

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ  
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
АВИАЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ» НАЦИОНАЛЬНОГО  
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО ЦЕНТРА «КУРЧАТОВСКИЙ ИНСТИТУТ»**

На правах рукописи

**ЗАВODOV 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»

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель:  
Доктор технических наук,  
Ночовная Н.А.

Москва, 2022 г.

## АННОТАЦИЯ

Работа посвящена изучению механизмов пластической деформации и структурно-фазовых изменений в интерметаллидном титановом сплаве ВТИ-4 на основе О-фазы  $Ti_2AlNb$  в условиях изотермической горячей осадки. Температурный диапазон деформации в работе составил 850 – 1130 °С при скоростях деформирования 0,1 – 2,5 с<sup>-1</sup> и предельной степени осадки в 70 %.

Изучены процессы фазовых и структурных превращений в сплаве ВТИ-4 при нагреве до температур горячей осадки, уточнены границы фазовых областей и составлена общая последовательность превращений в диапазоне 850 – 1200 °С. Описаны макроструктурные неоднородности, возникающие при горячей осадке, изучены текстурные изменения материала в областях локализации деформации. Предложен механизм образования мелкозернистой (0,5 – 2 мкм) структуры с острой аксиальной текстурой, образующейся при осадке в двухфазной области  $\beta+O$  в процессе осадки при 850 °С. Подробно описаны процессы растворения и сфероидизации О-фазы, происходящие в зоне локализации деформации. Детально изучено изменение химического состава и кристаллографических параметров интерметаллидной фазы в процессе её растворения при горячей осадке. Проведено моделирование процесса горячей осадки, результаты моделирования сопоставлены с реальными параметрами испытаний и структурными изменениями в материале.

Изучено влияние температуры горячей осадки на процессы рекристаллизации и возврата при последующем отжиге. Установлено, что динамический возврат при горячей деформации является причиной отсутствия зарождения зёрен рекристаллизации в зоне локализации деформации. Составлена карта рекристаллизации для температур осадки 850 – 1130 °С и степеней осадки 30 % – 70 %. На основе результатов исследований разработан режим двухступенчатой осадки, позволяющий минимизировать структурную неоднородность и исключить области локализации деформации. Работа изложена на 135 страницах, включая 9 таблиц, 56 рисунков и 96 источников.

## СОДЕРЖАНИЕ

АННОТАЦИЯ.....	2
Введение.....	5
1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА.....	8
1.1 Фазовый состав сплавов на основе интерметаллида $Ti_2AlNb$ .....	8
1.2 Фазовые превращения при термической обработке.....	17
1.3 Сфероидизация интерметаллидной фазы в процессе горячей деформации.....	19
1.4 Влияние структурных параметров на свойства ортосплавов.....	24
1.5 Деформационное поведение сплавов системы Ti-Al-Nb.....	28
Выводы по литературному обзору и постановка задачи.....	36
2 ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ.....	39
2.1 Объекты исследования.....	39
2.2 Проведение горячей осадки.....	39
2.3 Методы исследования.....	40
3 ПРОЦЕССЫ, ПРОИСХОДЯЩИЕ В ТИТАНОВЫХ ОРТОСПЛАВАХ ПРИ НАГРЕВЕ.....	42
3.1 Структурно-фазовые превращения в сплаве ВТИ-4 при нагреве.....	43
3.2 Последовательность превращений при нагреве сплава ВТИ-4.....	50
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3.....	52
4 ПРОЦЕССЫ, ПРОИСХОДЯЩИЕ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ.....	54
4.1 Макроструктурные и текстурные изменения при горячей осадке.....	56
4.1.1 Макроструктура.....	56
4.1.2 Текстурное состояние.....	58
4.1.3 Механизм структурных превращений при горячей деформации.....	63
4.2 Динамический и статический возврат.....	66

4.2.1 Стадии горячей деформации .....	66
4.2.2 Формирование субзёрненной структуры .....	68
4.3 Деформация, затруднённая интерметаллидной O-фазой $Ti_2AlNb$ .....	72
4.3.1 Растворение и динамическая сфероидизация .....	74
4.3.2 Механизм растворения и сфероидизации O-фазы .....	76
4.3.3 Изменение химического состава при растворении O и $\alpha_2$ -фазы.....	78
4.3.4 Механизм деформации локализованными объёмами $\beta$ -фазы.....	85
4.4 Моделирование процесса горячей осадки .....	90
4.4.1 Методика испытаний и выбор температуры.....	90
4.4.2 Методика моделирования в Abaqus .....	93
4.4.3 Результаты моделирования.....	95
4.4.4 Анализ полей напряжений и деформаций.....	97
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4 .....	103
5 СТАТИЧЕСКАЯ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ, СТАРЕНИЕ И ОПТИМИЗАЦИЯ РЕЖИМА ГОРЯЧЕЙ ОСАДКИ СПЛАВА ВТИ-4 .....	105
5.1 Рекристаллизационный отжиг после горячей осадки .....	106
5.2 Оптимизация режима горячей осадки.....	113
5.3 Влияние деформации на рост O-фазы при старении.....	117
ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5 .....	120
ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ .....	122
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ .....	125
Приложение 1 .....	135

## Введение

Интерметаллидные титановые сплавы на основе фазы  $Ti_2AlNb$  были впервые изучены в 1987 году в индийской исследовательской лаборатории оборонной металлургии (Defence Metallurgical Research Laboratory (DMRL)) под руководством Банержи [1]. В сплаве  $Ti-25Al-12Nb$  им впервые была обнаружена интерметаллидная фаза  $Ti_2AlNb$  с орторомбической решёткой. Публикации последующих десяти лет в основном были посвящены подробному изучению фазовых областей в системе  $Ti-Al-Nb$  [2], кристаллографическим особенностям фазовых превращений, диффузионным и сдвиговым механизмам зарождения фаз [3, 4, 5]. В целом работы в этот период носили исключительно исследовательский характер.

