

На правах рукописи

ЗАВОДОВ АДРИАН ВАЛЕНТИНОВИЧ

**ФАЗОВЫЕ И СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СПЛАВЕ ВТИ-4
НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА Ti_2AlNb ПРИ ГОРЯЧЕЙ
ДЕФОРМАЦИИ И ПОСЛЕДУЮЩЕЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКЕ**

Специальность 2.6.1.

«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Москва – 2022

Работа выполнена в федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов» Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» (НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ)

Научный руководитель: **Ночовная Надежда Алексеевна**
доктор технических наук,
советник генерального директора
НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ

Официальные оппоненты: **Попов Артемий Александрович**
доктор технических наук, профессор,
заведующий кафедрой термообработки и физики
металлов, ФГАОУ ВО «Уральский федеральный
университет имени первого президента России
Б.Н. Ельцина» (УрФУ)

Салищев Геннадий Алексеевич
доктор технических наук, профессор, руководитель
лаборатории объёмных наноструктурных
материалов, ФГАОУ ВО «Белгородский
государственный национальный исследовательский
университет» (НИУ «БелГУ»)

Ведущая организация: ФГБОУ ВО «Московский авиационный
институт (национальный исследовательский
университет)»

Защита состоится «14» марта 2023 г. в _____ часов на заседании диссертационного совета 31.1.002.01 при НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ по адресу: 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17; тел.: (499) 261-86-77, факс: (499) 267-86-09, e-mail: admin@viam.ru; www.viam.ru.

Отзывы на автореферат, заверенные печатью, просим направлять по адресу: 105005, г. Москва, ул. Радио, д. 17, НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, ученому секретарю диссертационного совета.

С диссертацией можно ознакомиться в научно-технической библиотеке НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.

Автореферат разослан «__» _____ 202_ г.

Ученый секретарь, кандидат технических наук _____ Горбовец М.А.

© НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ, 2022.

© Заводов А.В., 2022

Общая характеристика работы

Актуальность работы

Интерметаллидные титановые сплавы на основе орторомбической фазы Ti_2AlNb (O-фаза), открытой в 1987 году, в настоящее время рассматриваются в качестве материала для деталей авиационных двигателей и компрессоров высокого давления. Благодаря относительно высоким рабочим температурам (до 700 °С), прочности (до 1250 МПа) и удовлетворительной пластичности (7 – 12 %) титановые ортосплавы также могут заменить низкотемпературные никелевые сплавы, тем самым снизив вес силовых агрегатов в целом.

Неотъемлемой стадией получения изделий из титановых ортосплавов (листы, кольца, штамповки) является горячая деформация, в процессе которой происходит не только формообразование изделия, но и формирование необходимой структуры материала. Однако процессы горячей деформации титановых ортосплавов характеризуются значительной неоднородностью распределения деформации в объёме заготовки. Образование зон локализации деформации при горячей осадке наблюдается даже при относительно невысоких (10^{-2} с^{-1}) скоростях деформации. Неравномерное распределение деформации обуславливает структурную неоднородность, в том числе разнотекстурность и морфологические отличия интерметаллидной O и α_2 -фазы в зонах с различной проработкой металла. Это в свою очередь приводит к разбросу механических свойств изделий по их объёму.

Решение проблемы неоднородности структурного состояния в деформированных полуфабрикатах из титановых ортосплавов предполагает установление механизмов структурных и фазовых превращений, происходящих в процессе горячей деформации, а также выяснение внутренних причин неоднородного распределения деформации.

Цель и задачи исследований

Целью работы является установление механизмов структурно-фазовых превращений в интерметаллидном титановом сплаве ВТИ-4 в процессе горячей деформации и последующей термической обработки. Для достижения поставленной цели необходимо было решить следующие задачи:

1. Определить последовательность и температурные интервалы фазовых превращений в сплаве ВТИ-4 при нагреве до температур осадки.
2. Изучить изменения зёрновой структуры, кристаллографической текстуры, фазового состава и морфологии интерметаллидной фазы в сплаве ВТИ-4 в процессе горячей осадки при различных температурах.
3. Установить характер распределения деформаций и напряжений при горячей осадке сплава ВТИ-4 методом численного моделирования с сопоставлением результатов структурным изменениям.
4. Изучить влияние температуры горячей осадки на процессы рекристаллизации и старения при последующей термической обработке сплава ВТИ-4.

5. На основе установленных закономерностей разработать режим горячей осадки сплава ВТИ-4, минимизирующий неоднородное распределение деформации и обеспечивающий равномерную структуру.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Установлено существование в сплаве ВТИ-4 низкотемпературной однофазной β -области в диапазоне 930 – 950 °С, разделяющей две двухфазные области $\beta+O$ и $\beta+\alpha_2$. Существование такой области обусловлено последовательными, не пересекающимися во времени процессами растворения O-фазы и выделения α_2 -фазы из твёрдого раствора.
2. Установлен механизм фрагментации единого исходного зерна на зёрна микронного размера с кристаллографическими ориентациями $\langle 100 \rangle_\beta$ и $\langle 111 \rangle_\beta$ при горячей осадке сплава ВТИ-4 с объёмной долей интерметаллидной O-фазы в 30 %. Разориентированные пластины O-фазы разграничивают β -зерно на микрообъёмы, в каждом из которых формируются различные условия деформации, что приводит к различной переориентации микрообъёмов при горячей осадке.
3. Установлен механизм сдерживания роста O-фазы при старении деформированного сплава ВТИ-4, заключающийся в формировании в процессе динамического возврата высокой плотности малоугловых границ, которые при последующем старении становятся препятствием для роста O-фазы и таким образом ограничивают её максимальный размер.

Практическая значимость работы

1. Составлена карта рекристаллизации для сплава ВТИ-4 в диапазоне температур осадки 850 – 1130 °С и степеней осадки от 30 % до 70 %, что является основной для разработки новых технологических режимов горячей осадки интерметаллидных ортосплавов.
2. На основе проведённых исследований сформулированы рекомендации по проведению горячей осадки сплава ВТИ-4, позволяющие минимизировать структурную неоднородность. Даны ограничения на температурный диапазон горячей осадки и предельные степени деформации за одну ступень.
3. Разработан режим двухступенчатой горячей осадки сплава ВТИ-4, позволяющий исключить образование центральных зон локализованной деформации и получить однородную структуру по всему объёму деформированного материала.

Реализация результатов

Предложенные в работе рекомендации по проведению горячей осадки сплава ВТИ-4 были использованы при корректировке технологического режима горячей осадки заготовок для раскатных колец на предприятии ПАО «Русполимет» (г. Кулебаки) с целью минимизации деформационной и структурной неоднородности по сечению деформированного полуфабриката.

На защиту выносятся:

1. Механизм формирования структуры в зоне локализации деформации в процессе осадки сплава ВТИ-4 при температуре 850 °С и скорости деформирования 2,5 с⁻¹.
2. Построение карты рекристаллизации для сплава ВТИ-4 и разработка на её основе режима двухступенчатой горячей осадки с промежуточными нагревами, обеспечивающими устранение областей локализации деформации.
3. Механизм растворения и сфероидизации О-фазы в условиях ограниченного времени (~0,3 с) процесса горячей осадки сплава ВТИ-4.
4. Обоснование причины отсутствия рекристаллизации в областях локализации деформации при рекристаллизационном отжиге осаженных образцов.

Личный вклад автора состоит в планировании и непосредственном участии во всех экспериментальных и исследовательских работах, анализе полученных данных, установлении и обосновании закономерностей поведения интерметаллидного титанового сплава при нагревах и горячей деформации. Автором лично предложен механизм формирования не изученного ранее типа мелкозернистой структуры в процессе осадки при 850 °С.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы докладывались на международных и всероссийских научных конференциях:

- XXV Уральской школе металловедов-термистов «Актуальные проблемы физического металловедения сталей и сплавов» (Екатеринбург, 2020 г.);
- XII Всероссийской конференции по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат» (Москва, 2020 г.);
- VII международной конференции «Деформация и разрушение материалов и наноматериалов» (Москва, 2019 г.);
- XLV международной молодёжной научной конференции «Гагаринские чтения» (Москва, 2019 г.);
- всероссийской научно-технической конференции «Фундаментальные и прикладные исследования в области деформируемых и литейных интерметаллидных сплавов на основе титана и никеля» (Москва, 2018 г.).

Публикации

По результатам исследований опубликовано 7 печатных работ в журналах, входящих в перечень ВАК, в том числе 4 статьи в изданиях, рецензируемых в Scopus, и 1 статья в журнале первого квартиля (Q1).

Структура и объём диссертации

Диссертация изложена на 135 страницах текста, содержит 56 рисунков, 9 таблиц, состоит из введения, 5 основных глав, выводов, перечня библиографических ссылок из 96 наименований и 1 Приложения.

Основное содержание работы

Во введении отображены основные этапы исследований и освоения интерметаллидных титановых ортосплавов за период 30 лет, приводится обоснование актуальности работы и формулируется её научная новизна.

В первой главе – «Современное состояние вопроса» – рассмотрен фазовый состав интерметаллидных титановых сплавов системы Ti-22Al-25Nb, особенности строения фаз B2, O и α_2 , пути их превращения друг в друга; приведены данные по изменению структуры при термической обработке сплава. Отдельное внимание уделено процессу сфероидизации интерметаллидной фазы при горячей деформации титановых ортосплавов, влиянию скорости и температуры деформации на интенсивность сфероидизации. Приведены типичные механические свойства титановых ортосплавов, а также влияние отдельных структурных параметров на уровень прочностных и усталостных свойств. Подробно рассмотрено деформационное поведение сплавов системы Ti-22Al-25Nb при различных скоростях и температурах нагружения. На основе проведённого обзора сформулированы цели и задачи настоящей работы.

Во второй главе – «Объекты и методы исследования» – приведены сведения об исследуемом сплаве, методике проведения горячей осадки и методах исследования структурно-фазового состояния.

В качестве материала исследования был выбран интерметаллидный титановый сплав ВТИ-4, полученный в виде катаной плиты толщиной 20 мм. Состав сплава соответствовал Ti-23Nb-21Al-1,5V-0,6Zr-0,4Mo-0,2Si-0,06C в атомных %. Горячую осадку проводили на цилиндрических образцах с размерами $\text{Ø}10 \times 15$ мм в изотермических условиях при температурах 850 – 1130 °C и скорости деформации $2,5 \text{ с}^{-1}$. После окончания осадки образцы закаливали в воду для предотвращения структурных изменений.

Исследование структуры и фазового состава проводили следующими методами: оптическая микроскопия (Olympus GX51), растровая электронная микроскопия (Verios 460 XHR, FEI) с построением карт разориентации (EBSD), просвечивающая электронная микроскопия (Tecnaï G2 F20 S-TWIN, FEI) с построением карт распределения элементов (ЭДС-картирование), рентгеноструктурный анализ (РСА) (PANalytical Empyrean), дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) (Netzsch DSC 404F1).

