус и сольвус (синие тонкие пунктирные линии) соответственно, для легирующих элементов с $k_0 < 1$, определяющих формирование концентрационного переохлаждения и, следовательно, дендритный рост при затвердевании, поясняющая более значительную степень отклонения от равновесного состояния при затвердевании PREP порошка (гранулы) по сравнению со традиционным слитком.

граммы (рис. 11) с неравновесными линиями солидус и сольвус для легирующих элементов с $k_0 < 1$, определяющих формирование концентрационного переохлаждения и, следовательно, дендритный рост при затвердевании, поясняющая более значительную степень отклонения от равновесного состояния при затвердевании PREP порошка (гранулы) по сравнению со слитком, которое достигается в существенно меньшей степени при последующих термической обработке и НРП по сравнению с продуктом, изготовленным по традиционной технологии обработки слитка. Дендритную сегрегацию легирующих элементов с $k_0 < 1$ в титановых сплавах иногда называют бета-пятнами (Beta Fleck) [17].

В табл. 4 приведены значения коэффициентов распределения $k_0 = C_S/C_L$ для легирующих элементов, рассчитанные по бинарным фазовым диаграммам для жаропрочного ($\alpha + \beta$) сплава на основе титана VT25U. Элементы, понижающие температуру плавления титана, формирующие концентрационное переохлаждение и, соответственно, стимулирующие дендритную кристаллизацию, и имеющие значения $k_0 < 1$ — C, Si, H, Fe, Sn, Zr. Элементы, повышающие температуру плавления титана, имеющие значения $k_0 > 1$ и, соответственно, обогащающие дендритные оси — Al, Mo, W, O, N.

Предложенная схема успешно позволила трактовать аналогичные результаты сравнительного исследования структуры и механических свойств РМ НРП компактов и изделий из жаропрочных легированных сталей и никелевых суперсплавов и аналогичных продуктов, полученных по традици-

Таблица 4. Расчетные по бинарным фазовым диаграммам коэффициенты распределения легирующих элементов между твердой S и жидкой (расплав) L фазами $k_0 = C_S/C_L$ при затвердевании в исследованном жаропрочном ($\alpha + \beta$) сплаве на основе титана VT25U

Элемент	Al	Mo	Zr	Sn	W	Si	Fe	C	O	N	H
$k_0 = C_S/C_L$	1.05	1.40	0.77	0.81	2.66	0.30	0.56	0.43	1.81	1.46	0.53
$k_0 < 1$			Zr	Sn		Si	Fe	C			H
$k_0 > 1$	Al	Mo			W				O	N	

Таблица 5. Механические свойства изделия, изготовленного по традиционной технологии и РМ HIP компактов исследуемого сплава на основе титана VT25U

Продукты	σ_B , МПа	δ , %	ψ , %	KCU, кДж/см ²
Традиционная технология	118.3	13	25.5	31
HIP – 920°C	126.5	11.1	22.2	28
HIP – 1000°C	129.5	5.5	7.5	26
1000°C+ HIP – 920°C	130.8	9.27	16.2	27

онной технологии обработки слитка [17–20]. Предложенная выше обобщенная схема равновесной фазовой диаграммы с неравновесными линиями солидус и сольвус для легирующих элементов с $k_0 < 1$, определяющих формирование концентрационного переохлаждения и, следовательно, дендритный рост успешно применена для легированных сталей в работе [20].

На рис. 12 приведена зависимость размерного параметра дендритной структуры SDAS от скорости охлаждения при кристаллизации слитков титановых сплавов по отношению к системам легированных сталей [17], которая подтверждает об-

щий характер зависимости размерного параметра дендритной структуры от скорости охлаждения при затвердевании легированных сталей и жаропрочных титановых сплавов в широком интервале – от крупных промышленных слитков до дисперсных быстрозакаленных PREP порошков.