Только в начале 2000-х годов титановые интерметаллидные сплавы стали восприниматься в качестве потенциального конструкционного материала [6]. Работы по интерметаллидным титановым сплавам на основе орторомбической фазы  $Ti_2AlNb$  приобрели более прикладной характер, появились систематические работы по термической обработке сплава, влиянию режимов ТО на формирование структуры [7, 8, 9]. В работах стали публиковать механические свойства, что позволило осознать перспективы применения материала, в частности в двигателестроении.

Однако первые попытки освоения производства изделий из титановых ортосплавов выявили характерные для интерметаллидных титановых сплавов низкую технологичность, в частности неудовлетворительную обрабатываемость давлением и резанием [10]. Также выявилась высокая чувствительность механических свойств к изменениям в химическом составе сплава.

Выявив перспективы применения интерметаллидных сплавов в двигателестроении, а также основные технологические проблемы, профильные институты сместили акцент своих исследований на изучение деформационного поведения сплавов. В прошедшее десятилетие (2010 – 2020 гг.) наряду с дальнейшим изучением и оптимизацией режимов термической обработки

появилось значительное количество работ по горячей деформации сплавов системы Ti-22Al-25Nb. Исследователи активно занимаются построением диаграмм деформирования, подбирают оптимальные скорости, температуры и степени осадки интерметаллидных ортосплавов. В работах активно применяются методы конечно-элементного моделирования и прогнозирования процессов деформации с помощью нейронных сетей [11, 12]. Изучаются особенности фазовых и структурных превращений в условиях горячей деформации.

Также в связи с необходимостью внедрения титановых ортосплавов в производство, появляются работы по изучению высокотемпературных свойств, таких как статическая прочность, ползучесть, циклическая прочность [13], жаростойкость.

В последнее время публикуется много работ, посвящённых порошковой технологии получения изделий из титановых ортосплавов [14, 15, 16], в частности методами горячего прессования и лазерного селективного сплавления.

Неугасаемый интерес к освоению интерметаллидных титановых сплавов на основе фазы Ti<sub>2</sub>AlNb, в особенности со стороны китайских исследователей, прямо указывает на перспективные возможности сплавов системы Ti-Al-Nb в качестве изделий в двигателестроении. В частности, титановые ортосплавы способны заменить некоторые жаропрочные стали и низкотемпературные никелевые сплавы, ощутимо снизив вес конструкций и увеличив удельную мощность авиационных двигателей [17].

#### **Научная новизна настоящей работы состоит в следующем:**

1. Установлено существование в сплаве ВТИ-4 низкотемпературной однофазной β-области в диапазоне 930 – 950 °С, разделяющей две двухфазные области β+O и β+α<sub>2</sub>. Существование такой области обусловлено последовательными, не пересекающимися во времени процессами растворения O-фазы и выделения α<sub>2</sub>-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 О-фазы в 30 %. Разориентированные пластины О-фазы разграничивают  $\beta$ -зерно на микрообъёмы, в каждом из которых формируются различные условия деформации, что приводит к их различной переориентации при горячей осадке.

3. Установлен механизм сдерживания роста О-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 О-фазы и таким образом ограничивают её максимальный размер.

#### **Практическая значимость:**

1. Составлена карта рекристаллизации для сплава ВТИ-4 в диапазоне температур осадки 850 – 1130 °С и степеней осадки от 30 % до 70 %, что является основой 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.

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.

# 1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ВОПРОСА

## 1.1 Фазовый состав сплавов на основе интерметаллида $Ti_2AlNb$

В сплавах системы Ti-Al-Nb с близким содержанием Al и Nb, таких как Ti-22Al-25Nb, присутствует три основных фазы: орторомбическая фаза  $Ti_2AlNb$  (Cmcm, oC16), преобладающая в структуре материала после старения;  $\alpha_2$ -фаза на основе соединения  $Ti_3Al$  ( $D0_{19}$ : $P6_3/mmc$ , hP8), в котором часть позиций атомов Ti занимают атомы Nb; и матричная фаза B2 (типа CsCl:  $Pm\bar{3}m$ , cP2), являющаяся упорядоченным твердым раствором Al и Nb в  $\beta$ -Ti [18]. В таблице 1 представлены параметры кристаллических решёток перечисленных фаз. Приведённые значения являются средними, т.к. в зависимости от температуры и времени выдержки параметр кристаллической решётки меняется.

Таблица 1 – Параметры кристаллических решёток фаз, наблюдаемых в сплаве Ti-22Al-25Nb [19].

Фаза	Параметры кристаллической решётки, Å			Пр. гр.
	a	b	c	
B2	3,26	-	-	$Pm\bar{3}m$
$D0_{19}$	5,81	-	4,67	$P6_3/mmc$
O	6,05	9,65	4,65	Cmcm

Соотношение объёмных долей фаз, их морфология, химический состав формируют всё многообразие структур, наблюдаемых в интерметаллидных ортосплавах. В то же время, каждая из этих фаз обладает своими особенностями, различной степенью упорядочения, физико-механическими характеристиками.

### 1.1.1 Матричная фаза B2

Фаза B2 образуется при кристаллизации интерметаллидных титановых сплавов системы Ti-Al-Nb [20] и представляет собой твердый раствор с кубической упорядоченной решёткой ( $Pm\bar{3}m$ , тип CsCl). Полностью

разупорядоченный твердый раствор принято называть  $\beta$ -фазой ( $Im\bar{3}m$ ). При дальнейшем охлаждении в матрице этой фазы выделяются  $\alpha_2$ - и O-фаза. В зависимости от термической обработки  $\beta$ -фаза может занимать как весь объём материала в виде зёрен, так и составлять минимальную долю около 30 %, в случае, когда основной объём занят упрочняющей O-фазой [19].