В третьей главе – «Процессы, происходящие в титановых ортосплавах при нагреве» – представлены результаты исследований фазовых и структурных превращений сплава ВТИ-4 при нагреве в диапазоне 700 – 1200 °C. В данном диапазоне температур происходят все фазовые превращения в этом сплаве.

На кривых ДСК при нагреве (рис. 1 а) показано, что исходное состояние сплава перед нагревом определяет наличие или отсутствие экзотермического пика образования O-фазы по реакции $\beta \rightarrow \beta + \text{O}$ при нагреве. На всех кривых ДСК присутствует эндотермический эффект (2 на рис. 1 а), соответствующий процессу растворения O-фазы по реакции $\beta + \text{O} \rightarrow \beta$. Во многих работах наблюдаемый

тепловой эффект связывают с переходом сплава из двухфазной области в трёхфазную по реакции $\beta + O \rightarrow \beta + O + \alpha_2$. В данной работе показано, что при повышении температуры сплава ВТИ-4 происходит полное растворение O-фазы с последующим образованием α_2 -фазы из твердого раствора β -фазы. Основной эндотермический пик на кривой ДСК соответствует только процессу растворения O-фазы. В действительности при 910 °С на рентгеновском спектре (рис. 1 б) не регистрируется α_2 -фаза, а содержание Nb в частицах составляет 20 ат. %, что соответствует содержанию Nb в O-фазе (табл. 1).

При дальнейшем повышении температуры сплав переходит в однофазное состояние, что отображается на ДСК кривой в виде провала на правой ветви эндотермического пика (рис. 1 а). Положение однофазной β области совпадает с положением перегиба правой ветви эндотермического пика при 910 °С, что влияет на форму локального максимума на графике производной ДСК по температуре (рис. 2). Для материала образца I (рис. 1 а) β область существует в промежутке между 927 °С и 948 °С. При 950 °С на рентгеновском спектре регистрируется уже две фазы, β и α_2 , а содержание ниобия в частицах составляет 15 ат. %, что соответствует его содержанию в α_2 -фазе (табл. 1).

Таблица 1 – Содержание Ti, Nb и Al в интерметаллидной фазе при различных температурах выдержки (ЭДС анализ на ПЭМ, среднее по 5 частицам)

Температура выдержки, °С	Содержание элементов, ат. %			Фаза
	Ti	Nb	Al	
850	50,0	22,6	25,3	O
910	54,5	19,6	24,4	O
950	57,9	14,7	26,3	α_2

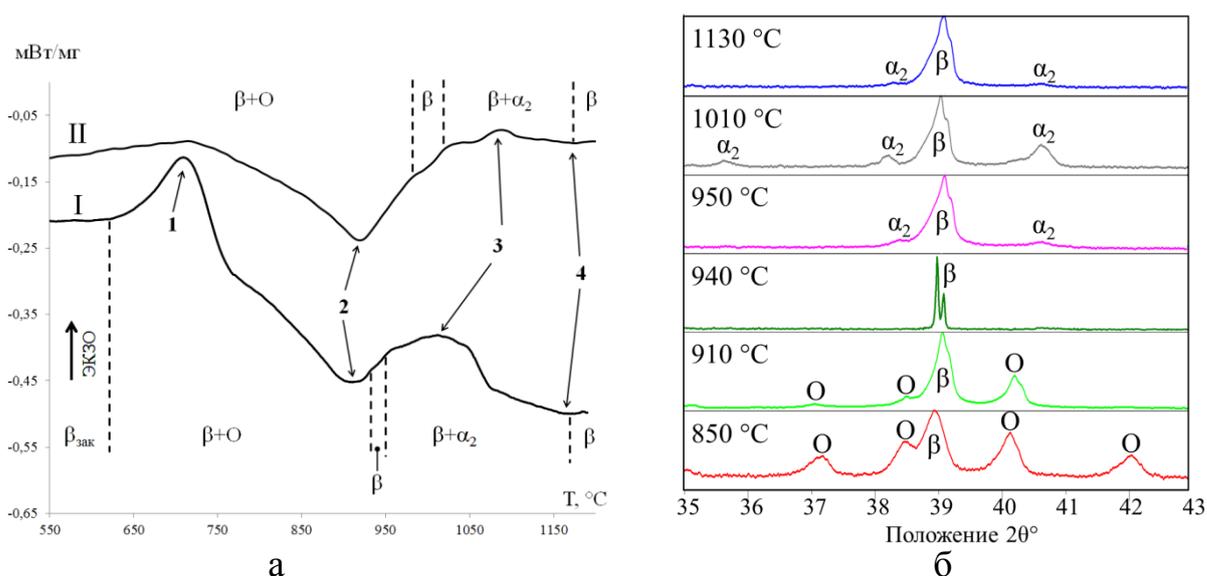


Рисунок 1 – Сравнение результатов ДСК анализа и рентгеноструктурного анализа сплава ВТИ-4: а) ДСК кривые (I – после прокатки; II – после старения):

1 – выделение O-фазы; 2 – растворение O-фазы;

3 – выделение α_2 -фазы; 4 – растворение α_2 -фазы;

б) рентгенограммы (после 2,5 ч выдержки при указанных температурах).

Таким образом, в работе показано, что основной эндотермический пик на ДСК кривых титановых ортосплавов соответствует исключительно процессу растворения О-фазы (без образования α_2 -фазы). Переход из области ($\beta+O$) в область ($\beta+\alpha_2$) происходит через однофазную β область, путём полного растворения О-фазы и последующего выделения α_2 -фазы, что подтверждается методом рентгенофазового анализа и непосредственно изображениями структуры.

В конце главы на основе результатов исследования приводится последовательность фазовых превращений при нагреве сплава ВТИ-4 (рис. 3):

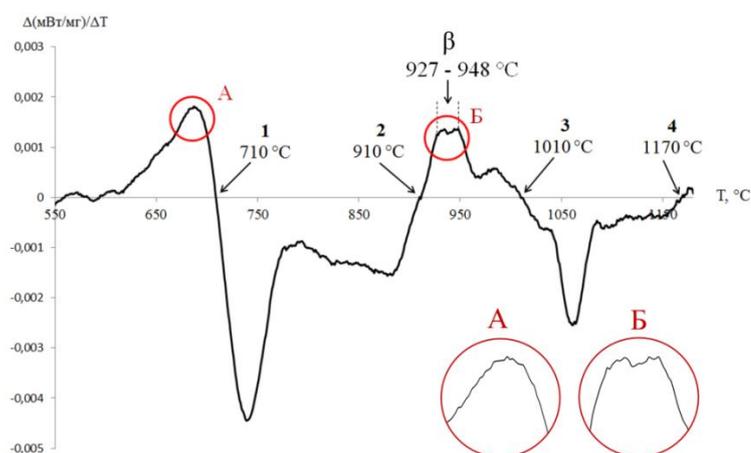


Рисунок 2 – График производной по температуре ДСК кривой I на рис. 1 а. Цифры соответствуют превращениям на рис. 1 а. Во вставках увеличенные максимумы производной, соответствующие перегибам на исходной ДСК кривой

- 1→2→3: $\beta+O \rightarrow \beta$ – растворение О-фазы и переход в β область;
- 3→4→5: $\beta \rightarrow \beta+\alpha_2$ – образование и рост α_2 -фазы из твердого раствора;
- 5→6: $\beta+\alpha_2 \rightarrow \beta$ растворение α_2 -фазы; однофазное состояние.

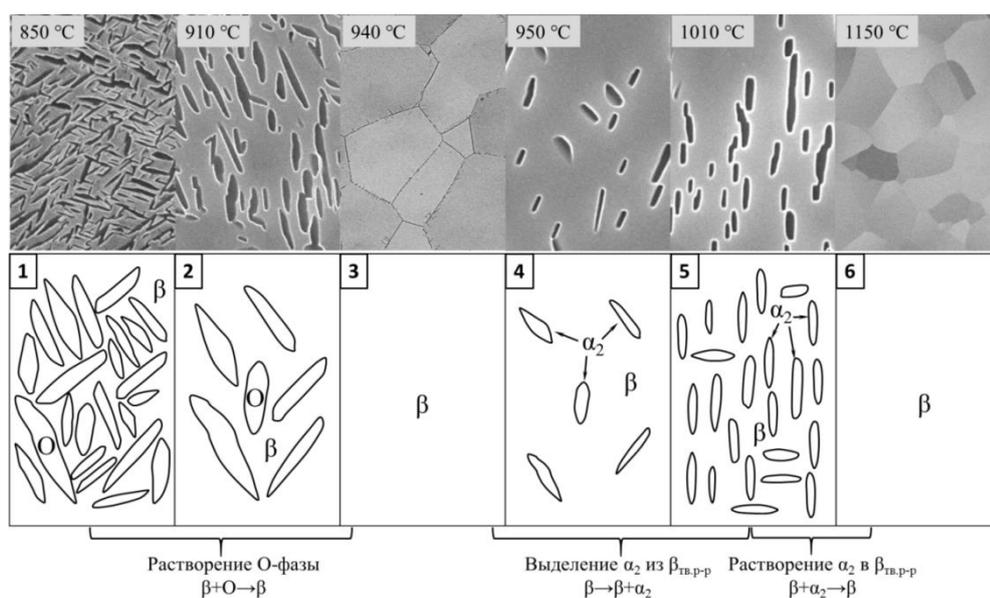


Рисунок 3 – Последовательность превращений в сплаве ВТИ-4 (эксперимент и схема)

В четвёртой главе – «Процессы, происходящие при горячей деформации» – рассмотрены структурные и фазовые изменения в сплаве ВТИ-4 при горячей осадке в диапазоне температур 850 – 1130 °С со скоростью деформирования 2,5 с⁻¹. Выбранная скорость осадки относительно велика для интерметаллидных титановых ортосплавов и относится к области нестабильной деформации, характеризующейся образованием областей локализованной деформации в центральной части осаживаемых образцов. Именно в этих центральных областях, ввиду их особого состояния, были изучены формирование кристаллографической текстуры, изменения зёрновой структуры и процессы фазовых превращений.

Макроструктура цилиндрических образцов после горячей осадки со скоростью 2,5 с⁻¹ характеризуется высокой неоднородностью с образованием трёх типичных зон: застойной (I), зоной локализации деформации (II) и зоной вытеснения материала на периферию (III) (рис. 4). Повышение температуры осадки с 850 до 1130 °С при неизменной скорости деформирования приводит к более однородной проработке материала и уменьшению размера застойных зон.

