

СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ И ДИФфуЗИЯ

УДК 669.295: 536.424.1

ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЕ *IN SITU* СИНХРОТРОННОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В 3D-НАПЕЧАТАННЫХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ Ti–6Al–4V И Ti–5Al–3Mo–V

© 2024 г. Т. А. Лобова^{а,*}, А. В. Панин^{а,б}, О. Б. Перевалова^а, М. С. Сыртанов^б

^аИнститут физики прочности и материаловедения СО РАН, Академический пр-т, 2/4, Томск, 634055 Россия

^бНациональный исследовательский политехнический университет, пр-т Ленина, 30, Томск, 634050 Россия

*e-mail: tal@ispms.ru

Поступила в редакцию 01.04.2024 г.

После доработки 13.06.2024 г.

Принята к публикации 20.06.2024 г.

Методом электронно-лучевой проволоочной аддитивной технологии получены образцы из титановых сплавов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V. С помощью оптической, растровой и просвечивающей электронной микроскопии показано, что микроструктура 3D-напечатанных образцов состоит из столбчатых первичных зерен β -фазы, внутри которых формируются мартенситные α' -пластины. Методом высокотемпературной синхротронной рентгеновской дифракции продемонстрировано развитие в сплавах $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta + \alpha''$ -превращений, вызывающих увеличение содержания остаточной β фазы и образование орторомбической α'' -фазы. Распад α' -фазы в образцах Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V начинается при температурах 600 и 400°C соответственно. Интенсивное окисление титановых сплавов внутри высокотемпературной камеры при температуре выше 900°C приводит к снижению объемной доли β - и α'' -фаз, а также подавлению полиморфного $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения.

Ключевые слова: титановые сплавы, электронно-лучевая аддитивная технология, микроструктура, фазовые превращения, синхротронные исследования, рентгеновская дифракция

DOI: 10.31857/S0015323024090108, EDN: KENXBE

ВВЕДЕНИЕ

Благодаря высоким удельной прочности и вязкости, биосовместимости, а также превосходной коррозионной стойкости в условиях повышенных температур, $\alpha + \beta$ -титановые сплавы широко применяются в аэрокосмической промышленности, судостроении, медицине и др. [1, 2].

В настоящее время существует необходимость внедрения аддитивных технологий в различные отрасли промышленности, поскольку благодаря 3D-печати можно сократить время производственного цикла, снизить уровень отходов сырья, создать детали со сложной конфигурацией без дополнительных механических обработок, и, как следствие, существенно снизить стоимость изделий [3]. Для производства крупномасштабных объектов одной из наиболее перспективных технологий 3D-печати является проволоочная электронно-лучевая аддитивная технология

(англ. Electron Beam Additive Manufacturing, сокр. EBAM), с помощью которой можно восстанавливать поврежденные или изношенные детали, а также производить сварные соединения [4–6]. Поскольку процесс EBAM происходит в вакууме, данная технология является наиболее подходящей для формирования изделий из химически активных материалов, таких как титан и сплавы на его основе. Однако в процессе 3D-печати формируется неравновесная микроструктура, которая является следствием высокой скорости охлаждения ванны расплава и многократных циклов нагрева-охлаждения при нанесении последующих слоев [7, 8]. Такая структура может существенно изменяться как при термической обработке [9], так и при механическом воздействии [10, 11], тем самым оказывая существенное влияние на эксплуатационные характеристики 3D-напечатанных изделий.

Синхротронная рентгеновская дифракция в настоящее время является максимально точным

методом для *in situ* исследования структурных и фазовых превращений в материалах. Благодаря своему высокому разрешению данный метод позволяет выявить фазы, объемная доля которых не превышает 1%, и описать механизм их возникновения. Ранее с использованием синхротронной рентгеновской дифракции было показано, что при нагреве как прокатанных, так и 3D-напечатанных образцов титанового сплава Ti–6Al–4V образуется орторомбическая α'' -фаза [12, 13]. Образование α'' -фазы также наблюдали в процессе нагрева прокатанных образцов титанового сплава Ti–5.7Al–1.6V–3Mo [14]. Сравнение результатов работ [12–14] наглядно продемонстрировало, что добавление небольшого количества молибдена оказывает существенное влияние на характер изменения объемной доли α -, α' -, α'' - и β -фаз в процессе нагрева $\alpha+\beta$ -титановых сплавов.

Хорошо известно, что развитие структурно-фазовых превращений в титановых сплавах при термической обработке зависит как от режимов термообработки, так и от содержания легирующих элементов [15]. В работе [16] подробно исследовано влияние содержания молибдена на изменение микроструктуры и механических свойств метастабильных сплавов системы Ti–Mo в процессе термообработки. Показано, что в сплавах Ti–10Mo, Ti–15Mo и Ti–20Mo наблюдали игольчатые α'' -пластины с двойниками, мелкими частицами ω -фазы и β -двойниками, а с увеличением содержания молибдена размер частиц ω -фазы уменьшается. При этом сплавы Ti–10Mo и Ti–15Mo демонстрируют сочетание высокой пластичности и повышенной прочности, тогда как сплав Ti–20Mo демонстрирует низкую пластичность.

