

УДК 621.74

**Рентгеноструктурные исследования аддитивно полученного образца титанового сплава
Ti-6Al-4V при газофазном наводороживании**

К.Д. Камелина

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. А.В. Панин
Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050
E-mail: kdk11@tpu.ru

XRD analysis of the additively obtained Ti-6Al-4V sample during its gas-phase hydrogenation

K.D. Kamelina

Scientific Supervisor: Prof., Dr. A.V. Panin
Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050
E-mail: kdk11@tpu.ru

Abstract. *The microstructure of 3D-printed titanium Ti-6Al-4V alloy sample obtained by wire-feed electron beam additive manufacturing was studied using optical microscopy. Phase transitions in the sample under hydrogenation were investigated using XRD analysis. Comparative analysis of sample's structure before and after hydrogenation at 450 °C was performed using transmission electron microscopy. Features of titanium hydride formation in additively obtained Ti-6Al-4V sample were discussed.*

Key words: *additive technologies, EBAM, titanium Ti-6Al-4V alloy, X-Ray Diffraction analysis, in situ investigations.*

Введение

Одним из наиболее перспективных материалов для аддитивных технологий (АТ) является титан и его сплавы [1], и, в частности, сплав Ti-6Al-4V. Однако из-за постоянного теплового воздействия и неравномерного охлаждения в процессе аддитивного производства, изделия, полученные АТ из титановых сплавов, по структуре отличаются от традиционно полученных изделий. Следует ожидать, что взаимодействие аддитивно полученных титановых сплавов с активными газами, в том числе с водородом, также будет иметь свои особенности. Для расширения возможностей по применению аддитивно полученных титановых сплавов следует изучать их структуру в конкретных условиях, возникающих на практике, в том числе в средах, насыщенных водородом. Целью работы является рентгеноструктурное исследование аддитивно полученного образца титанового сплава Ti-6Al-4V при газофазном наводороживании.

Экспериментальная часть

3D-напечатанный брусок в форме параллелепипеда с размерами 18×12×60 мм был получен плавлением проволоки Ti-6Al-4V в вакууме $1,3 \times 10^{-3}$ Па электронной пушкой с плазменным катодом при ускоряющем напряжении 30 кВ на подложке из нержавеющей стали 12X18H10T, ток пучка составлял 46 мА, скорость печати – 19,5 мм/с. Из 3D-напечатанного бруска методом электроискровой резки был вырезан образец 5×5×0,1 мм. Аттестация микроструктуры образца до наводороживания произведена на оптическом микроскопе Zeiss Axiovert 40 MAT. Образцы Ti-6Al-4V предварительно нагревали до 450 °C со скоростью а затем насыщали водородом в течение 90 минут. Исследования структуры образца после наводороживания проводили методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEM-2100F (JEOL) с приставками GATAN (JEOL) и EDS-анализа (JEOL).

Результаты

Зёрненная структура 3D-напечатанного образца Ti-6Al-4V до наводороживания состояла из первичных зерен β -фазы, размеры которых варьировались в пределах 150–250 мкм (рис. 1, а). Внутри первичных зёрен β -фазы наблюдались пластины α -Ti (рис. 1, б), их продольные размеры достигали 30 мкм.

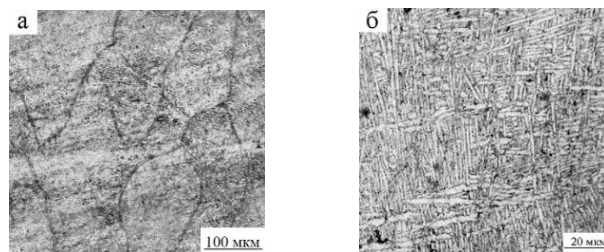


Рис. 1. Оптические изображения зёрненной структуры (а) и пластин α -Ti (б) 3D-напечатанного образца Ti-6Al-4V до наводороживания

На рис. 2 представлены дифрактограммы образца Ti-6Al-4V. Из рис. 2, а видно, что, нагрев образца не привёл к перераспределению интенсивности рентгеновских пиков, то есть объёмная доля фаз не изменилась. Как видно из рис. 2, б и табл. 1, после 28 минут наводороживания в образце Ti-6Al-4V развиваются фазовые превращения, проявляющиеся, прежде всего, в снижении интенсивности рентгеновских пиков α -Ti. Кроме того, после α'' -фаза образуется из α -Ti и затем превращается в β -Ti. Последнее подтверждается одновременным увеличением интенсивности пика β -Ti (110) и уменьшением интенсивности пика α'' -Ti (020).