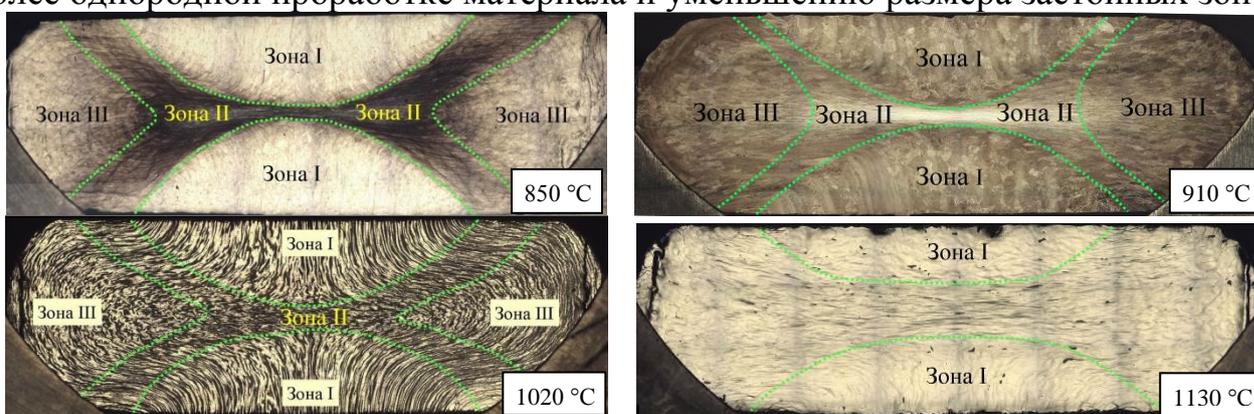


Рисунок 4 – Макроструктура цилиндрических образцов сплава ВТИ-4 после осадки до 70% со скоростью 2,5 с⁻¹ при различных температурах

Исходное состояние сплава перед осадкой характеризовалось отсутствием выраженной кристаллографической текстуры, размерами зёрен 140 мкм, но различной долей интерметаллидной фазы. В таблице 2 приведены количественные характеристики структуры до и после горячей осадки.

Таблица 2 – Количественные характеристики структуры до и после осадки

Т, °С	Фазовая область	До осадки		После осадки, центр зоны II		
		Размер зерна, мкм	Объёмная доля О/α ₂ фазы, %	Толщина «языков» деформации, мкм	Размер субзёрен, мкм	Объёмная доля О/α ₂ фазы, %
850	β+О	140	30	–	0,47	10
910	β+О	141	15	3 – 13	0,90	5
950	β+α ₂	142	3,5	3 – 13	2,11	1,5
1020	β+α ₂	140	-	3 – 13	2,56	-
1130	β+α ₂	316	-	15 – 50	4,65	-

В процессе горячей осадки происходит формоизменение исходных зёрен, их уплощение, формирование «язычков» деформации, толщина которых не зависит от температуры деформации, но коррелирует с размером исходных зёрен.

В результате горячей осадки в зоне II формируется острая аксиальная текстура (рис. 5) с двумя компонентами $\{100\}_\beta$ и $\{111\}_\beta$, что характерно для одноосного сжатия ОЦК металлов, каким является твердый раствор β -фазы. Каждый «язычок» деформации обладает развитой субзёрненной структурой. Методом ПЭМ показано (рис. 6, табл. 2), что размер субзёрен напрямую зависит от температуры деформации. Повышение температуры горячей осадки при неизменной скорости деформирования приводит к увеличению размеров субзёрен.

Частицы интерметаллидной фазы после осадки располагаются преимущественно на малоугловых границах. Такое совместное расположение является результатом сдерживания миграции малоугловых границ на частицах О-фазы. При более высоких температурах деформации изначальная доля интерметаллидной фазы меньше (табл. 2), субграницы реже встречают препятствия своему движению и, как следствие, образуют более крупные субзёрна.

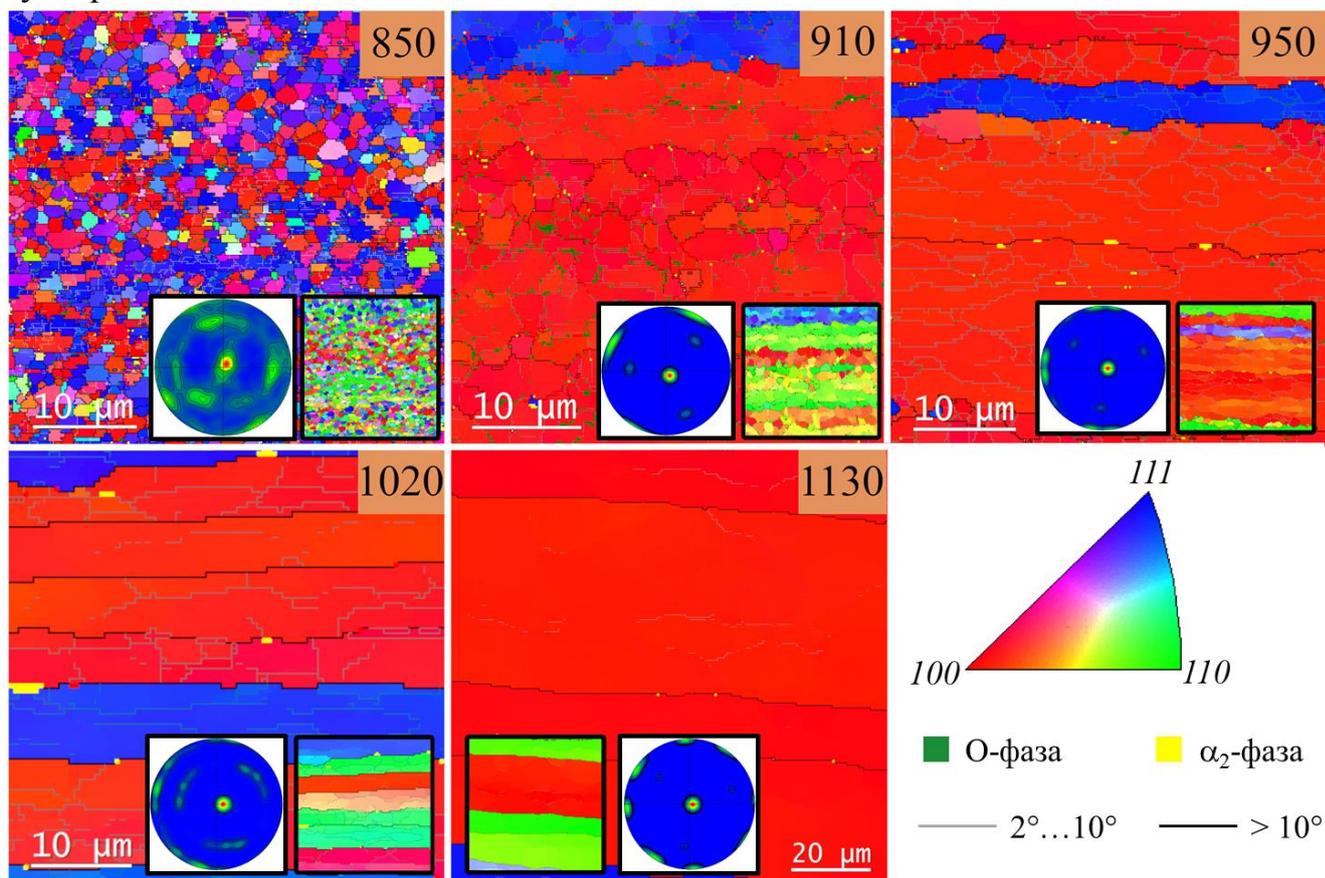


Рисунок 5 – Карты EBSD центральной области зоны II.

Ориентационный контраст соответствует направлению осадки.

Изображение – в плоскости, параллельной оси цилиндрического образца.

На вставках – полюсные фигуры $\{100\}_\beta$ и контраст в радиальном направлении.

Развитая субзёрная структура деформированных зёрен свидетельствует о том, что разупрочнение в процессе горячей осадки происходит благодаря *механизму динамического возврата*. В действительности, весь процесс деформации до степени осадки в 70 % занимает не более 0,3 с. Этого времени недостаточно для реализации процесса динамической рекристаллизации, имеющего диффузионный механизм. Результатом работы механизма динамического возврата является образование субзёрен в ориентации соответствующей текстуре деформации, что и наблюдается в эксперименте.

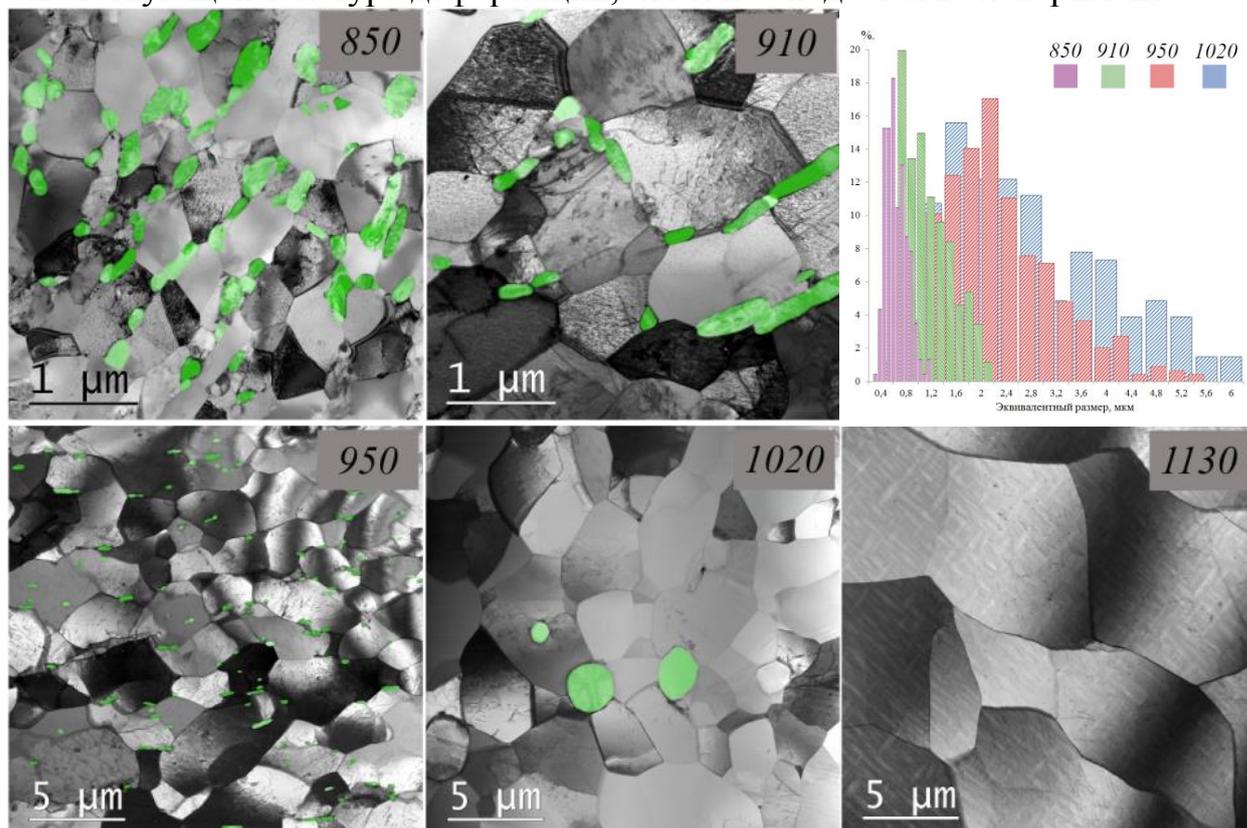


Рисунок 6 – Субзёрная структура центральной области зоны II после горячей деформации сплава ВТИ-4 при различных температурах. $\epsilon = 70\%$; $\dot{\epsilon} = 2,5 \text{ с}^{-1}$. Справа вверху приведены диаграммы распределения размеров субзёрен.