Наиболее наглядно роль молибдена в изменении фазового состава $\alpha+\beta$ -титановых сплавов при повышенных температурах можно продемонстрировать при сравнении титановых сплавов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V, имеющих близкий элементный и фазовый состав. Цель данной работы – синхротронные исследования структурно-фазовых превращений в 3D-напечатанных титановых сплавах Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V при нагреве до 1100°C и последующем охлаждении в высокотемпературной камере до комнатной температуры.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

3D-напечатанные заготовки из титановых сплавов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V с размерами 100×15×70 мм были получены на установке для проволочного электронно-лучевого аддитивного производства (ИФПМ СО РАН, Томск, Россия). В процессе 3D-печати использована проволока из титанового сплава Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V диаметром 1.6 и 2 мм соответственно. Проволока подается со скоростью 2 м/мин и под углом 35° к подложке. Процесс проволочного электронно-лучевого аддитивного производства проводится при остаточном давлении в камере не более $5 \cdot 10^{-5}$ Па. Ускоряющее напряжение пучка составляло 30 кВ. Общий химический состав образцов титановых сплавов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V, изготовленных методом EBAM, исследовали с помощью рентгенофлуоресцентного анализатора Thermo Scientific Niton XL3t GOLDD, результаты приведены в табл. 1.

Из центральной части 3D-напечатанных заготовок Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V методом электроэрозионной резки были вырезаны образцы размером 30×30×2 мм для исследования их микроструктуры, элементного и фазового состава. Образцы Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V были ориентированы параллельно направлению роста 3D-напечатанных заготовок. Для металлографических исследований шлифованную и полированную поверхность образцов подвергали предварительному травлению в реагенте Кролла (2% HF, 2% HNO₃, 96% H₂O). Микроструктуру образцов титановых сплавов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V, полученных методом электронно-лучевой проволочной аддитивной технологии, изучали с помощью оптического микроскопа Zeiss Axiovert 40 MAT, просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEM-2100, оснащенного детектором энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDS), сканирующего электронного микроскопа Argeo 8 и дифракции обратно рассеянных электронов (EBSD) с использованием приставки Oxford Instruments Nordlys. Шаг сканирования составлял 100 нм.

Высокотемпературные *in situ* дифракционные исследования на источнике синхротронного излучения проводили на станции “Прецизионная дифрактометрия II” на канале СИ № 6 на-

Таблица 1. Химический состав (мас. %) образцов титановых сплавов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V

Образец	Al	V	Mo	Fe	Cr	Ti
Ti–6Al–4V	5.4	4.2	—	0.1	—	ост.
Ti–5Al–3Mo–V	4.7	1.4	3.5	0.01	0.01	ост.

копителя ВЭПП-3 Института ядерной физики имени Г.И. Будкера СО РАН. При проведении *in situ* дифракционных исследований использовали следующие параметры: длина волны излучения 0.101 нм для Ti–6Al–4V и 0.10084 нм для Ti–5Al–3Mo–V; угловой диапазон по 2θ – 20° – 45° ; время экспозиции 60 с/кадр. Для проведения высокотемпературных экспериментов были подготовлены образцы размером $5 \times 5 \times 1$ мм. Образцы нагревали в высокотемпературной камере, которую откачивали до остаточного давления $2 \cdot 10^{-3}$ Па. Диапазон температур составлял 30 – 1100°C , скорость нагрева $10^\circ\text{C}/\text{мин}$. Температуру образца контролировали с помощью термпары из платины-13% родия.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура 3D-напечатанных образцов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V состоит из столбчатых первичных β -зерен, ориентированных вдоль направления роста изделия (рис. 1а, г) с близкими поперечными размерами (1–2 мм), рост которых обусловлен направленным теплоотводом в процессе кристаллизации ванны расплава. При этом зеренная структура 3D-напечатанных образцов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V в значительной степени различается (рис. 1б, д). Так, в титановом сплаве Ti–6Al–4V столбчатые первичные зерна β -фазы содержат пластины как α -, так и α' -фазы, которые сгруппированы

в пакеты и имеют средний поперечный размер 0.6 мкм (рис. 1б, в). В свою очередь, в титановом сплаве Ti–5Al–3Mo–V формируются более тонкие мартенситные иглы α' -фазы со сложной корзинчатой структурой (рис. 1д, е). Средний поперечный размер игл составляет 0.35 мкм. Согласно ПЭМ-исследованиям, между пластинами/иглами α/α' фазы наблюдаются прослойки остаточной β -фазы, средний поперечный размер которых в 3D-напечатанных образцах сплавов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V составляет 100 и 120 нм соответственно (рис. 1в, е).

