

Применение вакуумного и цветного травления для изучения микроструктуры титановых альфа-сплавов

Сергиенко О.С.[†], Лунев В.В., Бялик Г.А.

[†]olga.s.sergienko@gmail.com

Запорожский национальный технический университет, ул. Жуковского 64, 69063, Запорожье, Украина

Описаны теоретические основы и методика двухступенчатого вакуумного и цветного травления титановых альфа-сплавов. Обоснованы преимущества предложенной методики по сравнению с традиционным химическим травлением.

Ключевые слова: титановый сплав, микроструктура, цветное травление, вакуумное травление.

Vacuum and color etching usage for titanium alpha-alloys structure analysis

O.S. Sergienko, V.V. Lunev, G.A. Bialik

Zaporozhye National Technical University, Zhukovskogo st. 64, 69063, Zaporozhie, Ukraine

Theoretical grounds and method of two-stage vacuum and color etching of titanium alpha-alloys are described. The advantages of proposed methods as opposed to conventional chemical etching are empathized.

Keywords: titanium alloy, microstructure, color etching, vacuum etching.

1. Введение

Микроструктура оказывает непосредственное влияние на механические и усталостные свойства металлов и сплавов. Количественная металлография является одним из самых распространенных способов анализа микроструктуры с целью контроля качества металлических изделий. Традиционные методы подготовки металлических образцов к металлографическим исследованиям включают следующие этапы:

- изготовление образца необходимой формы;
- шлифовка поверхности;
- полировка поверхности;
- обработка поверхности химическим травителем;
- изучение структуры при помощи оптического микроскопа;

— фотосъемка структуры;

— применение количественных методов для определения размеров структурных компонентов и дефектов.

Однако не всегда подобный алгоритм приводит к удовлетворительным результатам, что усложняет проведение качественного и количественного анализа микроструктуры. В некоторых случаях при исследовании альфа-титановых сплавов традиционные методы травления не дают четкой картины границ зерен, что делает невозможным изучение их размеров.

Помимо традиционного метода химического травления существуют альтернативные способы подготовки образцов для металлографического анализа, среди которых вакуумное и цветное травление.

Методы тепловой микроскопии, такие как высокотемпературная вакуумная металлография, основаны на явлениях, связанных с объемными изменениями, которые приводят к соответствующим изменениям геометрического профиля поверхности образца, и на эффекте термического травления. Этот эффект заключается в выявлении структуры металлов и сплавов вследствие испарения в вакууме при достаточно высокой температуре под влиянием поверхностного натяжения. Особенности кристаллической структуры образцов проявляются благодаря неравномерности протекания деформационных процессов в разных структурных элементах.

Методы тепловой микроскопии эффективно используются для:

- получения информации о строении и структурно-чувствительных свойствах материалов в нагретом и охлажденном состоянии в вакууме и различных средах;
- понимания кинетики поверхностных процессов в металлах, связанных с испарением, парообразованием, адсорбцией;
- изучения кинетики фазовых и структурных превращений при нагревании и охлаждении;
- микроструктурного исследования механизмов деформации при различных условиях нагрузки.

Методы цветного травления черных и цветных металлов используются все шире благодаря высокой насыщенности и контрастности результирующих изображений микроструктуры, что облегчает ее качественный и количественный анализ. Цветное изображение микроструктуры достигается за счет применения специальных

травителей или окисления при повышенной температуре.

Для титановых сплавов [1] рекомендуется следующая методика цветного травления. После травления реактивом из 1 мл плавиковой кислоты, 3 мл азотной кислоты и 96 мл воды образец размещается в муфельной печи при температуре 600°C на 3 минуты. После охлаждения на воздухе зерна α -фазы приобретают синий или фиолетовый цвет, а зерна β -фазы — желтый или коричневый цвет. При этом продолжительность цветного травления должна быть достаточно небольшой, чтобы предупредить фазовые превращения. В таком режиме на поверхности титановых сплавов образует оксидный слой толщиной 0,1 мкм [2].

Согласно данным [3] цвет оксидного слоя зависит от температуры и продолжительности окисления, а также от присутствия легирующих элементов. При низких температурах образуются оксиды желтого, синего и фиолетового цветов. А в интервале температур от 500°C до 700°C оксидная пленка приобретает темно-серый оттенок и плотно прилегает к поверхности металла.

Другие исследователи [4] предлагают режимы цветного травления при температурах от 400°C до 700°C продолжительностью до 30 минут.

Во время нагрева в муфельной печи на поверхности титановых образцов одновременно происходят два процесса: формирование оксидной пленки и образование газонасыщенного слоя за счет растворения атомов кислорода в кристаллической решетке титанового сплава и образования твердых растворов кислорода. При этом 70% кислорода тратится на формирование оксидной пленки, а 30% — на насыщение металла кислородом.