Основное внимание исследователей при изучении B2-фазы сосредоточено на её атомной структуре и степени порядка. Так, в сплаве Ti-26Al-10Nb (ат. %) методом ЭДС каналирования (ALCHEMI) было показано [1], что атомы Ti занимают одну подрешётку (позиция 000), а атомы Al и Nb вторую подрешётку (позиция  $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$ ). При этом отмечается, что при изменении содержания Nb или отклонении от стехиометрического состава АВ расположение атомов в решётке B2-фазы может быть иным.

В работе [21] показано, что повышенное содержание Nb приводит к увеличению интенсивности сверхструктурных отражений решётки B2-фазы, что косвенно свидетельствует об увеличении степени упорядочения. Низкое содержание Nb (12 ат. %) приводит к отсутствию признаков упорядочения матричной фазы. В то же время авторы работы [22] выполнили численную оценку степени упорядочения B2 фазы в сплаве низким содержанием ниобия (Ti-28Al-13Nb-2(Zr,Mo) ат. %) и показали, что упорядочение в этом сплаве всё же присутствует. Степень упорядочения, определяемая на основе сравнения интенсивностей структурных и сверхструктурных линий, имела значения от  $S^2 = 0,36$  до  $S^2 = 0,61$ . Подобные значения были оценены как свидетельство низкой степени упорядочения.

Аналогичное значение степени упорядочения  $\beta$ -фазы вычислили в работе [23] на основе экспериментальных данных, полученных методом высокоэнергетической рентгеновской дифракции на просвет. Максимальное значение степени упорядочения составило  $S^2 = 0,6$ . Снижение температуры выдержки приводит к уменьшению степени упорядочения вплоть до нулевого значения, т.е. полного разупорядочения, при 800 °С. Такое изменение связывают с образованием интерметаллидной O-фазы. Однако, учитывая

значительную долю образующейся О-фазы, а также изначально низкую интенсивность сверхструктурных отражений, авторы предполагают, что в действительности, решётка  $\beta$ -фазы не разупорядочивается полностью, а проблема видимости сверхструктурных линий связывается с ограниченными возможностями исследовательского оборудования.

Признаки упорядочения В2 фазы наблюдаются не только дифракционными методами (рентгеновская и электронная дифракция), но и методами электронной просвечивающей микроскопии. Ярким проявлением упорядочения твердого раствора служат антифазные границы [21, 24] и наличие твидового контраста на ПЭМ изображениях [25].

Отдельное внимание стоит обратить на зависимость периода кристаллической решётки В2-фазы от температуры выдержки. В работах [19, 23, 26, 27] показано, что в области 800 – 850 °С происходит резкое изменение периода кристаллической решётки В2-фазы (рис. 1). Основной причиной резкого изменения периода является выделение упрочняющей О-фазы, занимающей до 90 % объёма материала. Образование О-фазы происходит именно в области температур 800 – 850 °С. В процессе образования и роста интерметаллидной О-фазы происходит обогащение В2-фазы ниобием и обеднение алюминием, что приводит к увеличению периода кристаллической решётки В2-фазы.

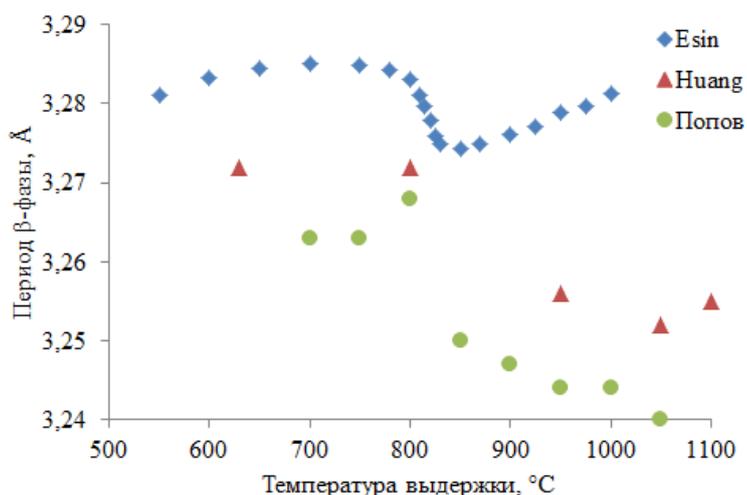


Рисунок 1 - Зависимость периода  $\beta$ -фазы от температуры выдержки по данным работ [19, 23, 26]

### 1.1.2 Интерметаллидная $\alpha_2$ -фаза на основе $Ti_3Al$

Интерметаллидная  $\alpha_2$ -фаза имеет упорядоченную гексагональную решётку  $D0_{19}$ , пространственную группу  $P6_3/mmc$ . В сплавах системы Ti-Al-Nb  $\alpha_2$ -фаза основана на соединении  $Ti_3Al$  с присутствием дополнительных атомов Nb. Согласно [28] атомы Al и Ti в кристаллической решётке  $\alpha_2$ -фазы занимают положения аналогичные положению атомов в чистом соединении  $Ti_3Al$ , а атомы Nb занимают те же места, что и атомы Ti в количестве, зависящем от общей концентрации Nb.

Интерметаллидная  $\alpha_2$ -фаза первой выделяется из твердого раствора B2-фазы при охлаждении с температуры однофазной области. Образование  $\alpha_2$ -фазы происходит согласно ориентационным соотношениям Бюргерса  $[111]_{\beta} // [110]_{\alpha}; (011)_{\beta} // (001)_{\alpha}$  [19, 29]. Согласно диаграмме состояния  $\alpha_2$ -фаза не является стабильной при температурах ниже 900 °С, однако при этом она всё равно остаётся в структуре после старения ввиду низкой скорости диффузии при температурах ниже 800 °С.