Механические свойства традиционного продукта и РМ HIP компактов жаропрочного сплава на основе Ti VT25U, полученных с использованием сферического быстрозакаленного порошка, полученного PREP методом, в зависимости от температуры HIP, а также в результате предварительной

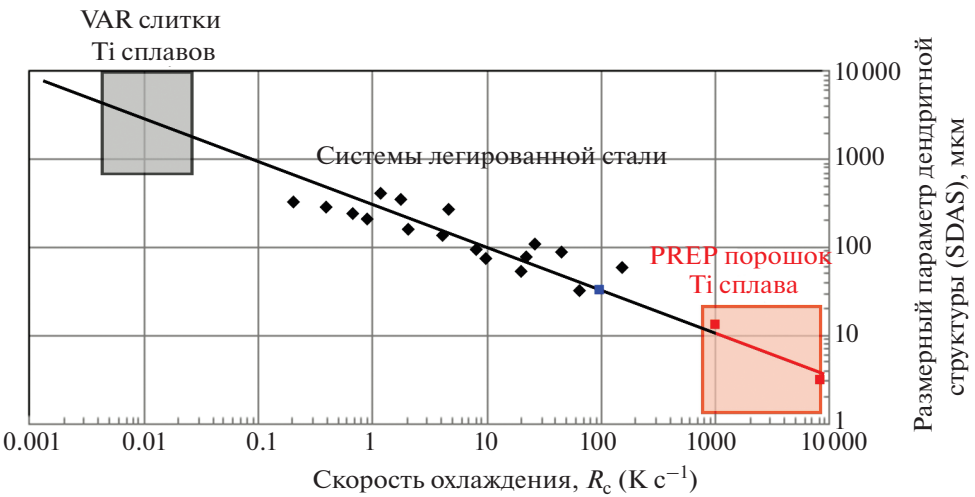


Рис. 12. Зависимость размерного параметра дендритной структуры SDAS от скорости охлаждения при кристаллизации слитков титановых сплавов по отношению к системам легированных сталей [17]. Красным цветом выделены результаты данной работы по исследованию дендритной структуры гранул быстрозакаленного PREP порошка сплава VT25U.

термообработки быстрозакаленного PREP – порошка приведены в табл. 5.

Установлена корреляция особенностей микро-структуры и механических свойств продукта, изготовленного по традиционной технологии и РМ НР компактов исследуемого сплава на основе титана VT25U.

Продукт, изготовленный по традиционной технологии, имеет меньшее значение предела прочности и несколько более высокие параметры пластичности по сравнению с РМ НР компактами. Этот результат хорошо коррелирует с особенностями распределения углерода и карбидо-образующих легирующих элементов. РМ НР компакт имеет более гладкий углеродный профиль, чем традиционный продукт. Это согласуется с наличием высокодисперсных выделений карбидов в РМ НР компактах в результате использования быстрозакаленного PREP-порошка.

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено сравнительное исследование особенностей структуры и механических свойств РМ НР компактов жаропрочного $\alpha+\beta$ сплава на основе Ti, полученных с использованием сферических частиц (гранул) быстрозакаленного PREP порошка, и аналогичного продукта, изготовленного по традиционной технологии.

Основные результаты исследования определены следующим образом:

1. Продукт, изготовленный по традиционной технологии, и РМ НР компакты исследуемого сплава на основе Ti, изготовленные с использованием PREP-порошка, характеризуются образованием ($\alpha + \beta$) микроструктуры, особенности которой зависят от температуры НР и предварительной термообработки быстрозакаленного PREP порошка.

2. Разработанный метод глубокого травления позволяет наблюдать зернограницную структуру в традиционном продукте и наследственную гранульную структуру, как важную особенность микро-структуры РМ НР компактов, а также эффект собирательной рекристаллизации при температуре 1000°C в традиционном продукте.

3. Выявлено влияние вакуумной термообработки и температуры НР консолидации в областях ($\alpha + \beta$)- и β -фазы на закономерности формирования структуры РМ НР компактов жаропрочного сплава на основе титана. Особенности микро-структуры, такие как пластинчатая, бимодальная микро-структура, размер зерна, выявлены и подробно изучены в РМ НР компактах и в образцах продукта, полученного по традиционной технологии.

4. Установлено существенное перераспределение легирующих элементов между первичной α_p и преобразованной β_t фазами по результатам

EDX-исследования распределения легирующих элементов в виде EDX-карт и EDX-профилей концентрации легирующих элементов в традиционном продукте и в РМ НР компактах жаропрочного сплава на основе Ti.

5. Экспериментально определены значения коэффициентов распределения легирующих элементов между α и β фазами ($k_d = C_\alpha/C_\beta$) по результатам EDX анализа. Проведен анализ бинарных фазовых диаграмм и определены равновесные значения коэффициенты распределения легирующих элементов между α_p и β_t фазами ($k_d = C_\alpha/C_\beta$).