В соответствии с диаграммой состояния титан-кислород, растворимость кислорода β -Ti значительно ниже, чем в α -Ti, но при повышении температуры до 1740°C растворимость в высокотемпературной фазе повышается до 6%. Кислород стабилизирует структуру α -Ti при температурах выше точки полиморфного превращения, потому поверхностные слои имеют структуру альфа-титана. В поверхностных зернах бета-фазы образуются иглы альфа-фазы, обедненные элементами, которые стабили-

Таблица 1
Режимы вакуумного травления для образцов из сплавов BT5Л и BT20Л

№	Марка сплава	Состояние образца	Температура травления, °C	Время выдержки, мин.
1	BT5Л	До ГИП	900	15
2	BT5Л	До ГИП	960	10
3	BT5Л	До ГИП	1020	10
4	BT5Л	После ГИП	900	15
5	BT5Л	После ГИП	960	10
6	BT5Л	После ГИП	1020	10
7	BT20Л	До ГИП	960	10
8	BT20Л	До ГИП	1020	10
9	BT20Л	До ГИП	1050	10
10	BT20Л	После ГИП	960	10
11	BT20Л	После ГИП	1020	10
12	BT20Л	После ГИП	1050	10

зируют β -фазу [2].

Условно процесс окисления титановых сплавов можно разделить на 4 этапа [5]:

- адсорбция кислорода;
- зарождение оксида;
- рост линейных размеров оксида;
- образование оксидной пленки.

Нужно заметить, что тонкий оксидный слой присутствует на поверхности титана и при комнатной температуре. За 2 часа оксидная пленка приобретает толщину 17 Å, за 40 суток — 35 Å, за 70 суток — 50 Å, а за 4 года — 250 Å [3].

На поверхности титана сначала образуется одноатомный слой оксида, который имеет гексагональную симметрию, но больше, чем у титана межплоскостное расстояние. Окисление происходит в такой последовательности: $Ti+O \rightarrow TiO \rightarrow Ti_6O \rightarrow Ti_3O \rightarrow Ti_2O \rightarrow Ti_3O_2 \rightarrow TiO \rightarrow Ti_2O_3 \rightarrow Ti_3O_5 \rightarrow TiO_2$ [3].

В соответствии с исследованиями [6] первые визуальные признаки окисления появляются на поверхности титановых сплавов при температуре 300-350°C.

2. Методика и материалы эксперимента

Для изучения влияния горячего изостатического прессования (ГИП) на структуру титановых сплавов применено двухступенчатое вакуумное и цветное травление.

В качестве образцов использованы диски диаметром 15 мм и высотой 5 мм. В торце каждого диска выполнено углубление диаметром 2 мм для измерения его температуры при помощи хромель-алюмелевой термопары. В эксперименте исследованы распространенные в авиационном титановые сплавы BT5Л и BT20Л.

Для вакуумного травления образцы по очереди размещали на ленточном нагревателе, после чего в камере ВУП-5 (рис.1) устанавливали вакуум. После нагрева до необходимой температуры производилась выдержка на протяжении 10—15 минут. Чтобы избежать окисления поверхности, после завершения травления образцы охлаждали в вакуумной камере до температуры 150°C. После напуска воздуха образцы охлаждались до комнатной температуры. Режимы вакуумного травления для разных образцов представлены в таб.1.

Для ручного и автоматического количественного ана-

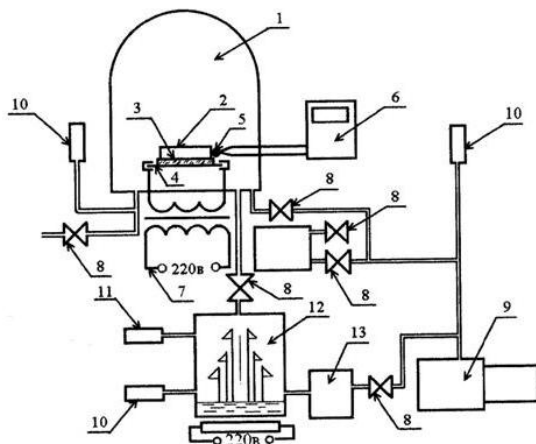


Рис. 1. Схема вакуумного универсального поста ВУП-5.

1 — вакуумная камера; 2 — образец; 3 — слюдяная прокладка; 4 — ленточный вольфрамовый нагреватель; 5 — хромель-алюмелевая термопара; 6 — пирометрический милливольтметр; 7 — трансформатор; 8 — вакуумные клапаны; 9 — механический насос; 10 — термопарный датчик; 11 — ионизационный датчик; 12 — диффузионный паромасляный насос; 13 — вакуумный насос.