Известно [17], что мартенситная α' -фаза имеет две морфологии: реечную и игольчатую. Первую можно наблюдать в сплавах с низким содержанием β -стабилизаторов, вторая же характерна для сплавов с высоким содержанием β -стабилизаторов, приводящих к снижению температуры мартенситного превращения. Поскольку исследованные 3D-напечатанные образцы Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V характеризуются близким содержанием легирующих элементов, то наблюдаемые различия их микроструктуры позволяют наглядно продемонстрировать роль молибдена в мартенситной морфологии α' -фазы.

Данные EDS, представленные в табл. 2, показывают, что вследствие высокой скорости кристаллизации ванны расплава в 3D-напечатанных образцах Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V присутствуют области α/α' -фазы с повышенным содержанием ванадия и молибдена, а так-

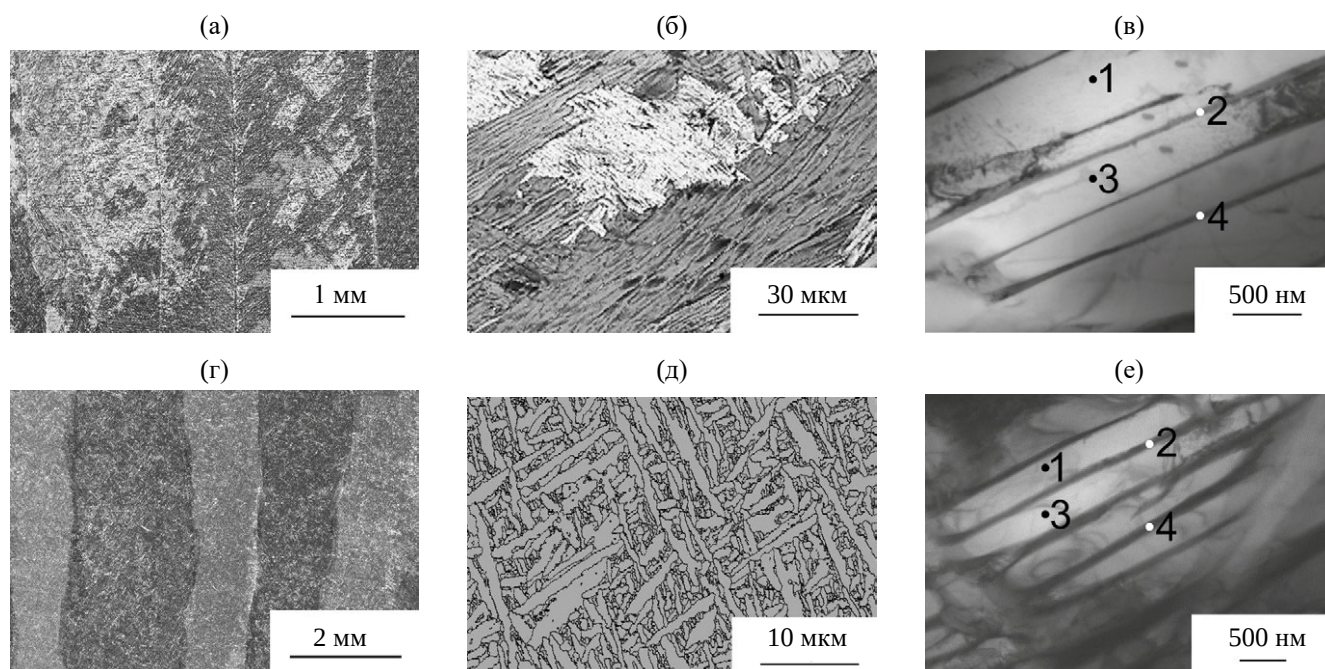


Рис. 1. Оптические изображения (а, г), EBSD-карты (б, д) и ПЭМ-изображения (в, е) структуры 3D-напечатанных титановых сплавов Ti–6Al–4V (а, б, в) и Ti–5Al–3Mo–V (г, д, е).

Таблица 2. Элементный состав 3D-напечатанных образцов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V, определенный с помощью ПЭМ в точках, указанных на рис. 1в и е соответственно

Образец	Элемент	Точка 1, вес.%	Точка 2, вес.%	Точка 3, вес.%	Точка 4, вес.%
Ti–6Al–4V	Ti	87.6	75.6	86.7	78.1
	Al	11.2	3.4	8.9	4.4
	V	1.2	21.0	4.4	17.5
Ti–5Al–3Mo–V	Ti	93.9	83.6	92.0	88.1
	Al	5.2	3.1	4.6	3.9
	V	0.1	3.9	2.2	2.3
	Mo	0.8	9.4	1.2	5.7

же области остаточной β -фазы с пониженным содержанием β -стабилизаторов. Так, содержание ванадия в рейках α/α' -сплава Ti–6Al–4V достигает 4.4 вес.% (предел растворимости ванадия в ГПУ-решетке титана не превышает 3% [18]), в то время как его содержание в прослойках остаточной β -фазы варьируется в пределах от 17.5 до 21 вес.%. Согласно работе [19] минимальное содержание ванадия, необходимое для стабилизации β при комнатной температуре, составляет 20 вес.%. В сплаве Ti–5Al–3Mo–V содержание Mo и V в прослойках β -фазы также варьируется в широких пределах. Как видно из табл. 2, в точках 2 и 4 (рис. 1е), соответствующих соседним прослойкам остаточной β -фазы, содержание β -стабилизаторов отличается почти в 2 раза и часто оказывается недостаточным для стабилизации β -фазы (минимальное содержание молибдена, необходимое для стабилизации β -фазы, составляет 14 вес.% [19]).