В структуре титановых ортосплавов  $\alpha_2$ -фаза практически всегда наблюдается на границах зёрен [30]. Наличие интерметаллидной  $\alpha_2$ -фазы оказывает сдерживающее влияние на рост  $\beta$ -зерна, что подтверждено авторами работ [31, 32, 33] в виде отклонений от нормальной кинетики роста зерна при переходе в двухфазную область  $\beta + \alpha_2$ . В двухфазной области  $\beta + \alpha_2$  частицы фазы присутствуют и в объёме зерна. Однако, при температурах 950 - 1000 °С, когда скорость диффузии ещё достаточно,  $\alpha_2$ -фаза распадается по перитектоидной реакции  $B2 + \alpha_2 \rightarrow O$  [34].

Основное внимание исследователей при изучении  $\alpha_2$ -фазы сосредоточено на механизмах её распада. В первую очередь необходимо отметить, что все наблюдаемые механизмы распада  $\alpha_2$ -фазы обусловлены диффузией Nb и Ti, атомы Al при этом превращении не участвуют. Отсутствие изменений концентрации Al на межфазных границах  $\alpha_2/O$ ,  $O/\beta$  наглядно показано методом энергодисперсионной спектроскопии [19]. Основываясь на наблюдаемых

данных, большинство исследователей полностью исключают мартенситный характер превращений  $\alpha_2 \rightarrow O$  [35].

Авторы [27] в сплаве Ti-22Al-25Nb ат % наблюдали образование пластинчатой O-фазы внутри глобулярных частиц  $\alpha_2$ -фазы при выдержках 920 – 960 °С. При этом они отмечают, что главной причиной этого распада является пересыщение решётки  $\alpha_2$ -фазы атомами Nb. Нередко в структуре титановых ортосплавов можно наблюдать глобулярную или крупно-пластинчатую  $\alpha_2$ -фазу, окружённую каёмкой O-фазы [36, 37]. Исследования методом энергодисперсионной спектроскопии подтверждают [38], что центральная область таких частиц обеднена Nb до 10 – 15 ат. %, что соответствует содержанию Nb в  $\alpha_2$ -фазе. Каёмка частиц, напротив, обогащена Nb до 25 ат. % и представляет собой область O-фазы. При этом отмечается, что повышенное содержание Nb является диффузионным барьером между  $\alpha_2$ -фазой и  $\beta$ -матрицей, что не позволяет частицам  $\alpha_2$ -фазы полностью превратиться в O-фазу. Наблюдаются как сплошные каёмки O-фазы, так и фрагментированные на тонкие пластины [39].

Отдельно можно выделить механизмы распада  $\alpha_2$ -фазы при относительно низких температурах 650 – 700 °С, обусловленных дополнительным деформационным воздействием или наличием кристаллических дефектов. Так, в работе [40] показано, что во время испытаний на ползучесть при 650 °С происходит расслоение объёма частиц  $\alpha_2$ -фазы на области богатые и бедные Nb. Области с пониженным содержанием Nb остаются областями  $\alpha_2$ -фазы, области с повышенным содержанием Nb в результате сдвига и искажения кристаллической решётки образуют O-фазу ( $Ti_2AlNb$ ). В работе [41] рассмотрен ещё один механизм превращения  $\alpha_2 \rightarrow O$  в так называемых пакетных структурах, представляющих собой частицы с чередующимися областями  $\alpha_2$  и O-фазы. Превращение при этом происходит даже при 600 °С после выдержки в течение 4 часов. Возможность реализации этого превращения при столь низкой температуре авторы объясняют как наличием дефектов упаковки в объёме

$\alpha_2$ -частиц, так и большого количества границ  $\alpha_2/O$ . Все эти области характеризуются повышенной диффузионной способностью Nb.

### 1.1.3 Орторомбическая фаза $Ti_2AlNb$ (O-фаза)

Орторомбическая фаза, впервые изученная Vanerjee в 1988 году [39], представляет собой интерметаллидное соединение  $Ti_2AlNb$ , упорядоченное по всем трём элементам. Атомы каждого сорта занимают строго определённое положение в решётке интерметаллида [18], что отличает это соединение от  $\alpha_2$ -фазы и B2-фазы, где атомы Nb занимают подрешётку либо Ti, либо Al. В работе [42] методом нейтрографии было изучено расположение атомов Ti, Al и Nb в решётке интерметаллида  $Ti_2AlNb$ , получены точные координаты атомов и представлено схематическое изображение элементарной ячейки (рис. 2 а). Стоит отметить, что полное упорядочение характерно лишь для стехиометрии Ti-25Al-25Nb, в то время как ряд авторов указывают на существование двух типов O-фазы: разупорядоченной (O1) и упорядоченной (O2).