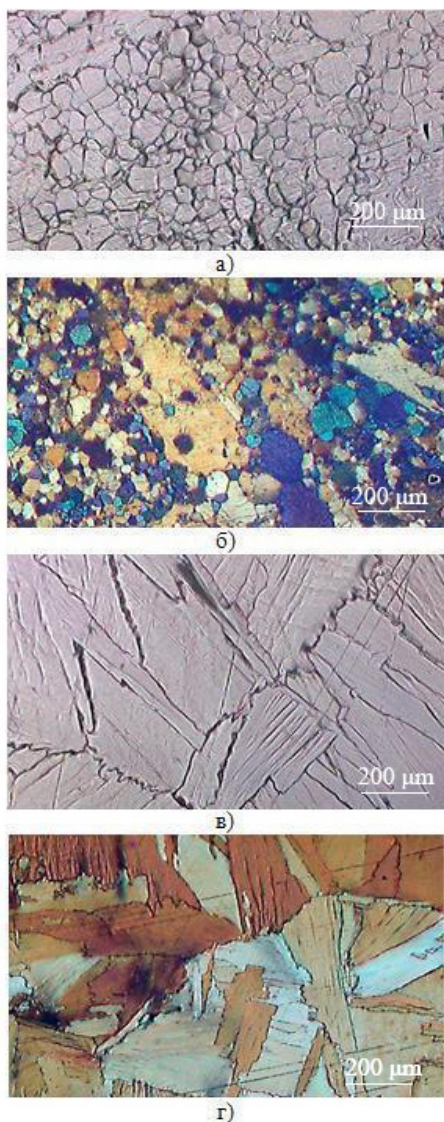


Рис. 2. Микроструктура сплава ВТ5Л после вакуумного (а, в) и цветного (б, г) травления.

лиза структуры титановых сплавов было проведено последующее цветное травление. Образцы помещались на одну минуту в печь сопротивления, нагретую до температуры 600°C. За это время поверхность равномерно окислилась до золотистого цвета.

3. Результаты эксперимента

При изучении под микроскопом выяснилось, что за счет разной скорости окисления зерен с различной кристаллографической ориентацией они приобретают разные оттенки желтого и коричневого цветов. Результаты вакуумного и цветного травления представлены на рис.2.

Яркое и контрастное изображение микроструктуры значительно ускоряет процесс как ручного, так и автоматического количественного анализа при помощи программного пакета ImagePro Plus. Упрощается не только процесс измерения размеров зерен, но и измерение толщины пластин альфа-титана.

Метод двухступенчатого вакуумного и цветного травления титановых сплавов актуален не только для научных исследований, но и для внедрения в производственный процесс. По сравнению с традиционным химическим травлени-

ем, предлагаемый алгоритм обладает следующими преимуществами:

- отсутствие необходимости работы с опасными химическими реагентами, такими как азотная и плавиковая кислота;
- более высокое качество изображения микроструктуры для исследования элементов структуры;
- отсутствие необходимости закупки расходных материалов (реагентов), так как после установки оборудования двухэтапное травление не требует дополнительных материалов;
- возможность варьирования режимов вакуумного и цветного травления для получения оптимального качества изображения микроструктуры для каждого сплава;
- отсутствие необходимости хранения протравленных образцов в эксикаторах для предупреждения окисления поверхности.

Несмотря на достоинства двухступенчатого травления, к недостаткам этого метода можно отнести:

- высокую стоимость оборудования для нагрева образцов в вакууме;
- невозможность применения высоких температур вакуумного травления для деформированных сплавов титана;
- большая продолжительность вакуумного травления для образцов больших размеров.

4. Выводы

Предложенная методика двухступенчатого вакуумного и цветного травления обеспечивает высокое качество изображений микроструктуры при работе с однофазными сплавами титана. Оптимальным режимом вакуумного травления является выдержка на протяжении 10—15 минут при температуре на 60°C ниже температуры полиморфно превращения. Для цветного травления достаточно оставить образцы в открытой печи сопротивления на протяжении одной минуты при температуре 600°C.

Литература

1. L. V. Baranova, E.L. Demina. Metallographic etching of metals and alloys. М.:Metallurgija. (1986) 256 p. (in Russian) [Л.В. Баранова, Э.Л. Демина. Металлографическое травление металлов и сплавов. М.:Металлургия. (1986) 256 с.]
2. E.M. Lazarev, Z.I. Kornilova, N.M. Fedorchuk Titanium alloys oxidation. М.:Nauka. (1985) 139 p. (in Russian) [Э.М. Лазарев, З.И. Корнилова, Н.М. Федорчук Окисление титановых сплавов. Москва, Наука (1985) 139 с.]
3. U. Zwicker. Titanium and its alloys. М.:Metallurgija. (1979) 512 p. (in Russian) [У. Цвиккер. Титан и его сплавы. М.:Металлургия. (1979) 512 с.]
4. G. F. Vander. Voort in ASM Handbook Vol. 9. Metallography and Microstructures ed. by G.F. Vander Voort. The Materials Information Comp. (2004) 493 p.
5. C. Leyens, M. Peters. Titanium and titanium alloys fundamentals and applications. WILEY-VCH GmbH & Co. KGaA. (2003) 513 p.
6. V.N. Moiseyev. Titanium alloys: russian aircraft and aerospace applications. Boca Raton, Taylor & Francys Group. (2006) 207 p.