Субзёрна в зоне локализации деформации характеризуются пониженной дислокационной плотностью (рис. 7), несмотря на значения деформации, значительно превышающие общую деформацию образца. Снижение плотности дислокаций, не соответствующей уровню деформации, происходит как в процессе динамического возврата, так и при последующей краткосрочной выдержке (~10 с) между окончанием горячей деформации и закалкой в воду. В этот промежуток времени успевают пройти статический возврат, приводящий к аннигиляции дислокаций в объёме субзёрен и формированию малоугловых границ.

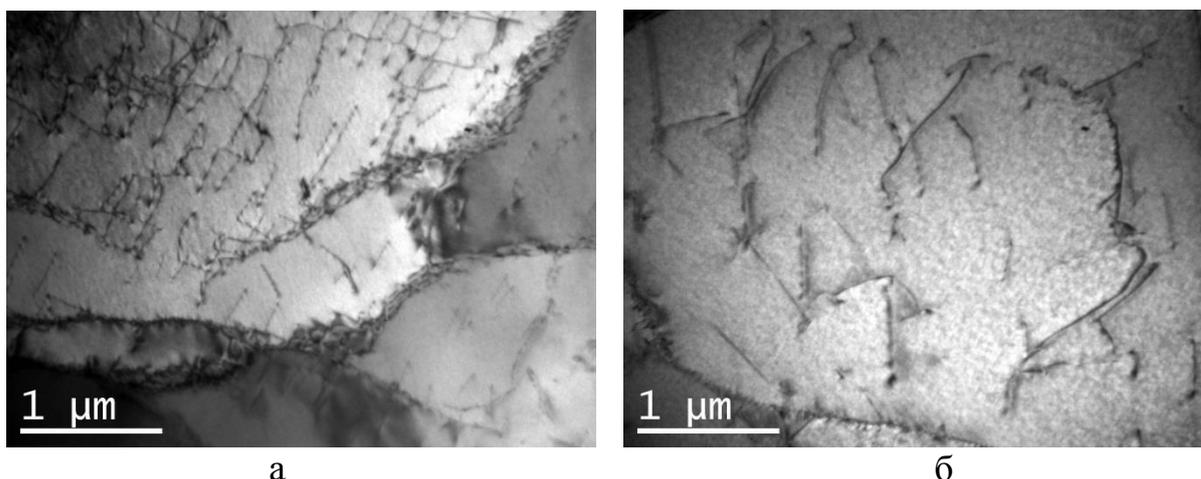


Рисунок 7 – Дислокационная структура сплава ВТИ-4 после осадки при 1010 °С: а) до 30 %, закалка в воду; б) до 70 %, закалка в воду.

Отдельное внимание уделено *механизму образования мелкозернистой структуры* во время осадки при температуре 850 °С. Структура неосаженного и выдержанного при 850 °С материала характеризуется высокой долей интерметаллидной О-фазы (30 %), что после осадки приводит к формированию структуры (рис. 8), совершенно отличной от той, что образуется при больших температурах (рис. 5). Структура материала после осадки при 850 °С в зоне локализованной деформации представлена равноосными зёрнами размером не более 2 мкм с двумя преимущественными кристаллографическими ориентациями $\{100\}_B$ и $\{111\}_B$ вдоль направления осадки.

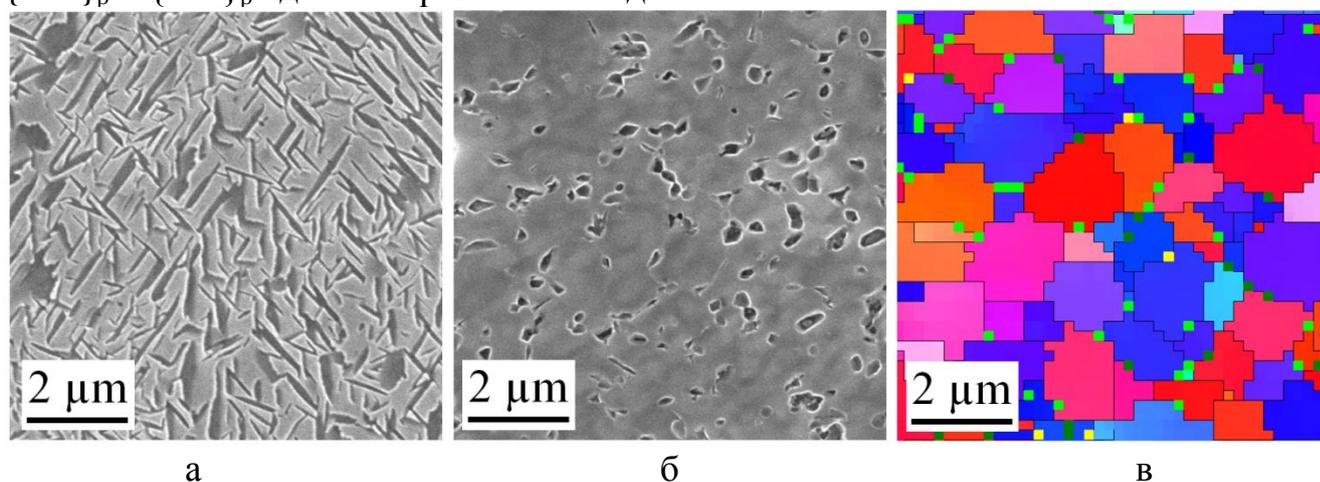


Рисунок 8 – Структура сплава ВТИ-4: а) до деформации, 850 °С, 2,5 ч; б), в) после осадки в зоне II, $T = 850 \text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon = 70 \%$, $\dot{\varepsilon} = 2,5 \text{ s}^{-1}$ (РЭМ и EBSD-карта).

Вышеописанная структура с равноосными зёрнами и высокоугловыми границами (рис. 8 в) не является результатом рекристаллизации по двум причинам: 1) недостаток времени на реализацию механизма рекристаллизации; 2) сохранение острой аксиальной текстуры деформации. Деформация при более высоких температурах показала, что каждое зерно трансформируется в отдельный «язык» деформации с одной из двух преимущественных ориентаций. Структуру после деформации при 850 °С отличает отсутствие таких «языков». Каждое

исходное крупное зерно, несмотря на единый фактор Шмидта, в результате деформации фрагментируется на множество мелких зёрен двух ориентаций.

В работе был предложен **механизм, позволяющий объяснить причину фрагментации исходного крупного зерна** (140 мкм) на мелкие зёрна (0,5 - 2 мкм) двух кристаллографических ориентаций $\langle 100 \rangle_\beta$ и $\langle 111 \rangle_\beta$ (рис 9). Предполагается, что основной причиной фрагментации является большое количество интерметаллидной фазы, условно разбивающей всё макрозерно на ячейки β -фазы, ограниченные пластинами О-фазы. Внутри каждой такой ячейки условия деформации отличаются от соседних, что определяется расположением пластин О-фазы относительно направления внешней нагрузки (рис. 9 б). Расположение пластин О-фазы определяет степень передачи деформации от непластичной интерметаллидной О-фазы к деформируемой матрице и наоборот. Нормальное положение плоскости габитуса к внешней нагрузке приводит к наиболее эффективной передаче деформации без скольжения на межфазной границе. В подтверждение этого механизма приведено сравнение распределений размеров исходных объёмов β -фазы, ограниченных О-пластинами, и размеров субзёрен после деформации при 850 °С (рис. 9 а).

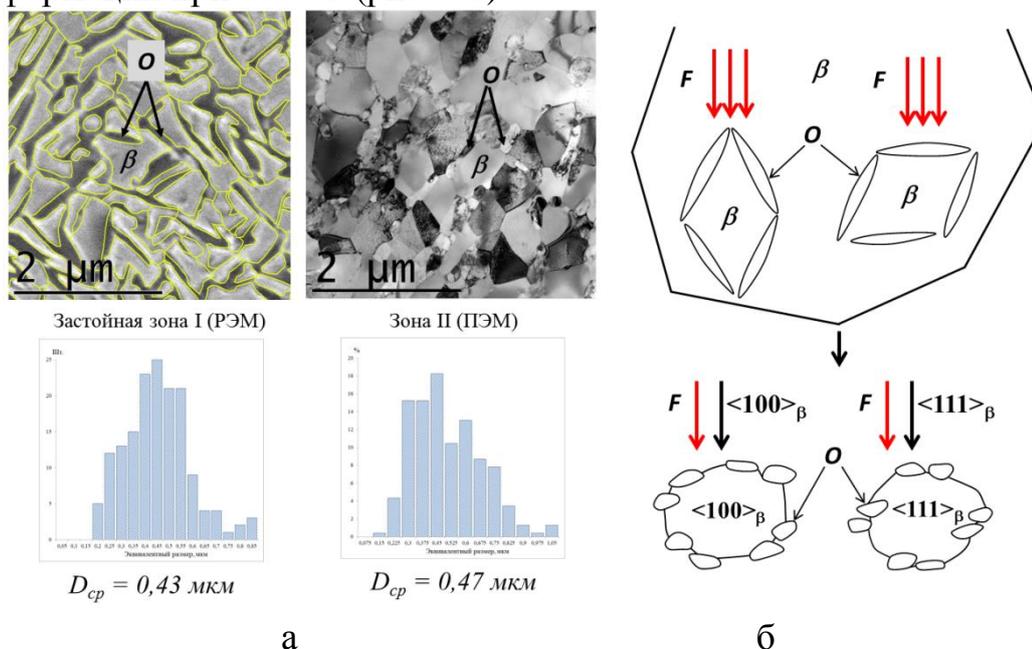


Рисунок 9 – К механизму фрагментации исходного крупного зерна на равноосные зёрна двух ориентаций: а) сравнение свободных объёмов β -фазы в застойной зоне с субзёрнами после деформации в зоне II; б) схематичное представление (масштабы ячеек и β -зерна не соблюдены).

Процесс горячей деформации сопровождается частичным растворением интерметаллидной фазы в зоне локализации деформации, что является следствием деформационного разогрева материала этой зоны в процессе осадки. Параллельно с процессом растворения идёт **процесс сфероидизации** интерметаллидных частиц. Экспериментально показаны морфологические изменения интерметаллидных частиц на разных стадиях процесса сфероидизации (рис. 10). Весь процесс можно условно разделить на две стадии: I – накопление дефектов; II – непосредственно растворение и сфероидизация.