На рис. 2 приведены данные *in situ* синхротронной рентгеновской дифракции 3D-напечатанных образцов Ti–6Al–4V и Ti–5Al–3Mo–V, полученные в процессе нагрева до температуры 1100°C и после последующего охлаждения до комнатной температуры. Как видно из рис. 2а, независимо от температуры испытаний на рентгенограммах титанового сплава Ti–6Al–4V присутствуют пики, соответствующие различным кристаллографическим плоскостям α/α' -фазы. На увеличенном фрагменте дифрактограммы наглядно видно смещение пиков α/α' -фазы в область меньших углов, обусловленное термическим расширением ее кристаллической решетки в процессе нагрева. При этом интенсивность пиков α/α' -фазы изменяется. В частности, непрерывно увеличивается интенсивность пика α/α' (101) и уменьшается интенсивность пика α/α' (002). Свидетельством наличия остаточной β -фазы в исходном 3D-напечатанном образце Ti–6Al–4V является плечо рентгеновского пика α/α' (101) со стороны меньших углов, обусловленное появлением рентгеновского пика β -фазы (110). Содер-

жание β -фазы в сплаве Ti–6Al–4V при низких температурах нагрева (ниже 600°C) практически не изменяется и составляет 2%, однако увеличивается при дальнейшем повышении температуры (рис. 3а). Последнее подтверждается появлением рентгеновских пиков β -фазы (002) и (112), которые также смещаются в область меньших углов в процессе нагрева образца. При температуре 900°C содержание β -фазы достигает максимального значения, равного 7%. При более высоких температурах нагрева содержание β -фазы снижается до 1% и полностью исчезает при последующем охлаждении сплава Ti–6Al–4V до комнатной температуры.

Одновременно с ростом содержания β -фазы на рентгенограммах образца Ti–6Al–4V, нагретого выше 600°C, появляются пики (020), (112), (131), соответствующие орторомбической α'' -фазе (рис. 2а). С увеличением температуры пики α'' -фазы также смещаются влево, и их интенсивность непрерывно увеличивается. При температуре 1000°C объемная доля α'' -фазы достигает 14% (рис. 3а), однако при дальнейшем увеличении температуры до 1100°C содержание α'' -фазы уменьшается до 3% и составляет около 1% при последующем охлаждении.

Наконец, при температуре выше 1000°C на дифрактограмме образцов Ti–6Al–4V появляются пики оксидов титана, имеющих различную структуру. Так, дифракционный пик при $2\theta=23.43^\circ$ соответствует фазе TiO_2 (101) (рутил). Кроме того, на поверхности образца образуется оксид Ti_3O_5 , доказательством наличия которого при $2\theta=24.30^\circ$ является дифракционный пик асимметричной формы. Данный пик можно рассматривать как суперпозицию пиков α/α' (002) и Ti_3O_5 (040). При температуре 1100°C суммарная объемная доля оксидов титана увеличивается до 11% и не изменяется при последующем охлаждении (рис. 3а).

На участках рентгенограмм 3D-напечатанного образца Ti–5Al–3Mo–V также присутствуют пики α/α' - и β -фазы, которые непрерывно сме-