6. Обнаружено и детально изучено экстремальное поведение значений коэффициента распределения легирующих элементов между α и β фазами (k_d) в продукте, полученном по традиционной технологии, по сравнению с РМ НР компактами. Экстремальные значения (k_d) в традиционном продукте по сравнению с РМ НР компактами – означают более близкие значения к равновесным значениям коэффициента распределения k_d , рассчитанным по бинарным фазовым диаграммам.

7. Обогащение β -фазы – Mo, W, Zr, Si и α -фазы Al установлено в традиционном продукте и в РМ НР компактах. Важно отметить, что углерод, согласно фазовой диаграмме Ti-C, должен обогащать α -фазу. Полученный результат, по-видимому, определяется высокой концентрацией Mo в β_t -фазе. Коэффициент распределения $k_d = C_\alpha/C_\beta$ для легирующих элементов подтверждает значительно большее разделение Mo и W в традиционном продукте по сравнению с РМ НР компактами, которые являются сильными карбидообразующими элементами.

8. Важной особенностью распределения углерода в β -фазе РМ НР компактов является значительно более плавный профиль концентрации углерода по сравнению с продуктом, изготовленным по традиционной технологии. Этот результат, очевидно, обусловлен высокодисперсными выделениями карбидов в РМ НР компактах в результате использования быстрозакаленного PREP-порошка.

9. Установлены особенности корреляции микро-структуры традиционного изделия и РМ НР-компактов титанового сплава VT25U и механических свойств. Значения предела прочности РМ НР компактов значительно выше, чем предел прочности на растяжение изделия, изготовленного по традиционной технологии. Известно, что размер выделений карбидов является основным параметром, определяющим упрочнение сталей и сплавов, содержащих углерод.

10. Проведено сопоставление результатов сравнительного исследования структуры и механических свойств РМ НР компактов, полученных с использованием быстрозакаленных PREP порошков, и изделий, полученных по традицион-

ной технологии из коррозионно-стойких сталей и никелевых суперсплавов с целью подтверждения общего характера закономерностей формирования дендритной структуры при кристаллизации крупных промышленных слитков и быстрозакаленных PREP порошков и роли последующих операций PM HIP и термомеханической обработки слитков по традиционной технологии.