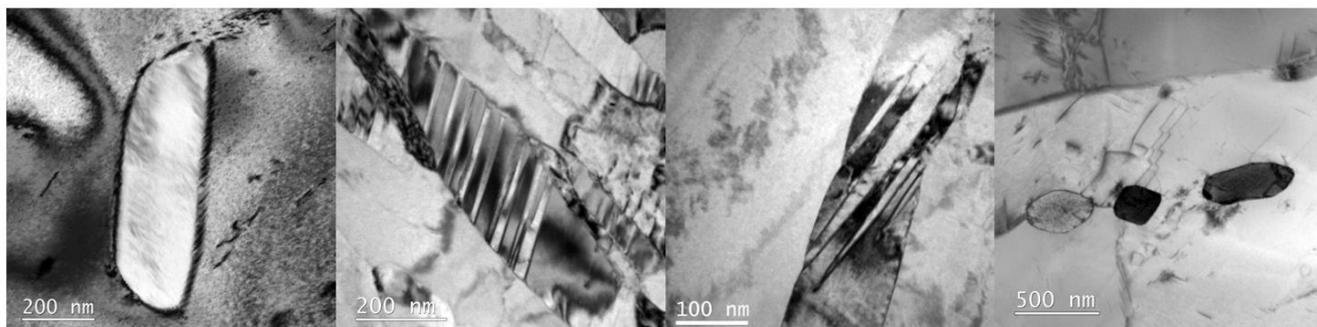
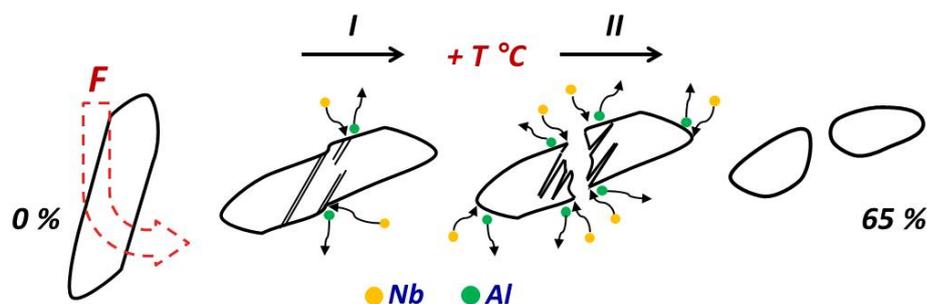


Рисунок 10 – Растворение и сфероидизация О-фазы (схема и эксперимент)
 I – накопление дефектов; II – растворение и сфероидизация. Снимки ПЭМ слева направо: исходное состояние, образование двойников ($\varepsilon = 30\%$), растворение в области дефектов ($\varepsilon = 50\%$), сфероидизированные частицы ($\varepsilon = 70\%$).

В процессе пластического течения материала частицы интерметаллидной фазы, увлекаемые β -матрицей, претерпевают разворот, но не как единого целого, а с их формоизменением. Этим обуславливается образование в частицах двойников, линий скольжения и повышение плотности дислокаций. Такие дефекты, являясь местами повышенной скорости диффузии, в сочетании с общим деформационным разогревом, ускоряют процесс растворения и сфероидизации частиц интерметаллидной фазы.

В работе показано, что основное влияние на химический состав интерметаллидной фазы оказывает температура осадки. Повышение температуры осадки приводит к снижению содержания Nb в частицах интерметаллидной фазы (табл. 3).

Методом ЭДС-картирования было обнаружено, что в результате неполного растворения частиц О-фазы во время горячей осадки на межфазных границах О/ β формируются узкие зоны с отличной концентрацией Nb и Ti. Эффект наиболее хорошо проявляется при 910 °С, но не отражается в распределении алюминия (рис. 11). Образование подобных химических неоднородностей при растворении частиц обусловлено различием в градиентах концентрации элементов на межфазной границе и на удалении от неё. Диффузионные процессы на границе успевают пройти быстрее, чем в объёме частиц, что приводит к зонам обеднения Nb и повышенной концентрации Ti. В целом, наличие такого эффекта говорит о неравновесном состоянии структуры, что вызвано резким разогревом в процессе горячей осадки и последующей фиксацией этого состояния путём закалки в воду.

Таблица 3 – Содержание Ti, Al и Nb в интерметаллидной фазе до и после осадки

Температура, степень осадки	Содержание элементов, ат. %			Фаза
	Ti	Nb	Al	
850 °C, 0%	50,0	22,6	25,3	O
850 °C, 65%	50,4	22,0	25,7	O
910 °C, 0%	54,5	19,6	24,4	O
910 °C, 65%	54,9	19,8	24,9	O
950 °C, 0%	57,9	14,7	26,3	α_2
950 °C, 65%	58,8	13,6	27,0	α_2

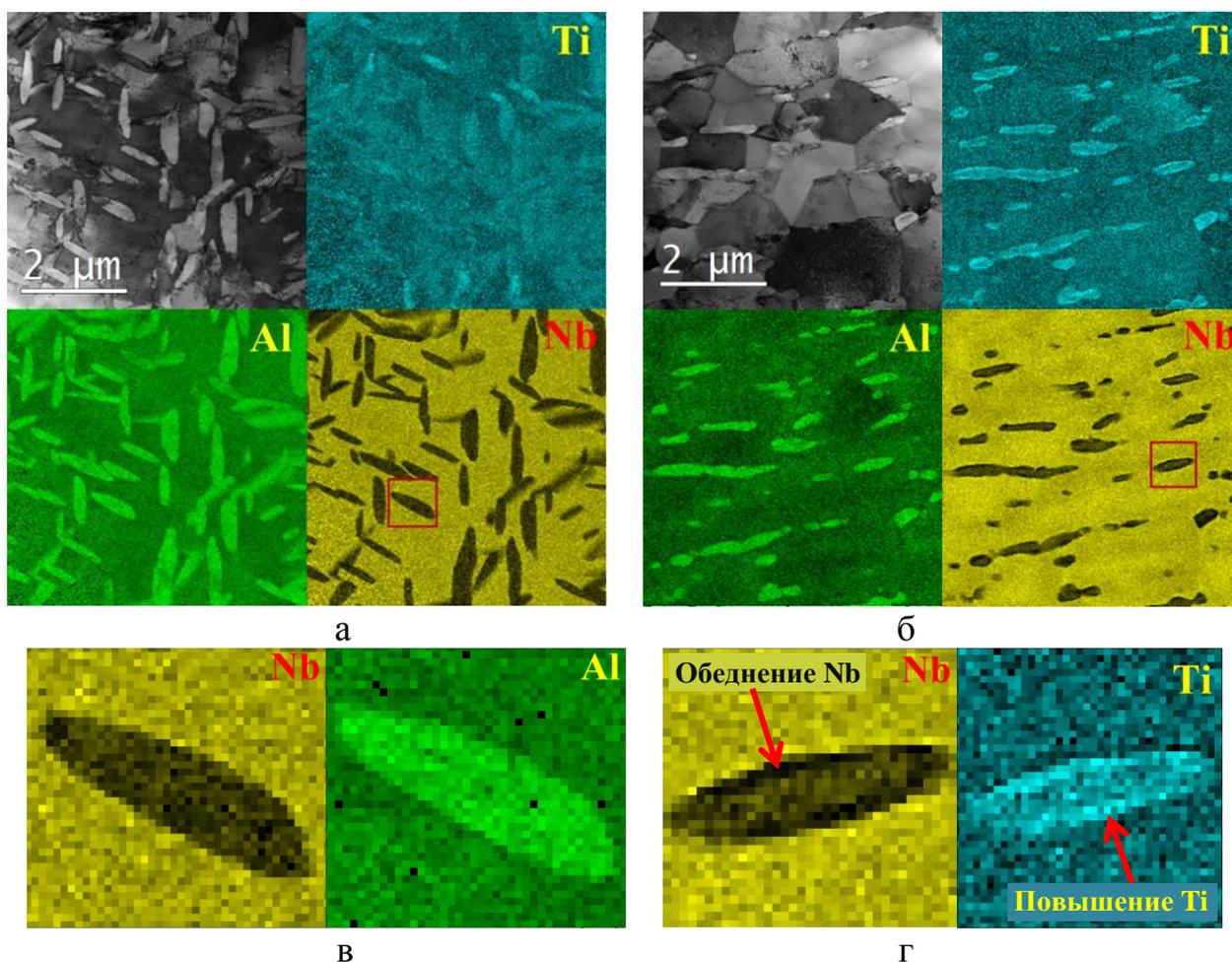


Рисунок 11 – Карты распределения Ti, Al и Nb: а) 910 °C, 2,5 ч, закалка; б) 910 °C, 65%, 2,5 с⁻¹, зона II; в), г) частицы O-фазы (увеличено).

Изменения химического состава частиц интерметаллидной O и α_2 -фазы отражаются в параметрах кристаллической решётки частиц и окружающей β -матрицы. На графике (рис. 12 а) показано, что растворение интерметаллидной фазы как при нагреве в диапазоне 850 – 910 °C, так и в процессе горячей деформации, приводит к снижению периода решётки β -фазы вследствие её обеднения ниобием и обогащения алюминием.

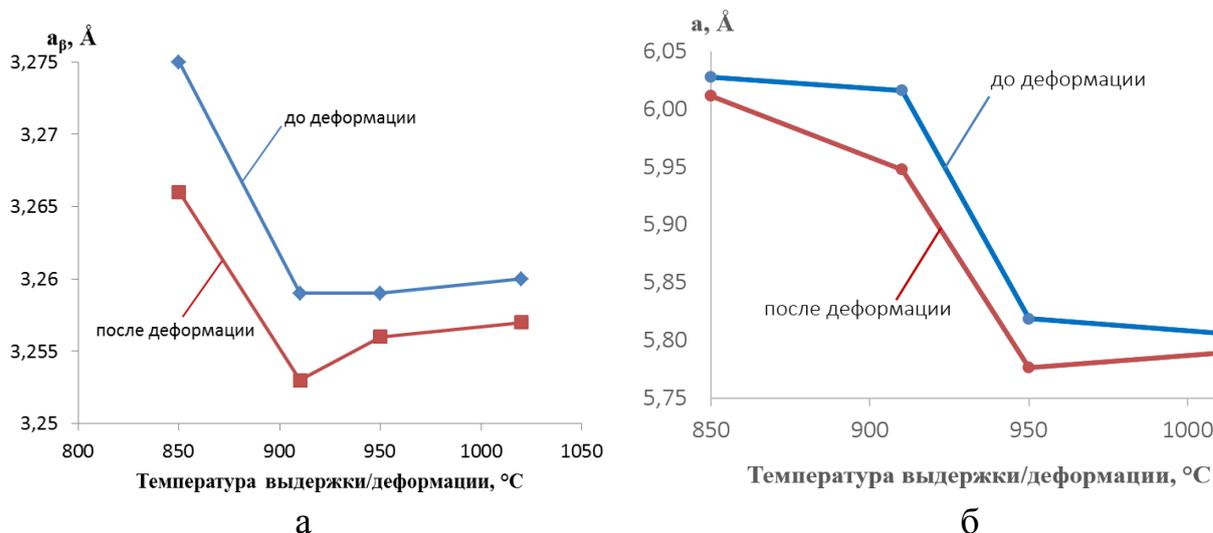


Рисунок 12 – Изменения кристаллических параметров с температурой выдержки и деформации: а) решётки β -фазы; б) параметра a для O и α_2 -фазы .