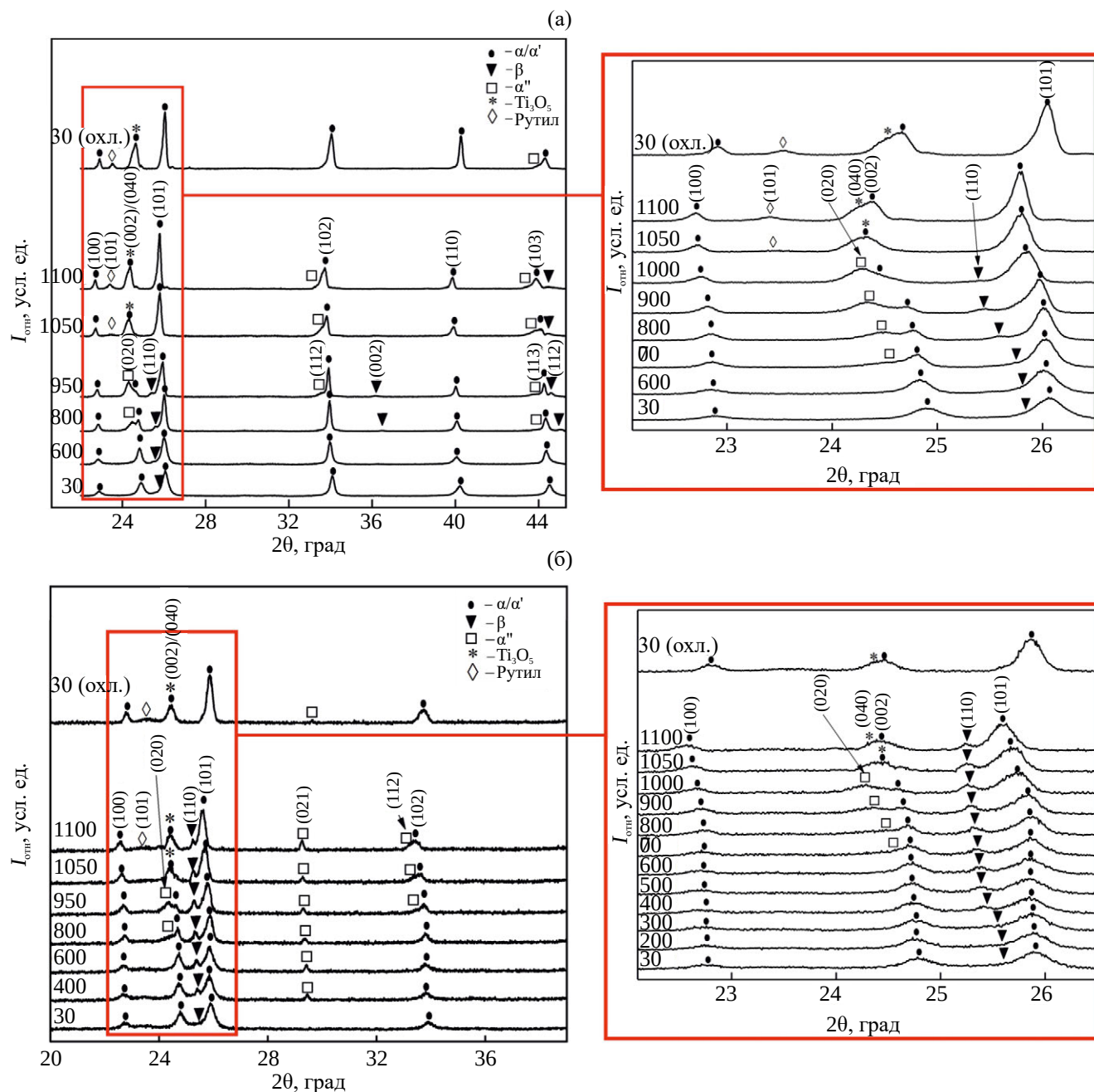


Рис. 2. Участки дифрактограмм 3D-напечатанных образцов Ti–6Al–4V (а) и Ti–5Al–3Mo–V (б), полученных в процессе нагрева до 1100°C и при последующем охлаждении.

щаются в область меньших углов с повышением температуры (рис. 26). При комнатной температуре содержание β -фазы в сплаве Ti–5Al–3Mo–V составляло 3%, и при дальнейшем нагреве до 400°C ее объемное содержание практически не изменяется. В интервале температур от 400 до 900°C содержание β -фазы увеличивается от 3 до 5% (рис. 36). При более высоких температурах нагрева содержание β -фазы в Ti–5Al–3Mo–V снижается до 1% и полностью исчезает

при последующем охлаждении образца до комнатной температуры, как и в случае со сплавом Ti–6Al–4V.

В отличие от Ti–6Al–4V, в сплаве Ti–5Al–3Mo–V образование орторомбической α'' -фазы наблюдается уже при температуре 400°C. Доказательством наличия α'' -фазы являются пики (020), (021), (112) при $2\theta=24.41^\circ$, 29.45° и 33.52° соответственно (рис. 26). Содержание α'' -фазы достигает 10% при температуре 1000°C и снижа-