11. Скорость охлаждения при затвердевании является доминирующим фактором в формировании окончательного структурно-фазового состояния (состава α и β фаз в сплаве Ti) и, следовательно, является ключевым наследственным технологическим параметром, определяющим структурно-фазовое состояние с большей степенью распада твердого раствора и выделения избыточных фаз и повышенный уровень механических свойств PM HIP компактов по сравнению с продуктом, полученным по традиционной технологии.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. *Leyens Ch., Peters M. (Eds.)* Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications. 2003. Weinheim: Wiley-Vch Verlag.
2. *Guo R.P., Xu L., Wu J., Yang R., Zong B.Y.* // *Sci. Eng. A*. 2015. V. 639. P. 327.
<https://doi.org/10.1007/s11837-019-03612-7>
3. *Shulga A.V.* An Investigation of the Microstructure and Mechanical Properties of the PM HIP Compacts of the High Temperature Ti-Based Alloy Fabricated Using the Rapidly Quenched Powder Produced by PREP-Technique. *Proc. Euro PM 2020: European Conference on Powder Metallurgy*. 2020.
4. *Guo R., Xu L., Zong B.Y., Yang R.* // *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)*. 2017. V. 30 (8). P. 735.
5. *Zhang K., Mein J., Wai N., Wu X.* // *Metall. Mater. Trans. A*. 2010. V. 41. P. 1033.
6. *Lu S.L., Todaro C.J., Sun Y.Y., Song T., Brandt M., Qian M.* // *J. Mater. Sci. Technol.* 2022. V. 113 (20). P. 14–21.
<https://doi.org/10.1016/j.jmst.2021.10.021>
7. *Ng C.H., Bermingham M.J., Yuan L., Dargusch M.S.* // *Acta Mater.* 2021. V. 224. P. 117511.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117511>
8. *Oak J., Inoue A.* // *Mater. Sci. Eng. A*. 2007. V. 449–451. P. 220–224.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.02.307>
9. *Amherd A., Frykholm H. R., Ebel T., Pyczak F.* // *Adv. Eng. Mater.* 2017. V. 19 (6). P. 1600743.
<https://doi.org/10.1002/adem.201600743>
10. *Paramore J.D., Fang Z.Z., Sun P., Koopman M., Chandran K.S.R., Dunstan M.* // *Scr. Mater.* 2015. V. 107. P. 103–106.
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.05.032>
11. *Liu L.H., Yang C., Kang L.M., Long Y., Xiao Z.Y., Li P.J., Zhang L.C.* // *Mater. Sci. Eng. A*. 2016. V. 650. P. 171.
12. *Sun P., Fang Z., Zhang Y., Xia Y.* // *J. Minerals Met. Mater. Soc.* 2017. V. 69. P. 1853.
<https://doi.org/10.1007/s11837-017-2513-5>
13. *Lupis C.H.P.* Chemical Thermodynamics of Materials. 1983. New York: North-Holland.
14. *Mitte-meijer E.J., Slycke J.T.* // *Surf. Engin.* 1996. V. 12 (2). P. 152.
<https://doi.org/10.1179/sur.1996.12.2.152>
15. *O'Kelly P., Watson A., Schmidt G., Galetz M., Knowles A.J.* // *J. Phase Equilib. Diffus.* 2023. V. 44. P. 738–750.
<https://doi.org/10.1007/s11669-023-01066-8>
16. *Wakelkamp W. J. J., van Loo F. J. J., Metselaar R.* // *J. Eur. Ceram. Soc.* 1991. V. 8 (3). P. 135–139.
[https://doi.org/10.1016/0955-2219\(91\)90067-A](https://doi.org/10.1016/0955-2219(91)90067-A)
17. *Kelkar K., Mitchell A.* // *MATEC Web Conf.* 2020. V. 321. P. 10001.
<https://doi.org/10.1051/mateconf/202032110001>
18. *Shulga A.V.* // *J. Nucl. Mater.* 2013. V. 434. P. 133–140.
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2012.11.008>
19. *Shulga A.V.* // *Proc. World PM2022 Congr. and Exhib.* 9–13 Oct., 2022. Lyon, France. High Temperature Applications. P. 1–6.
20. *Шульга А.В.* // *Ядерная физика и инжиниринг*. 2024. Т. 15 (2). С. 116–132. [*Shulga A.V.* // *Phys. At. Nucl.* 2023. V. 86 (9). P. 1998–2012.
<https://doi.org/10.1134/s1063778823090235>
<https://doi.org/10.56304/S2079562923010268>

Comparative Study of the Structure and Mechanical Properties of PM HIP Compacts Manufactured Using Rapidly Quenched PREP Powder and a Product Made Using Traditional Technology from a Heat-Resistant Titanium-Based Alloy

A. V. Shulga*

National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, 115409 Russia

*e-mail: avshulga@mephi.ru

Received July 15, 2024; revised July 17, 2024; accepted July 19, 2024

Abstract—A comparative study of the structure of PM HIP compacts made using spherical particles (granules) of rapidly quenched PREP powder of a heat-resistant $\alpha + \beta$ Ti based alloy and a similar product manufactured using traditional technology has been carried out. Multi-scale study of the microstructure of PM HIP compacts and analogous product manufactured using traditional technologies has been performed by metallography, SEM, TEM, EDX and OIM. The influence of vacuum heat treatment and temperature consolidation of HIP in the regions of ($\alpha + \beta$) and β phases on the regularities of the structure formation of PM HIP com-

pacts of the heat-resistant titanium-based alloy has been revealed. Features of microstructures such as lamellar, bimodal microstructure, and grains have been detected and studied in detail in PM HIP compacts and in product obtained by traditional technology. The extreme behavior of the distribution coefficient k_d of alloying elements between the α and β phases in the product obtained using traditional technology, in comparison with PM HIP compacts, has been discovered and studied in detail. Analysis of the obtained result, in comparison with the results of a comparative study of the structure and properties of PM HIP compacts obtained using rapidly quenched PREP powders, and products obtained using traditional technology from corrosion-resistant steels and nickel superalloys, has allowed the following important conclusion. The cooling rate during solidification is the dominant factor in the formation of the final structural-phase state (composition of α and β phases in the Ti alloy) and, therefore, is a key hereditary technological parameter that determines the structural-phase state and the increased level of mechanical properties of PM HIP compacts compared to the product obtained using traditional technology.

Keywords: heat-resistant ($\alpha + \beta$) Ti-based alloy, rapidly quenched PREP powder, PM HIP, metallurgy of granules, traditional technology, structure, segregation of alloying elements, mechanical properties