На период кристаллической решётки интерметаллидной фазы влияют два фактора: 1) изменение химического состава с увеличением температуры осадки; 2) образование в процессе осадки зон обеднения по Nb и обогащения по Ti на межфазных границах O/β или α_2/β . Оба этих процесса приводят к снижению параметра a (рис. 12 б) интерметаллидной фазы и увеличению параметра c . На рис. 13 показана корреляция между содержанием Nb в ат. % и параметром a кристаллической решётки O и α_2 -фазы. Видно, что снижение концентрации Nb в интерметаллидной фазе приводит к соответствующему уменьшению периода a её кристаллической решётки.

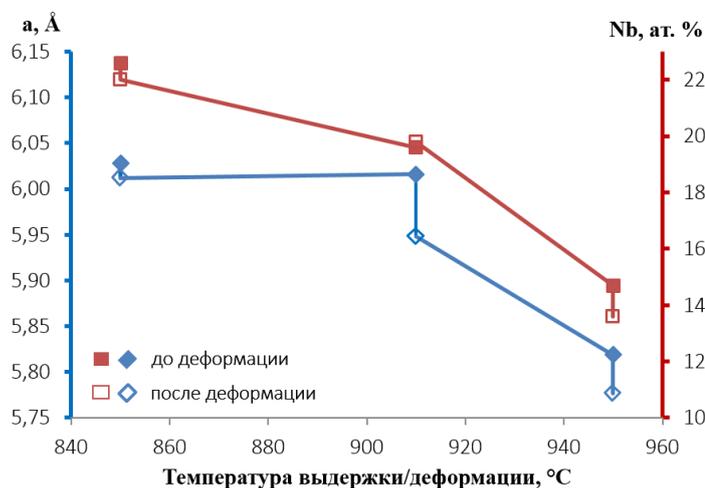


Рисунок 13 – Корреляция между параметром a интерметаллидной фазы и концентрацией Nb в интерметаллидных частицах.

Таким образом, на основе экспериментальных данных было показано, что в процессе горячей осадки сплава ВТИ-4 происходит частичное растворение интерметаллидной фазы. Это приводит к обогащению β -фазы алюминием и титаном, и обеднению ниобием, что отражается на параметрах кристаллической решётки матрицы и интерметаллидной фазы.

С целью сопоставления наблюдаемых структурных изменений распределению полей напряжений и деформаций было проведено *конечно-элементное моделирование процесса горячей осадки* сплава ВТИ-4 в программе Abaqus*. Исходными данными для расчёта служили результаты испытаний на сжатие при температуре 1010 °С и скоростью деформации 2,5 с⁻¹. Выбор температуры обусловлен отсутствием пластинчатой интерметаллидной фазы в структуре материала, способной раствориться за короткое время деформации. Это позволяет исключить влияние изменений фазового состава на физико-механические свойства материала в процессе осадки.

Ввиду высокой неоднородности деформации сплава ВТИ-4 при скорости 2,5 с⁻¹ расчёт геометрии и полей напряжений при конечной степени осадки в 70 % производился в несколько итераций через промежуточные значения степеней осадки. Для этого весь процесс деформации до 70 % был разбит на 7 шагов (рис. 14). Величины относительных деформаций составили 1,9, 3,2, 6, 8, 30, 55 и 70 %. Для каждого испытания был взят отдельный образец диаметром 10 мм и высотой 15 мм, чтобы исключить влияние предыдущего шага деформации.

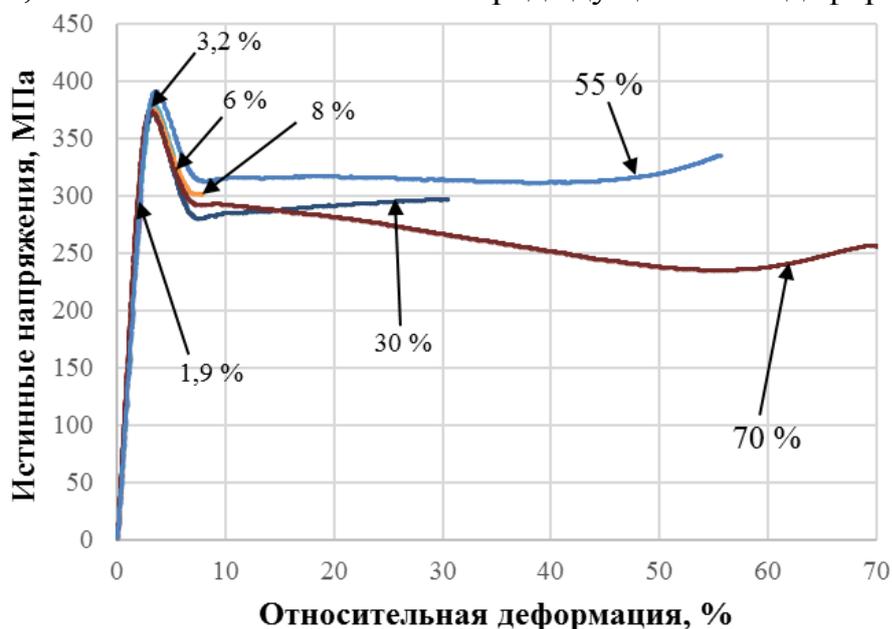


Рисунок 14 – Диаграммы осадки сплава ВТИ-4 в пересчёте на постоянный объём.
 $T = 1010 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 2,5 \text{ с}^{-1}$

В качестве критериев соответствия расчётной модели эксперименту были взяты: 1) реакции опор на торцах образца; 2) остаточные осевые и радиальные деформации. Значения реакций были получены с силоизмерительного датчика испытательной машины. Значения остаточных деформаций были получены путём замеров осаженного образца на измерительном микроскопе. Моделирование осуществлялось последовательно от наименьших деформаций до 70 %. Когда значения реакций на торцах образца и геометрических изменений достигали соответствия с экспериментальными значениями, расчёт продолжался на следующем шаге. В качестве варьируемого параметра был взят тангенциальный модуль упругости.

*Результаты получены при участии Автаева В.В. и Гриневича Д.В.

Результаты расчёта на рис. 15 в сравнении с макро и микроструктурой представлены в четырёх полях: 1) геометрических изменений модели; 2) гидростатического давления p ; 3) интенсивности напряжений σ_I ; 4) интенсивности пластической деформации ε_I^p . Указанные значения вычисляются как

$$p = -\frac{1}{3} \sigma_{ii} \quad (1)$$

$$\sigma_I = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}} \quad (2)$$

$$\varepsilon_I^p = \sqrt{\frac{2}{3} \varepsilon_{ij}^p \varepsilon_{ij}^p}, \quad (3)$$

где σ_{ii} , s_{ij} и ε_{ij}^p – элементы тензоров напряжений и пластических деформаций.

Геометрические изменения модели наглядно отображают линии течения на макроструктуре осаженных образцов (рис. 15). В распределении гидростатических давлений наблюдается зона повышенного давления (более 1 ГПа) в центральной части зоны II и отрицательного давления (-164 МПа) вблизи боковой поверхности (III). Отрицательные приповерхностные растягивающие напряжения являются фактором образования и раскрытия трещин на боковой поверхности осаживаемых образцов. Высокие значения сжимающих напряжений, напротив, позволяют реализовать в центральной области значительные деформации (более 500 %) без нарушения сплошности материала.

Распределение интенсивности деформаций отражает структурные неоднородности, формирующиеся в процессе горячей осадки. Высокие значения деформации формируют характерный крест деформации. Значения интенсивности деформации коррелируют с формоизменением зёрен материала. Так, в застойной зоне, где значения ε_I^p минимальны, зёрна сохраняют исходную равноосную форму. В зоне локализации деформации с предельными значениями интенсивности деформации в 584 % зёрна вырождаются в полосы деформации, полностью теряя исходную форму. Зёрна на периферии образца вблизи боковой поверхности ($\varepsilon_I^p = 74$ %) представляют промежуточный вариант, когда зёрна сильно уплощены, но ещё сохраняют замкнутый контур межзёренных границ.

Распределение интенсивности напряжений имеет вид, обратный распределению интенсивности пластических деформаций. Застойные зоны характеризуются повышенными значениями интенсивности напряжений (400 МПа), что вызвано стеснением деформации на торцах образца вследствие повышенного трения. В зоне локализации деформации, напротив, интенсивность напряжений минимальна (240 МПа). Дополнительное моделирование процесса осадки с нулевым коэффициентом трения между торцами образца и сдавливающим инструментом показало отсутствие формирования бочки и практически однородное распределение напряжений и деформаций. Это дополнительно подтверждает определяющую роль трения в формировании неоднородного распределения деформации при горячей осадке. Несмотря на допущение об изотропности материала и отсутствии тепловых эффектов в

расчёте, модель показала хорошее соответствие с экспериментальными измерениями и структурными неоднородностями в материале.