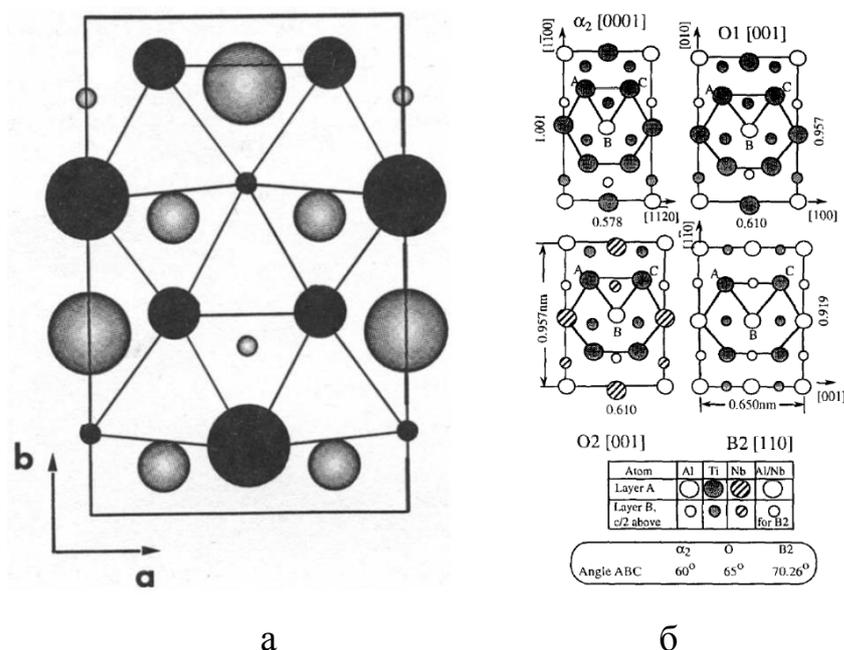


Рисунок 2 - Расположение атомов в кристаллических решётках:

- а) упорядоченной O-фазы в проекции [001]: тёмные – слой  $z=1/4$ , светлые – слой  $z=3/4$ ; большие, средние и малые соответствуют атомам Nb, Ti и Al соответственно [42]; б)  $\alpha_2$ , B2 и O фаз (O1 – разупорядоченная, O2 – упорядоченная) [34].

Авторы [34] дают схематическое представление решёток O1 и O2 фазы (рис. 2 б) и подробно исследуют зависимость температуры превращения O1→O2 от содержания Nb в сплавах Ti-27Al-(12-25)Nb. Увеличение содержания Nb в сплаве приводит к повышению температуры превращения O1→O2 и, соответственно сужению области существования разупорядоченной O1-фазы. Полагается, что в процессе превращения не меняется ни пространственная группа, ни период кристаллической решётки, а все изменения происходят лишь за счёт химического упорядочения. Однако ввиду сложности методического подхода по определению упорядоченности O-фазы, а также того факта, что в области типичных температур старения (750 °C – 850 °C) присутствует только упорядоченная O2-фаза, этот вопрос не привлекает внимания современных авторов.

Ещё при первом изучении O-фазы была отмечена схожесть её кристаллической решётки с решёткой  $\alpha_2$ -фазы. Так, например, электронограммы от  $\alpha_2$ -фазы в ориентациях  $[001]_{\alpha_2}$  и  $[110]_{\alpha_2}$  практически неотличимы от электронограмм от O-фазы в ориентациях  $[001]_O$  и  $[100]_O$  соответственно [39]. Выше упомянутыми авторами отмечено, что переход  $\alpha_2 \rightarrow O$  осуществляется путём искажения элементарной ячейки  $\alpha_2$ -фазы, при котором нарушается её гексагональная симметрия  $R6_3/mmc$ . При этом происходит уменьшение параметра  $b$  и увеличение параметра  $a$ . Параметр  $c$  остаётся неизменным. При этом само искажение решётки происходит как результат перемещения атомов в позиции соответствующие упорядоченному состоянию.

Ориентационные соотношения, описывающие превращение  $\alpha_2 \rightarrow O$  могут быть записаны следующим образом [39]:

$$\{100\}_{\alpha_2} \parallel \{110\}_O; \langle 001 \rangle_{\alpha_2} \parallel \langle 001 \rangle_O$$

Вторым основным способом образования O-фазы является её зарождение непосредственно из твердого раствора B2-фазы. В работах [4, 5] помимо превращения  $\alpha_2 \rightarrow O$  описано два пути образования O-фазы из твердого раствора:

1.  $Im\bar{3}m, (A2) \rightarrow Cmcm (A20) \rightarrow Pmma (B19) \rightarrow Cmcm (A_2BC)$
2.  $Pm\bar{3}m, (B2) \rightarrow Pmma (B19) \rightarrow Cmcm (A_2BC),$

где A2 – разупорядоченный твердый раствор,  $\beta$ -фаза; B2 – упорядоченный твердый раствор; A20 – разупорядоченная O-фаза или O1-фаза; B19 – промежуточная метастабильная O-фаза, где атомы Ti занимают одну подрешётку, а атомы Al и Nb – вторую; A<sub>2</sub>BC – упорядоченная по трём элементам O-фаза или O2-фаза.

Ориентационные соотношения (ОС) между решётками твердого раствора и O-фазы можно описать следующим образом [3]:

$$\{112\}_\beta \parallel \{110\}_O; \langle 110 \rangle_\beta \parallel \langle 001 \rangle_O \text{ или же} \\ \langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 110 \rangle_O; \langle 110 \rangle_\beta \parallel \langle 001 \rangle_O;$$

Указанные виды записи ОС не являются единственными и, в зависимости от выбранных пар плоскостей и направлений, могут иметь разную запись. При этом все они будут описывать одну и ту же взаимную пространственную ориентацию решёток  $\beta$  и O-фазы.

Таким образом, процесс образования O-фазы может иметь несколько путей развития с участием промежуточных фаз разной степени упорядоченности. Основным механизмом превращения является диффузионное перераспределение атомов, в первую очередь Nb, и последующее искажение элементарной ячейки с изменением её симметрии и пространственной группы.

Интерметаллидная O-фаза является основной упрочняющей фазой в титановых сплавах системы Ti-Al-Nb, занимая до 90 % объёма материала. По этой причине морфология O-фазы оказывает определяющее влияние на физико-механические свойства сплава.

Исследователи выделяют три типа морфологии O-фазы: глобулярную, пластинчатую и игольчатую. Также можно отметить отдельный морфологический тип O-фазы в виде оторочек вокруг частиц  $\alpha_2$ -фазы. На образование O-фазы той или иной морфологии влияет ряд факторов, главные из которых: температура выдержки, температура деформационной обработки и скорость охлаждения после деформации.