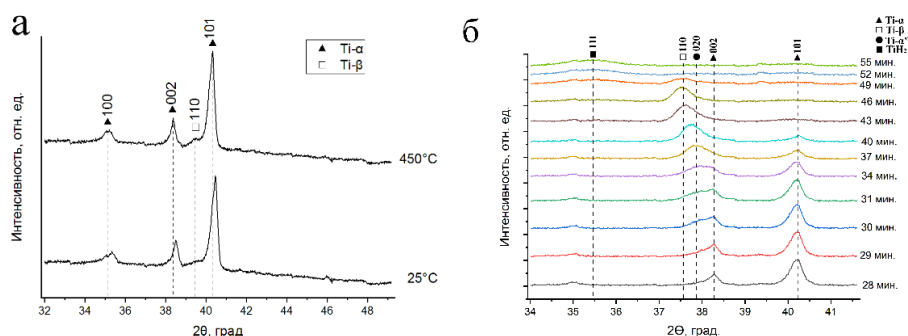


Рис. 2. Дифрактограммы 3D-напечатанного образца Ti-6Al-4V до и после нагрева (а) и в процессе газофазного наводороживания при температуре 450 °C (б)

Таблица 1

Объёмная доля фаз в 3D-напечатанного образца Ti-6Al-4V, определенная
в различные времена его наводороживания

Время, мин	Объёмная доля, %			
	α -Ti	β -Ti	α'' -Ti	TiH ₂
0	94,6	5,4	0	0
28	94,6	5,4	0	0
30	85,9	4,1	10,0	0
34	68,2	1,9	29,8	0
37	39,2	23,4	37,4	0
40	24,6	42,4	33,0	0
43	19,6	57,8	22,6	0
46	9,8	75,2	15,0	0
49	0	73,6	0	26,4
55	0	0	0	100

Возникновение орторомбической α'' -фазы, не характерной для традиционно полученного сплава Ti-6Al-4V, в процессе наводороживания может быть связано с эффектом разделения легирующих элементов в титановом сплаве, при котором локальная концентрация β -стабилизирующих элементов оказывается достаточно высокой для образования орторомбической α'' фазы, но недостаточной, чтобы стабилизировать β фазу, а также наличием микронапряжений в образце, появившихся в процессе 3D-печати образца.

Дальнейшее наводороживание (после 47 минут) приводит к полному исчезновению рефлексов α'' -Ti. В этот же момент интенсивность рефлекса (110) фазы β -Ti достигает своего максимума. После 52 минут гидрирования, когда образец поглотил количество водорода, превышающее предел растворимости в β -фазе (1,5 % [2]), на дифрактограммах появляется новый рефлекс, соответствующий фазе TiH_2 (111). При дальнейшем гидрировании данная фаза стабилизируется, и после 55-й минуты β -титан полностью переходит в стабильный гидрид.

Металлографические исследования образца после наводороживания выявили неоднородность зёрненной структуры (рис. 3, а). На оптическом изображении также наблюдаются растрескивания, образовавшиеся в процессе поглощения водорода. Просвечивающая электронная микроскопия позволила выявить наличие в образце вытянутых частиц гидрида титана, продольные размеры которых варьируются в пределах 20–150 нм (рис. 3, б). Частицы гидрида встречаются как внутри кристаллов α -Ti, так и внутри кристаллов β -Ti. Размеры частиц гидрида ограничены размером кристаллов той фазы, в которой они образуются.

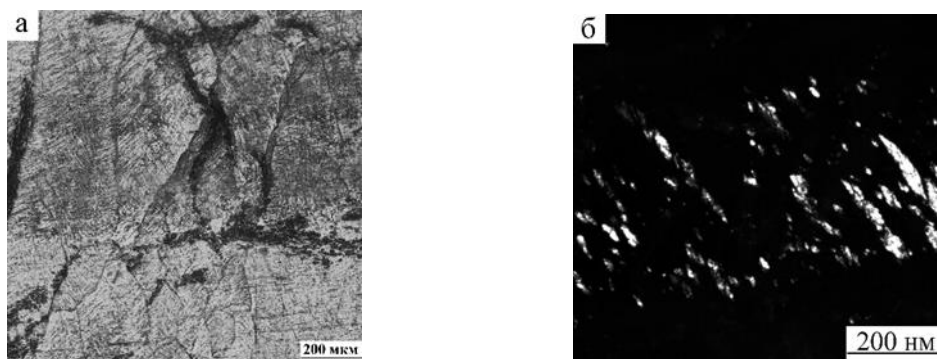


Рис. 3. Оптическое изображение зёрненной структуры (а) и ПЭМ-изображение в тёмном поле частиц TiH_2 3D-напечатанного образца Ti-6Al-4V после наводороживания

Заключение

На основе проделанной работы сделаны следующие выводы:

1. Показано, что в исследуемом образце при температуре 450 °С и водородном насыщении наблюдается следующая серия фазовых переходов: $\alpha + \beta \rightarrow \alpha + \beta + \alpha'' \rightarrow \beta + \delta \rightarrow \delta$, где δ – фаза гидрида титана TiH_2 .
2. Анализ электронно-микроскопических изображений аддитивно полученного образца Ti-6Al-4V после наводороживания показал, что размеры кристаллов гидрида титана, формирующихся при наводороживании, ограничены размерами кристаллов той фазы, в которой они образуются.

Список литературы

1. Польшкин И.С. Аддитивные технологии титановых сплавов // Технология лёгких сплавов. – 2015. – № 3. – С. 11–16.
2. Pei Sun, Z. Zak Fang, Mark Koopman, et al. An experimental study of the (Ti-6Al-4V)-xH phase diagram using in situ synchrotron XRD and TGA/DSC techniques // Acta Materialia – 2015. – № 84. – P. 29–41.