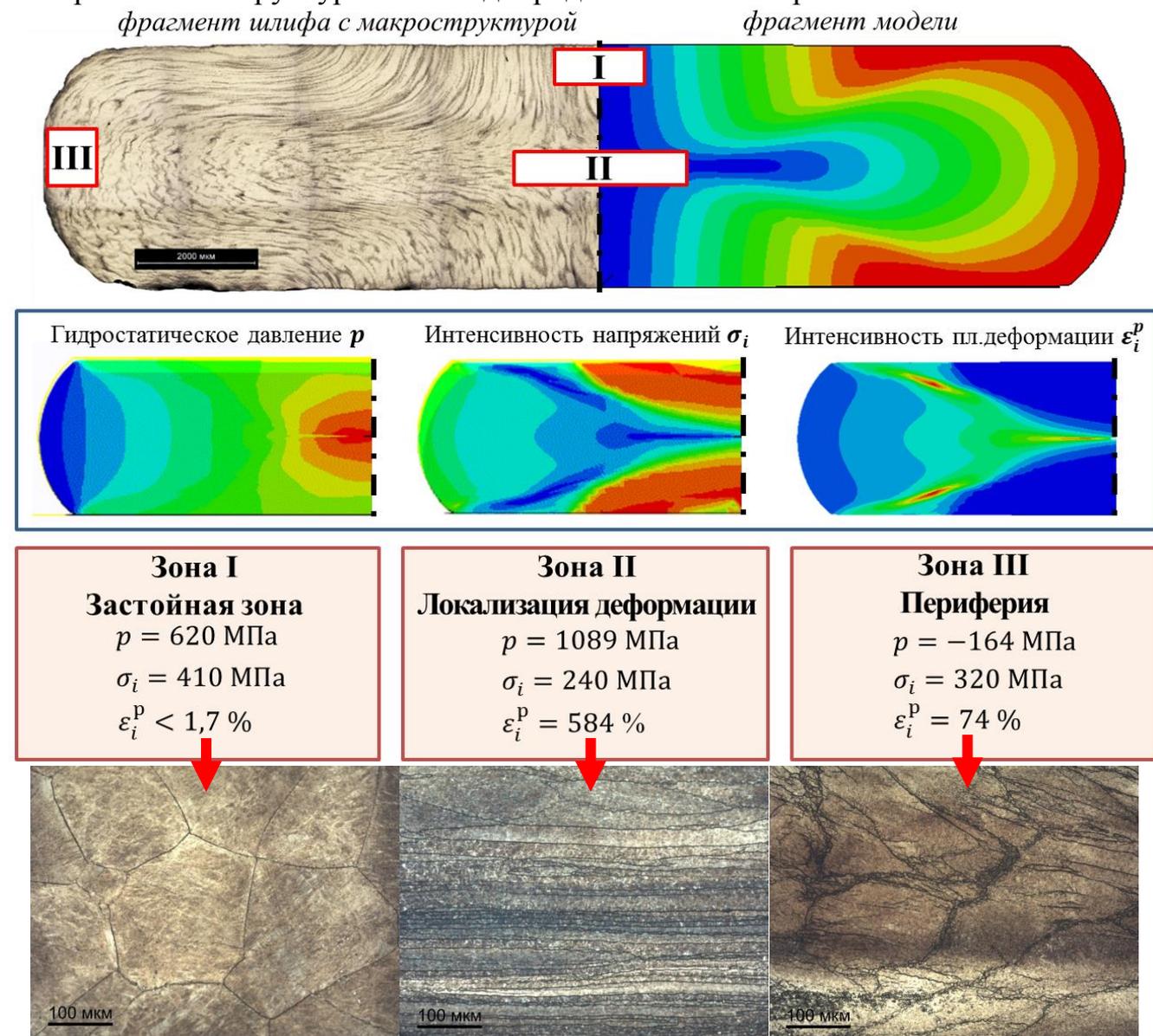


Рисунок 15 – Результаты моделирования процесса горячей осадки сплав ВТИ-4 в сравнении с макроструктурой и микроструктурой осажённых образцов в различных зонах.

В пятой главе – «Статическая рекристаллизация, старение и оптимизация режима горячей осадки сплава ВТИ-4» – отображены результаты экспериментов по рекристаллизационному отжигу осажённого сплава ВТИ-4, построена карта рекристаллизации для температур осадки 850 °С – 1130 °С, приведены рекомендации по горячей осадке сплава ВТИ-4 и разработан режим двухступенчатой осадки, позволяющий минимизировать деформационную неоднородность и устранить зоны локализации деформации.

Отжиг осажённых образцов проводили при температуре 1010 °С в течение 30 минут с последующей закалкой в воду. Результаты показывают, что процесс рекристаллизации идёт при отжиге образцов, осажённых только при относительно

низких температурах: 850 – 950 °С (рис. 16). После осадки при более высоких температурах (1020 °С и выше) в процессе отжига реализуется статический возврат, что не позволяет восстановить равноосную форму зёрен и бестекстурное состояние. В зонах локализации деформации даже после 3-х часов отжига сохраняются языки деформации и острая аксиальная текстура, а все изменения состоят в укрупнении зерна по механизму собирательной рекристаллизации. Причиной такого поведения является низкая дислокационная плотность, сформировавшаяся в процессе горячей осадки из-за динамического возврата и при последующем статическом возврате.

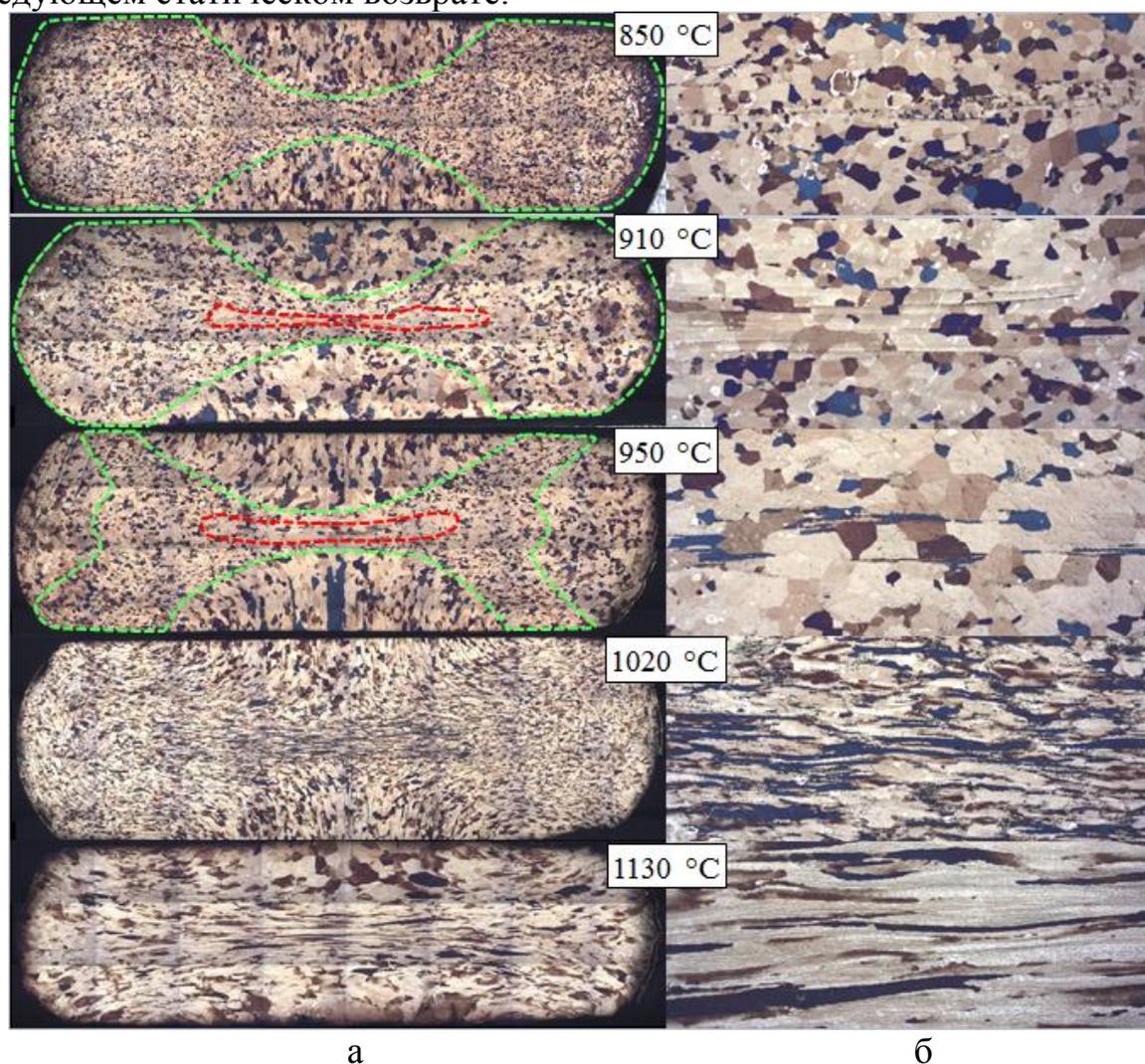


Рисунок 16 – Макроструктура (а) и микроструктура (б) центральной области образцов сплава ВТИ-4 после осадки до 70 % и отжига при 1010 °С в течение 30 минут. Пунктиром обозначены области, где прошла рекристаллизация.

На основе результатов исследований составлена карта рекристаллизации для центральной зоны локализованной деформации (рис. 17). Карта позволяет установить температурные диапазоны и степени осадки, при которых последующий отжиг позволяет устранить структурную неоднородность, вызванную локализацией деформации в центре осаживаемых образцов. Как видно из карты, даже после горячей деформации при 910 °С и 950 °С до 70 % в центре

осаженных образцов формируются области, не устраняемые при последующем рекристаллизационном отжиге.

Степень осадки, %	70	+	\pm	\pm	-	-
	50	+	+	+	-	-
	30	+	+	+	-	-
		850	910	950	1020	1130
		Температура осадки, °С				

Рисунок 17 – Карта рекристаллизации для центральных областей локализованной деформации (зона II). Отжиг 1010 °С, 30 минут.

На основе карты рекристаллизации составлены рекомендации по горячей осадке сплава ВТИ-4:

1) Температура осадки не должна быть выше 950 °С. При более высоких температурах в материале происходит статический возврат без возможности восстановления кристаллографической текстуры и формы зерна.

2) Степень относительной деформации за одну ступень осадки не должна превышать 50 %, чтобы не допустить образования невосстанавливаемой зоны локализованной деформации.

3) Между ступенями осадки полуфабриката необходимо проводить рекристаллизационный отжиг при температурах 1030 – 1050 °С в течение 30 – 90 минут. Отжиг позволяет устранить деформационную неоднородность от предыдущей ступени осадки, восстановив бестекстурное состояние материала и равноосную форму зёрен.

Согласно рекомендациям разработан и опробован на экспериментальных образцах следующий режим двухступенчатой осадки (рис. 18):

- нагрев до 950 °С, выдержка 30 минут
- осадка на 45 % со скоростью деформации 0,1 с⁻¹
- нагрев до 1050 °С, выдержка 30 минут
- охлаждение до 950 °С, выдержка 30 минут
- осадка до 70 % относительно исходной высоты ($\dot{\epsilon} = 0,1 \text{ с}^{-1}$)
- нагрев до 1050 °С, выдержка 30 минут
- охлаждение на воздухе (или с печью)

Макроструктура образцов, осаженных по предложенному режиму, характеризуется отсутствием зон локализации деформации, однородным размером зерна, отсутствием текстуры деформации в центральной части образцов.