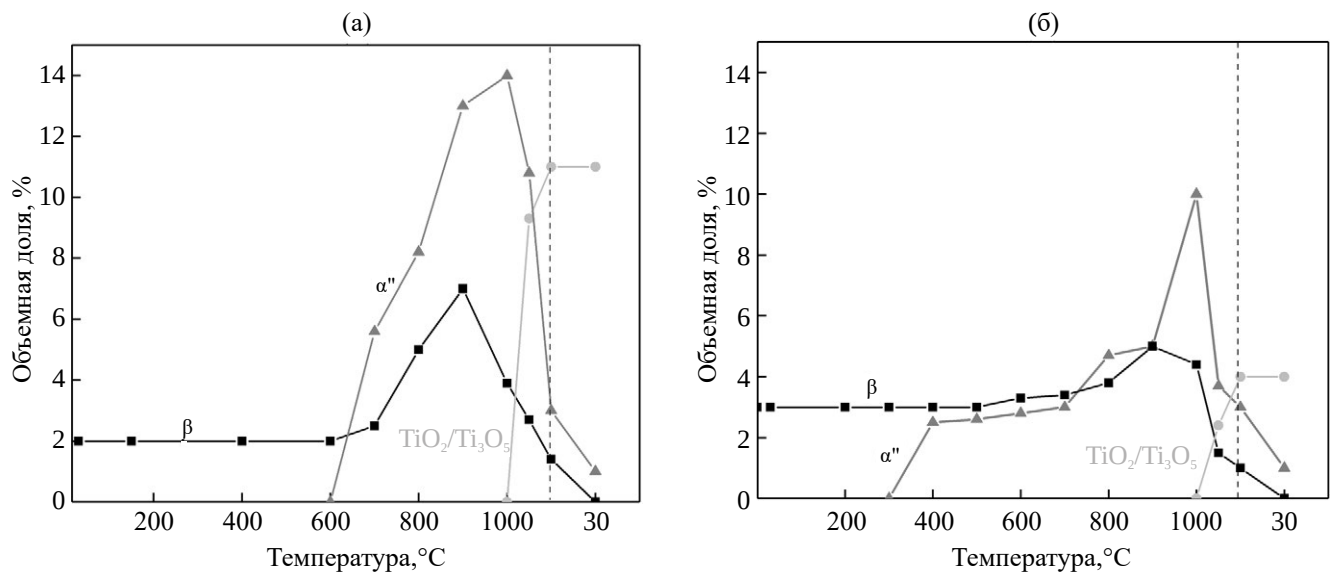


Рис. 3. Графики изменения объемных долей вторых фаз в 3D-напечатанных образцах Ti-6Al-4V (а) и Ti-5Al-3Mo-V (б) в процессе нагрева до 1100°C и при последующем охлаждении.

ется до 3% при 1100°C. При последующем охлаждении образца объемная доля α'' -фаза уменьшается до 1 % (рис. 3б).

Как и в случае Ti-6Al-4V, на рентгенограмме титанового сплава Ti-5Al-3Mo-V, нагретого до температуры выше 1000°C, появляются пики, соответствующие оксидам титана. При температуре 1100°C объемное содержание фаз TiO_2 (101) (рутил) и Ti_3O_5 (040) достигает 4% и не изменяется при последующем охлаждении до комнатной температуры.

Одновременное увеличение объемной доли остаточной β -фазы и появление α'' -фазы в титановых сплавах Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V в процессе нагрева связаны с развитием $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta + \alpha''$ -превращения. Распад α' -фазы предположительно происходит в областях, в которых содержание β -стабилизирующих элементов (ванадия и молибдена) превышает величину их предельной растворимости в ГПУ-решетке титана. Стоит отметить, что в титановом сплаве Ti-5Al-3Mo-V распад α' -фазы происходит при меньших температурах, чем в титановом сплаве Ti-6Al-4V, что связано с наличием Mo в сплаве Ti-5Al-3Mo-V, который является более эффективным β -стабилизатором [20].

Появление пиков оксидов титана при температурах выше 1000°C свидетельствует о наличии кислорода в вакуумной камере в процессе нагрева. Очевидно, что используемая вакуумная нагревательная камера не позволяет предотвратить окисление титановых сплавов при температурах выше 1000°C. Наличие кислорода, являющегося α -стабилизатором в титане, приводит как к уменьшению объемной доли остаточной β -фазы

и α'' -фазы в 3D-напечатанных образцах Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V, так и к подавлению полиморфного $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения, температура которого для сплавов Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V составляет ~990 и ~930°C соответственно. Отсутствие полиморфного превращения при высокотемпературных синхротронных исследованиях прокатанных образцов титановых сплавов Ti-6Al-4V и Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.08Si, связанное с наличием кислорода, наблюдали ранее в работе [12].

При повышении температуры количество кислорода в исследованных сплавах Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V непрерывно возрастает. Последнее подтверждается как увеличением объемной доли фаз оксидов титана (рис. 3), так и зависимостью отношения c/a фазы α/α' от температуры (рис. 4). Как видно из рисунка 4, при нагреве образцов Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V выше 700°C начинается резкий рост отношения c/a , связанный с тем, что наличие кислорода приводит к более сильному росту параметра c по сравнению с параметром a фазы α -Ti [12]. Именно наличие кислорода в образцах Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V является причиной того, что при их последующем охлаждении параметры кристаллической решетки α/α' -фазы оказываются больше, чем были до нагрева. Можно полагать, что при температуре 700°C начинается насыщение исследованных титановых сплавов кислородом, а при 1000°C на их поверхности образуется сплошная оксидная пленка, выявляемая методом рентгеновской дифракции. Необходимо отметить, что при последующем механическом удалении оксидной пленки, имеющей