Так, в работе [7] на примере четырёх сплавов на основе фазы  $Ti_2AlNb$  представлены все типы формирующихся структур в результате воздействия различных термических выдержек. Так, литой материал обладает крупнопластинчатой структурой, иначе называемой Видманштетовой. После прокатки при  $980\text{ }^\circ\text{C}$  сплав  $Ti-23Al-27Nb$  обладает глобулярной структурой с частицами  $O$ -фазы до  $4\text{ }\mu\text{m}$ . Последующая термическая обработка, в зависимости от температуры и количества ступеней ТО может формировать глобулярную, глобулярно-пластинчатую, крупнопластинчатую структуру или же мелко-пластинчатую структуру (рис. 3). При этом стоит отметить, что глобулярные частицы могут представлять как  $O$ -фазу, так и  $\alpha_2$ -фазу, а также композитные частицы  $\alpha_2/O$ .

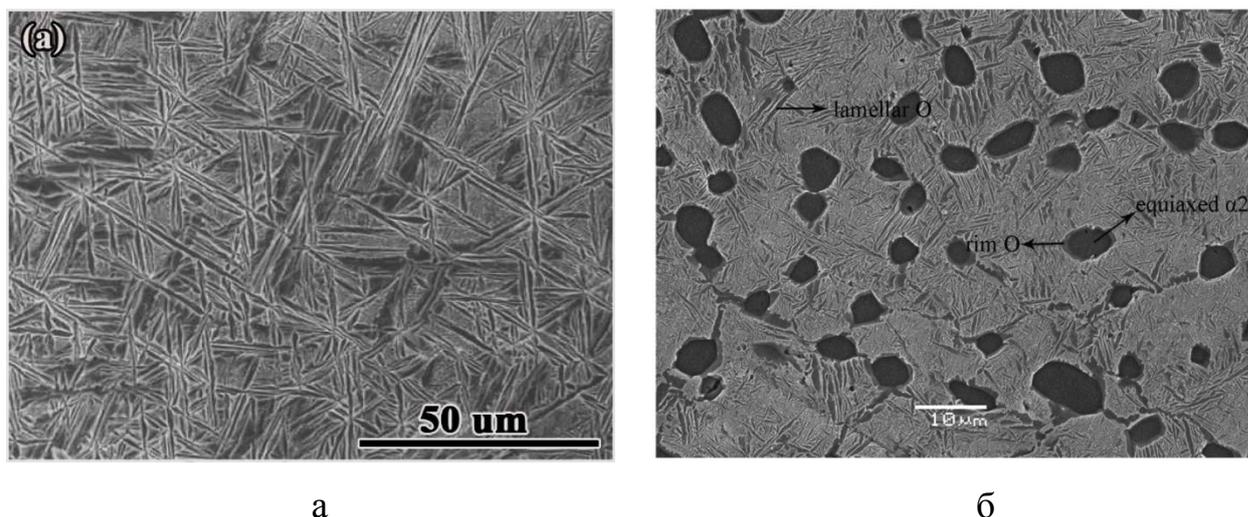


Рисунок 3 - Типичные структуры интерметаллидных титановых сплавов: а) крупно-пластинчатая [19]; б) глобулярно-пластинчатая [43].

Многообразие формирующихся структур и множество факторов, влияющих на образование той или иной структуры, могут создать некоторое затруднение при исследовании сплавов этой системы. В то же время на данный момент имеется значительное количество публикаций, на основе которых можно составить определённые закономерности формирования структуры.

## 1.2 Фазовые превращения при термической обработке

Общее представление о фазовых превращениях, происходящих в титановых ортосплавах может дать метод дифференциальной сканирующей калориметрии. В работах [26, 44, 45], где приведены результаты ДСК, кривая имеет схожий вид и содержит два основных тепловых эффекта (рис. 4).

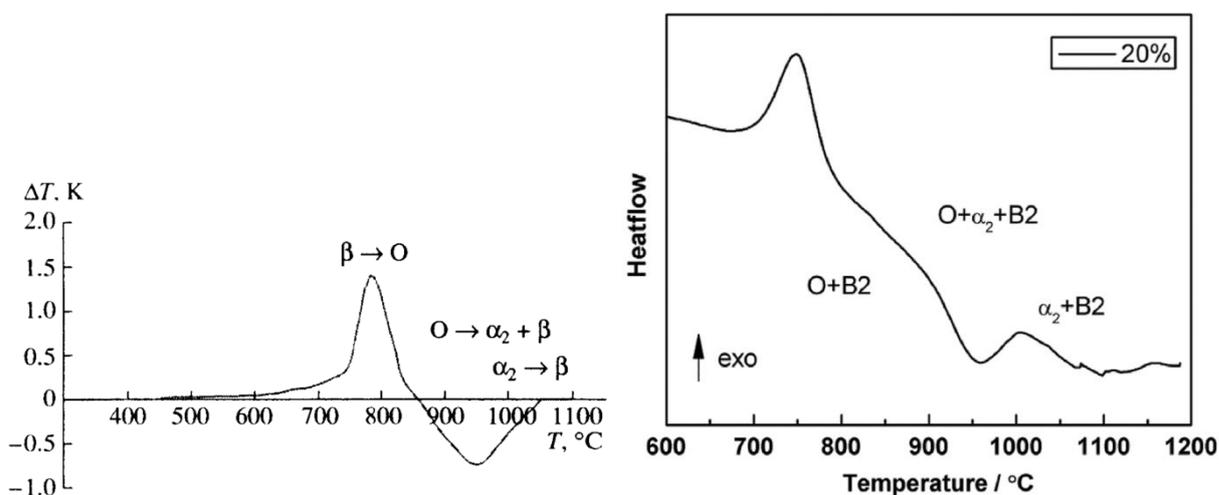


Рисунок 4 - ДСК кривые сплавов на основе фазы  $Ti_2AlNb$ :

а)  $Ti-24,3Al-24,8Nb-1,0Zr-1,4V-0,6Mo-0,3Si$  [26]; б)  $Ti-22Al-25Nb$  [44].