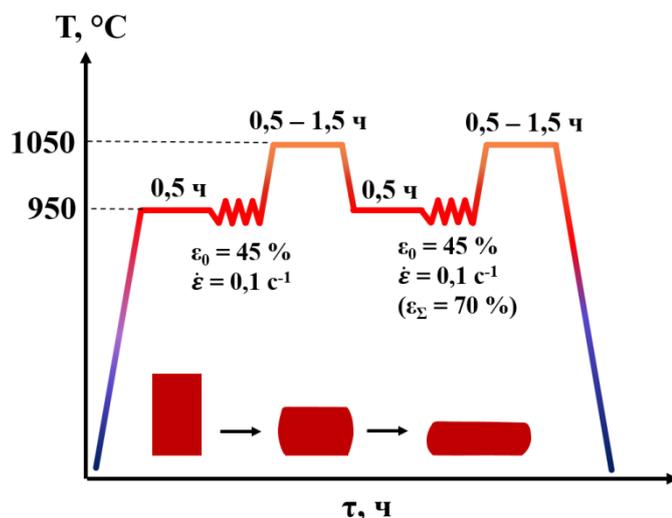


Рисунок 18 – Диаграмма двухступенчатого режима осадки сплава ВТИ-4

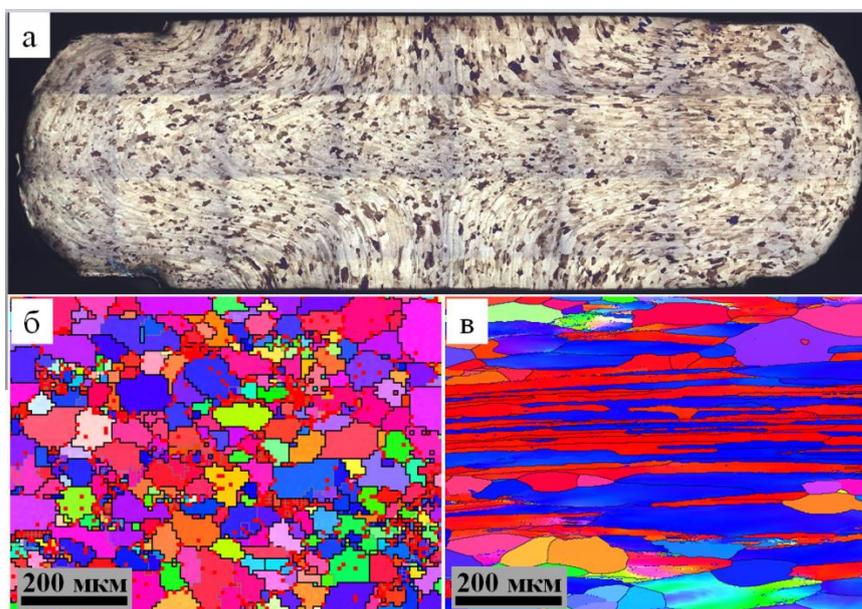


Рисунок 19 – Макроструктура и EBSD-карты зоны локализации деформации а), б) двухступенчатый режим; в) осадка 1010 °С, 70% + 1010 °С, 30 мин.

Предлагаемые рекомендации позволили скорректировать режим горячей осадки заготовок для раскатных колец в рамках проведения опытно-технологических работ на предприятии ПАО «Русполимет».

В последней части главы рассмотрено влияние деформации на кинетику роста О-фазы при старении. Старение было проведено при 700 °С с разной выдержкой (30, 90 и 270 мин) на образцах, как после деформации, так и недеформированных образцов, охлаждённых на воздухе и в воде.

Показано, что образующаяся при старении деформированного сплава О-фаза имеет в 2-3 раза меньшие размеры, чем после старения недеформированного сплава. Основной причиной сдерживания является развитая субзёрненная структура деформированного сплава. Малоугловые границы служат препятствием для непрерывного роста пластин О-фазы. Показано, что размеры субзёрен являются определяющим фактором максимальных размеров пластин

интерметаллидной фазы. В недеформированном состоянии субзёрненная структура слабо развита, поэтому сдерживание роста происходит только на межфазных границах соседних пластин.

Показано, что, несмотря на различное исходное состояние сплава перед старением и различия в конечных размерах О-фазы, параметры её кристаллической решётки стремятся к одним и тем же значениям ($a = 6,06 \text{ \AA}$, $b = 9,64 \text{ \AA}$, $c = 4,66 \text{ \AA}$) уже после 4,5 часов старения. Скорость изменения кристаллических параметров может служить надёжным критерием минимально необходимой длительности старения сплава ВТИ-4.

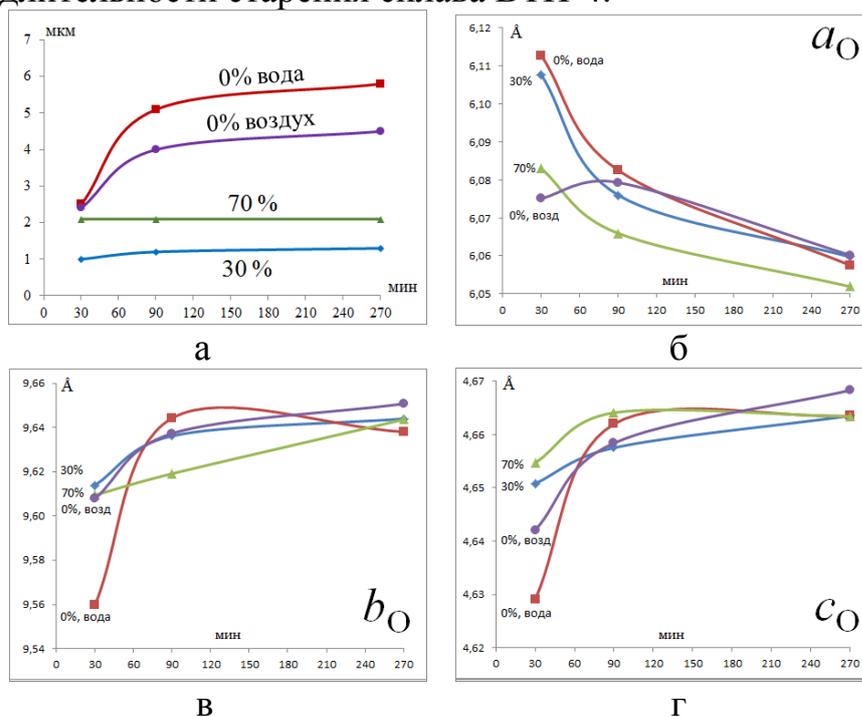


Рисунок 20 – Изменение размеров О-фазы (а) и параметров её решётки после старения при 700 °С (б – г).

ВЫВОДЫ

1. Определена последовательность и температурные интервалы фазовых превращений в сплаве ВТИ-4 при нагреве до 1200 °С. Двухфазное состояние ($\beta + O$) сохраняется до температуры 930 °С, завершаясь полным растворением О-фазы и переходом в промежуточную однофазную β -область. Доказано, что реакции растворения О-фазы ($\beta + O \rightarrow \beta$) и выделения α_2 -фазы ($\beta \rightarrow \beta + \alpha_2$) происходят в неперекрывающихся температурных диапазонах, разделённых узкой однофазной β -областью.
2. Установлено, что в процессе горячей осадки сплава ВТИ-4 при температурах 850 – 1130 °С происходит локализация деформации в узкой центральной области, характеризующейся острой двухкомпонентной аксиальной текстурой $\{100\}_\beta$ и $\{111\}_\beta$ и развитой субзёрненной структурой. Доказано, что формирование такой структуры является результатом динамического и последующего статического возврата. Установлено, что горячая осадка при

- 850 °С приводит к формированию особого типа структуры с мелким равноосным зерном (0,5 – 2 мкм) в двух преимущественных ориентациях $\{100\}_\beta$ и $\{111\}_\beta$. Предложен механизм формирования такой структуры, обусловленный наличием большого количества О-фазы (30 %), частицы которой создают различные условия деформации в микрообъёмах β -фазы.
3. Показано, что в процессе горячей осадки сплава ВТИ-4 при температурах 850 – 950 °С в области локализации деформации происходит частичное растворение и сфероидизация интерметаллидной фазы с уменьшением её доли в 2–3 раза. Установлено, что нерастворенные частицы служат сдерживающим фактором роста субзёрен, тормозя миграцию малоугловых границ. Растворение интерметаллидной фазы во время осадки приводит к снижению параметра кристаллической решётки β -матрицы вследствие её обогащения Al и обеднения по Nb.
 4. Показано, что центральные области осаживаемого образца характеризуются высокими значениями интенсивности деформаций (585 %) и гидростатического давления (более 1 ГПа). Характер распределения интенсивности деформации согласуется с формоизменением зёрен материала. Моделирование осадки без учёта трения на торцах подтвердило определяющую роль трения в формировании неоднородного распределения деформации.
 5. Установлено, что первичная рекристаллизация возможна при отжиге сплава ВТИ-4, осажённого при температурах в диапазоне 850 – 950 °С. Горячая деформация при температурах 1020 °С – 1130 °С до любых степеней осадки не позволяет достичь уровня наклёпа, необходимого для первичной рекристаллизации. Построена карта рекристаллизации для сплава ВТИ-4 после горячей деформации и даны рекомендации к проведению горячей осадки. Показано, что субзёрненная структура, сформированная в процессе горячей осадки, является сдерживающим фактором роста интерметаллидной фазы при дальнейшем старении и определяет её максимальные размеры.
 6. Разработан и опробован режим горячей двухступенчатой осадки сплава ВТИ-4 при 950 °С, включающий промежуточные нагревы до 1050 °С для восстановления зёрненной структуры и бестекстурного состояния. Предложенный режим позволяет производить осадку до 70 %, получая однородную структуру по сечению образца без текстурных неоднородностей.

Основные результаты диссертации отражены в следующих работах, опубликованных в журналах, входящих в перечень ВАК:

1. **Zavodov A.V.**, Nochovnaya N.A., Lyakhov A.A., Filonova E.V. Effect of deformation band on the strength of a rolled plate of intermetallic titanium alloy based on Ti-22Al-25Nb system // *Materials Characterization*. 2021. Vol. 180. Art. 111438;
2. **Заводов А.В.**, Медведев П.Н., Ночовная Н.А. Особенности формирования зон локализованной деформации при горячей осадке сплава ВТИ-4 и последующем отжиге // *Труды ВИАМ*. 2020. № 12. С. 14 – 22;

3. Автаев В.В., Гриневиц Д.В., **Заводов А.В.** Моделирование горячей осадки интерметаллидного титанового сплава ВТИ-4 в условиях высокоскоростного нагружения // Материаловедение. 2020. № 12. С. 10 – 16;
4. **Заводов А.В.** Медведев П.Н., Ночовная Н.А. Влияние дислокационной плотности и концентрации вакансий на процессы роста О-фазы в сплаве на основе Ti_2AlNb // Металловедение и термическая обработка. 2020. № 10. С. 13 – 17;
5. **Заводов А.В.**, Наприенко С.А., Медведев П.Н., Ночовная Н.А. Фазовые и структурные превращения в сплаве ВТИ-4 системы $Ti-22Al-25Nb$ при высокоскоростной горячей осадке // Металлы. 2020. № 5. С. 77 – 85.
6. **Заводов А.В.**, Оспенникова О.Г., Наприенко С.А., Раевских А.Н. Изменения текстурного состояния и зёрненной структуры в процессе динамической высокотемпературной осадки сплава ВТИ-4 системы $Ti-22Al-25Nb$ // Технология лёгких сплавов. 2019. № 4. С. 35 – 46.
7. **Заводов А.В.**, Ночовная Н.А., Алексеев Е.Б., Новак А.В. Динамика изменения структурно-фазового состояния при отжиге интерметаллидного сплава системы $Ti-Al-Nb$ // Титан. 2017. № 4. С. 23 – 28.

Отпечатан 1 экз.

Исп. А.В. Заводов

Печ. А.В. Заводов

Автореферат А.В. Заводова

«Фазовые и структурные превращения в сплаве ВТИ-4 на основе интерметаллида Ti_2AlNb при горячей деформации и последующей термической обработке»

Подписано в печать 2022 г. Заказ ...

Формат бумаги 60×90/16. Печ. л 1. Тираж 100 экз.

Отпечатано в типографии НИЦ «Курчатовский институт» – ВИАМ.
105005, г. Москва, ул. Радио, 17.