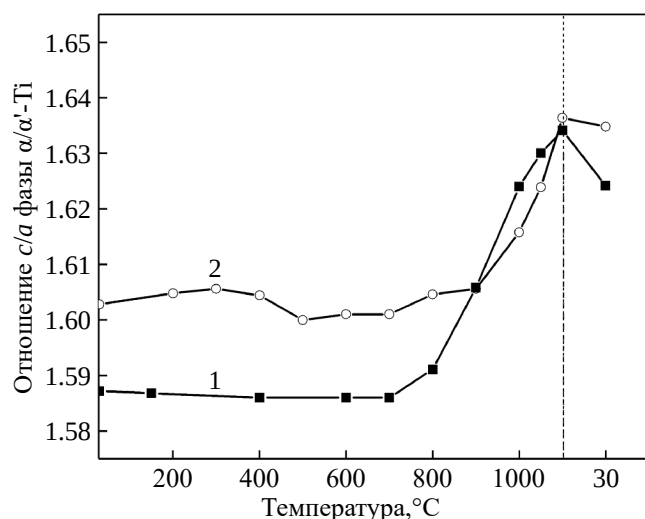


Рис. 4. График изменения отношения c/a кристаллической решетки α/α' -фазы в 3D-напечатанных образцах Ti-6Al-4V (1) и Ti-5Al-3Mo-V (2) в процессе нагрева до 1100°C и при последующем охлаждении.

характерный желтый цвет, дифракционные пики, соответствующие фазам TiO_2 (101) и Ti_3O_5 (040), исчезают.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполнен сравнительный анализ микроструктуры и фазового состава образцов титановых сплавов Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V, полученных методом проволоочной электронно-лучевой аддитивной технологии. Показано, что микроструктура образцов Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V состоит из столбчатых первичных β -зерен, поперечные размеры которых варьируются в пределах от 1 до 2 мм. Внутри первичных β -зерен наблюдаются мартенситная α' -фаза, при этом в образцах Ti-6Al-4V пластины α/α' -фазы толщиной 0.6 мкм сгруппированы в пакеты, в то время как в образцах Ti-5Al-3Mo-V формируется более тонкая игольчатая мартенситная структура α' -фазы. Показано, что характерной особенностью микроструктуры 3D-напечатанных титановых сплавов является наличие областей α' -фазы с повышенным содержанием β -стабилизирующих элементов и областей остаточной β -фазы с пониженным содержанием β -стабилизаторов.

Высокотемпературные *in situ* рентгеновские исследования показали, что при нагреве 3D-напечатанных образцов Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V имеет место распад мартенситной α' -фазы, сопровождающийся увеличением объемной доли остаточной β -фазы и образованием орторомбической α'' -фазы. Температура начала развития $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta + \alpha''$ -превращения в образцах Ti-

6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V составляет 600 и 400°C соответственно. Объемная доля α'' -фазы при температуре 1000°C в образцах Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V достигает 14 и 10% соответственно.

Наличие кислорода в вакуумной камере обуславливает интенсивный рост отношения c/a -фазы α/α' при нагреве выше 700°C, снижение содержания β - и α'' -фаз при температурах выше 900°C, а также подавление полиморфного $\alpha \rightarrow \beta$ -превращения в 3D-напечатанных титановых сплавах Ti-6Al-4V и Ti-5Al-3Mo-V.

Работа выполнена в рамках государственного задания ИФПМ СО РАН, тема номер FWRW-2021-0010. Исследования выполнены с использованием оборудования ЦКП "Нанотех" ИФПМ СО РАН. В работе использовано оборудование ЦКП "СЦСТИ" на базе УНУ "Комплекс ВЭПП-4 – ВЭПП-2000" в ИЯФ СО РАН.

Авторы данной работы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Veiga C., Davim J.P., Lourerio A.* Properties and applications of titanium alloys: a brief review // *Rev. Adv. Mater. Sci.* 2012. V. 32. P. 133–148.
2. *Williams J.C., Boyer R.R.* Opportunities and Issues in the Application of Titanium Alloys for Aerospace Components // *Metals.* 2020. 10(6). P. 705.
3. *Vafadar A., Guzzomi F., Rassau A., Hayward K.* Advances in Metal Additive Manufacturing: A Review of Common Processes, Industrial Applications, and Current Challenges // *Appl. Sci.* 2021. 11(13). P. 1213.
4. *Wanjara P., Watanabe K., Formanoir C., Yang Q., Bescond C., Godet S., Brochu M., Nezaki K., Gholipour J., Patnaik P.* Titanium Alloy Repair with Wire-Feed Electron Beam Additive Manufacturing Technology // *Adv. Mater. Sci. Eng.* 2019. 3979471. P. 23.
5. *Ding D., Pan Z., Cuiuri D., Li H.* Wire-feed additive manufacturing of metal components: technologies, developments and future interests // *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* 2015. V. 81. P. 465–481.
6. *Колубаев Е.А., Рубцов В.Е., Чумаевский А.В., Астафурова Е.Г.* Научные подходы к микро-, мезо- и макроструктурному дизайну объемных металлических и полиметаллических материалов с использованием метода электронно-лучевого аддитивного производства // *Физ. мезомех.* 2022. Т. 25. № 4. С. 5–18.
7. *Xu J., Zhu J., Fan J., Zhou Q., Peng Y., Guo S.* Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated using electron beam freeform fabrication // *Vacuum.* 2019. 167. P. 364–373.
8. *Present S.J., Taminger K.M., Domack C.S., Hemker K.J.* The Inhomogeneous Microstructure and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Additively Manufactured by Electron Beam Freeform Fabrication // *Metall. Mater. Trans. A.* 2023. V. 54. P. 312–319.