Первый экзотермический эффект, наблюдаемый при нагреве, соответствует выделению O-фазы из твердого раствора ( $\beta$ -фазы) по реакции  $\beta \rightarrow \beta + O$ . Происходит выделение фазы в области 700 °С. Второй тепловой эффект, эндотермический, наблюдается в области 950 °С. При этом исследователи по-разному интерпретируют данный эффект. В работах [44, 45] предполагается, что этот эффект соответствует превращению  $\alpha_2 + B2/\beta + O \rightarrow \alpha_2 + B2$ . В работе [26] предполагается, что эндотермический эффект включает в себя два превращения  $O \rightarrow \alpha_2 + \beta$  и  $\alpha_2 \rightarrow \beta$ , которые перекрываются по температуре. Авторы работы [46], напротив, наблюдали второй эндотермический пик при 1100 °С, соответствующий превращению  $B2 + \alpha_2 \rightarrow B2$ , разделив таким образом реакции растворения O-фазы и растворения  $\alpha_2$ -фазы в твердом растворе.

Из анализа упомянутых работ остаётся несколько нерешённых вопросов относительно интерпретации данных ДСК. Во-первых, неясно положение

границы между областями  $O + B_2$  и  $O + \alpha_2 + B_2$ , а также существует ли в действительности на исследуемых сплавах стабильная трёхфазная область. Во-вторых, неясно, отвечает ли эндотермический эффект при  $950\text{ }^\circ\text{C}$  только за растворение  $O$ -фазы в твердом растворе, или же параллельно идёт превращение  $O \rightarrow \alpha_2$ .

Во множестве работ [19, 26, 30, 47, 48] показано, что при повышении температуры выдержки снижается доля  $O$ -фазы и увеличивается доля  $\beta$ -фазы. Повышение температуры способствует растворению  $O$ -фазы в твердом растворе. Параллельно с процессом растворения частиц  $O$ -фазы происходит их укрупнение за счёт процесса Оствальдовской перекристаллизации через твердый раствор [44, 49]. Таким образом, изменяя температуру выдержки в диапазоне  $650 - 950\text{ }^\circ\text{C}$ , можно получить необходимую долю и размеры упрочняющей  $O$ -фазы.

Связь температуры, размера и доли частиц позволяет обосновать применение двухступенчатой термической обработки для получения бимодальной структуры, в которой присутствуют как крупные частицы  $O$ -фазы, так и более дисперсные. В работе [36] наглядно показано, как вариации температуры первой и второй ступени термической обработки позволяют получить необходимое соотношение крупной и дисперсной интерметаллидной фазы, а также размеры каждой фракции. Так увеличение температуры выдержки первой ступени с  $920\text{ }^\circ\text{C}$  до  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  приводит к снижению доли крупной  $O$ -фазы с  $32\%$  до  $12\%$ . Изменение температуры выдержки второй ступени (старения) в диапазоне температур  $760 - 840\text{ }^\circ\text{C}$  приводит к соответствующему изменению размеров мелкой пластинчатой  $O$ -фазы. Так, при температуре  $760\text{ }^\circ\text{C}$  средняя длина и ширина пластин  $O$ -фазы составляет  $1,77\text{ }\mu\text{m}$  и  $0,37\text{ }\mu\text{m}$  соответственно. Повышение температуры старения до  $840\text{ }^\circ\text{C}$  приводит к увеличению длины и ширины до  $2,36\text{ }\mu\text{m}$  и  $0,68\text{ }\mu\text{m}$  соответственно.

Отдельно стоит обратить внимание на формирование оторочек  $O$ -фазы вокруг частиц  $\alpha_2$ -фазы [38]. Подобные композитные частицы  $\alpha_2/O$  отсутствуют

после первой ступени выдержки и образуются в процессе последующего старения. Из чего можно заключить, что в процессе старения происходит как минимум два процесса: 1) образование О-фазы из оставшегося объема  $\beta$ -фазы; 2) перераспределение Nb между твердым раствором и частицами  $\alpha_2$ -фазы, сформированными на первой ступени. В результате перераспределения атомов Nb происходит обогащение им краевых областей частиц  $\alpha_2$ -фазы, превращения в О-фазу, образующих оторочку.

Таким образом, изменение температуры каждой ступени термической обработки позволяет варьировать два основных параметра структуры – размер и долю фазы каждой фракции. Однако для титановых ортосплавов остаётся ещё проблема управления морфологией частиц. Как правило, первая ступень ТО преследует цель создания глобулярной интерметаллидной О или  $\alpha_2$ -фазы. Однако не всегда желаемого результата удаётся достичь, и в некоторых работах [47] после первой ступени ТО наблюдается крупная пластинчатая фаза.

### **1.3 Сфероидизация интерметаллидной фазы в процессе горячей деформации**

Ещё на традиционных титановых сплавах было давно показано [50], что образование глобулярной  $\alpha$ -фазы возможно лишь в деформированных заготовках. Формирование глобулярной  $\alpha$ -фазы при этом принято объяснять процессом рекристаллизации. В титановых интерметаллидных сплавах на основе ортофазы  $Ti_2AlNb$  также наблюдается образование глобулярной О и  $\alpha_2$ -фазы в деформированных полуфабрикатах. Для интерметаллидных сплавов более употребим термин «сфероидизация». Несмотря на различия в терминологии и особенностях процесса, образование глобулярной фазы в обоих случаях обусловлено наличием накопленной деформации материала.