9. Ter Haar G.M., Becker T.H. Selective Laser Melting Produced Ti-6Al-4V: Post-Process Heat Treatments to Achieve Superior Tensile Properties // *Materials*. 2018. V. 11(1). P. 146.
10. Zhang C., Zou D., Mazur M., Mo J.P.T., Li G., Ding S. The State of the Art in Machining Additively Manufactured Titanium Alloy Ti-6Al-4V // *Materials*. 2023. 16. P. 2583.
11. Панин А.В., Казаченок М.С., Казанцева Л.А., Перевалова О.Б., Мартынов С.А. Изменение микроstructures и фазового состава 3D-напечатанного сплава Ti-6Al-4V при механическом нагружении // *ФММ*. 2023. Т. 124. № 2. С. 226–232.
12. Malinov S., Sha W., Guo Z., Tang C.C., Long A.E. Synchrotron X-ray diffraction study of the phase transformations in titanium alloys // *Mater. Charact.* 2002. V. 48. P. 279–295.
13. Perevalova O.B., Syrtanov M.S. In situ study of phase transformations in electron beam additive manufactured Ti-6Al-4V titanium alloy by high temperature synchrotron X-ray diffraction and TEM // *J. Alloys Compd.* 2022. V. 917. P. 165463.
14. Perevalova O.B., Panin A.V., Syrtanov M.S. In Situ Synchrotron Study of the Phase Transformations in Ti-5.7Al-1.6V-3Mo Titanium Alloy at High Temperature // *J. Mater. Eng. Perform.* 2023.
15. Gornakova A.S., Straumal A.B., Khodos I.I., Gnesin I.B., Mazilkin A.A., Afonikova N.S., Straumal B.B. Effect of composition, annealing temperature, and high pressure torsion on structure and hardness of Ti-V and Ti-V-Al alloys // *J. Appl. Phys.* 2019. V. 125. P. 082522.
16. Wang C.H., Yang C.D., Liu M., Li X., Hu P.F., Russell A.M., Cao G.H. Martensitic microstructures and mechanical properties of as-quenched metastable β -type Ti-Mo alloys // *J. Mater. Sci.* 2016. V. 51. P. 6886–6896.
17. Lütjering G., Williams J.C. *Titanium*. 2nd ed. Springer. Berlin. Heidelberg. 2007. P. 27–31.
18. Frary M., Abkowitz S., Abkowitz S.M., Dunand D.C. Microstructure and mechanical properties of Ti/W and Ti-6Al-4V/W composites fabricated by powder-metallurgy // *Mater. Sci. Eng.: A*. 2003. V. 344. P. 103–112.
19. Bignon M., Bertrand E., Tancrét F., Rivera-Díaz-del-Castillo P.E.J. Modelling martensitic transformation in titanium alloys: The influence of temperature and deformation // *Materialia*. 2019. V. 7. P. 100382.
20. Kumar M.S., Begum S.R., Vasumathi M., Nguyen C.C., Le Q.V. Influence of molybdenum content on the microstructure of spark plasma sintered titanium alloys // *Synth. Sinter*. 2021. V. 1(1). P. 41–47.

THE HIGH-TEMPERATURE IN SITU SYNCHROTRON STUDY OF STRUCTURAL-PHASE TRANSFORMATIONS IN 3D-PRINTED Ti-6Al-4V AND Ti-5Al-3Mo-V TITANIUM ALLOYS

T. A. Lobova^{1,*}, A. V. Panin^{1,2}, O. B. Perevalova¹, and M. S. Syrtanov²

¹*Institute of Strength Physics and Materials Science SB RAS, Tomsk, 634055 Russia*

²*National Research Tomsk Polytechnic University, Tomsk, 634050 Russia*

*e-mail: tal@ispms.ru

An wire-feed electron beam additive manufacturing has been used to obtain the samples of Ti-6Al-4V and Ti-5Al-3Mo-V titanium alloys. Optical, scanning, and transmission electron microscopies have been used to show that the microstructure of the 3D printed samples of Ti-6Al-4V and Ti-5Al-3Mo-V alloys consists of columnar primary grains of the β -phase, within which martensitic α' plates are formed. The high-temperature synchrotron X-ray diffraction technique was used to show the evolution of $\alpha' \rightarrow \alpha + \beta + \alpha''$ transformations in Ti-Al-V and Ti-Al-Mo-V titanium alloys, which causes an increase in the content of residual β -phase and the formation of orthorhombic α'' -phase. The decomposition of the α' -phase in Ti-6Al-4V and Ti-5Al-3Mo-V samples started at temperatures of 600 and 400°C respectively. Intensive oxidation of titanium alloys in a the high-temperature chamber at temperatures above 900°C resulted in a decrease in the volume fraction of β - and α'' -phases, as well as inhibition of polymorphic $\alpha \rightarrow \beta$ transformation.

Keywords: titanium alloys, electron-beam additive manufacturing, microstructure, phase transformations, synchrotron studies, X-ray diffraction