Процесс образования глобулярной О-фазы в значительной степени зависит от многих факторов, таких как: 1) температура горячей деформации; 2) степень деформации; 3) скорость деформации; 4) условия охлаждения деформированного полуфабриката. Так, в работе [51] детально изучено

изменение структуры сплава Ti-22Al-25Nb после горячей прокатки при температурах 900 – 1100 °С с различной степенью деформации и последующим охлаждением в печи. Результаты работы позволяют сделать ряд важных выводов. Во-первых, при любой температуре выдержки недеформированный материал имеет только пластинчатую структуру, отличающуюся лишь размерами пластин O-фазы. Во-вторых, горячая деформация в однофазной области B2 при любой степени осадки также не приводит к образованию глобулярной O-фазы, а только к пластинчатой. И в-третьих, получение глобулярно-пластинчатой структуры возможно только в том случае, когда деформация осуществляется при температурах двухфазной области  $\beta + O$  или  $\beta + \alpha_2$  (900, 950, 1000 °С).

Повышение температуры осадки в диапазоне 900 – 1000 °С приводит, во-первых, к уменьшению доли глобулярной O-фазы и росту пластинчатой O-фазы при последующем охлаждении в печи. А во-вторых, повышение температуры осадки приводит к увеличению размеров как глобулярной, так и пластинчатой O-фазы. Повышение степени деформации приводит к более равномерному распределению глобулярной O-фазы, как следствие более однородной проработки материала. Аналогичные изменения в соотношении глобулярной и пластинчатой O-фазы наблюдались и в работе [43] при изотермической ковке сплава Ti-22Al-25Nb в диапазоне температур 980 – 1060 °С.

Наблюдаемые изменения микроструктуры материала объясняются следующими процессами. Образование глобулярной O-фазы происходит как в процессе деформации за счёт сфероидизации присутствующей изначально пластинчатой O-фазы, так и при последующем охлаждении при выделении из сильно деформированной  $\beta$ -фазы. Отсутствие глобулярной фазы после прокатки в однофазной  $\beta$ -области объясняется низкой степенью наклёпа твердого раствора вследствие динамического возврата при горячей прокатке и рекристаллизации при последующем охлаждении в печи.

Таким образом, можно выделить два основных структурных фактора, способствующих формированию глобулярной O-фазы: 1) наличие интерметаллидной фазы при температуре деформации, что позволяет реализовать механизм её сфероидизации; 2) высокая степень наклёпа  $\beta$ -фазы, достаточная для зарождения в ней глобулярной O-фазы.

Процесс сфероидизации пластинчатой O-фазы во время деформации сплава Ti-22Al-25Nb подробно описан в работе [52] на основании наблюдения за изменением морфологии O-фазы при горячей осадке. Процесс сфероидизации авторы разделяют на три стадии: 1) накопление дефектов кристаллической решётки на межфазной границе  $\beta/O$ , а также образование дефектов в объёме частиц, в том числе двойников деформации; 2) стадия разделения пластины O-фазы на отдельные частицы за счёт разницы в поверхностной энергии на границах O/O и  $\beta/O$ ; 3) непосредственно сфероидизация частиц, обуславливаемая стремлением уменьшения поверхностной энергии частиц O-фазы.

Отдельно стоит отметить образование сфероидизированной O-фазы после деформации при последующей термической обработке [53]. В работе [44] авторы наблюдали образование из твердого раствора частично сфероидизированной пластинчатой O-фазы при выдержке 970 °C после горячей деформации при температуре 1040 °C. После горячей деформации интерметаллидная фаза присутствовала только на границах зёрен, объём зёрен был свободен от частиц фазы. Состояние твердого раствора, зафиксированное после горячей деформации, способствовало росту частично сфероидизированной фазы при последующей термообработке.

Сравнение условий эксперимента в выше упомянутых работах выявляют различие в условиях охлаждения после деформации в однофазной области. В работе [51] охлаждение производилось в печи, в то время как авторы работ [44, 54] производили закалку в воду непосредственно после окончания горячей деформации. Медленное охлаждение после деформации в однофазной  $\beta$ -области приводит к устранению наклёпа металла и выделению пластинчатой

О-фазы при последующей ТО. В то время как быстрое охлаждение путём закалки в воду позволяет сохранить напряжённо-деформированное состояние твердого раствора, что при последующей ТО способствует росту сфероидизированной О-фазы. Таким образом, условия охлаждения материала после деформации влияют на морфологию частиц О-фазы путём изменения напряжённого состояния твердого раствора. Высокая степень наклёпа твердого раствора обеспечивает формирование глобулярной О-фазы, в то время как отсутствие наклёпа приводит к образованию пластинчатой О-фазы.

Авторы работы [55] изучили влияние скорости горячей деформации сплава Ti-22Al-25Nb на темп образования глобулярной фазы и показали, что доля глобулярной интерметаллидной фазы тем выше, тем меньше скорость деформации. Так, после деформации в двухфазной области со скоростью  $1 \text{ с}^{-1}$  доля глобулярной интерметаллидной фазы составила 45 % от общего числа частиц. В то время как деформация при той же температуре и степени осадки, но со скоростью  $0,001 \text{ с}^{-1}$  привела к сфероидизации 80 % частиц интерметаллидной фазы.

Также отображено и влияние температуры деформации на долю формирующейся глобулярной фазы. При равных скоростях осадки, увеличение температуры деформации приводит к увеличению доли глобулярной фазы.

Аналогичная зависимость наблюдается для степени деформации: при равных скоростях и температуре деформации, увеличение степени деформации способствует образованию большего количества глобулярной фазы. Также отмечается, что для начала процесса сфероидизации необходимо достижение некоторой критической деформации  $\epsilon_c$ , ниже которой сфероидизация не наблюдается. Согласно эксперименту при различных условиях горячей деформации критическая деформация составляет от 0,1 до 0,2.

Наглядно результаты этого эксперимента представлены на рисунке 5.

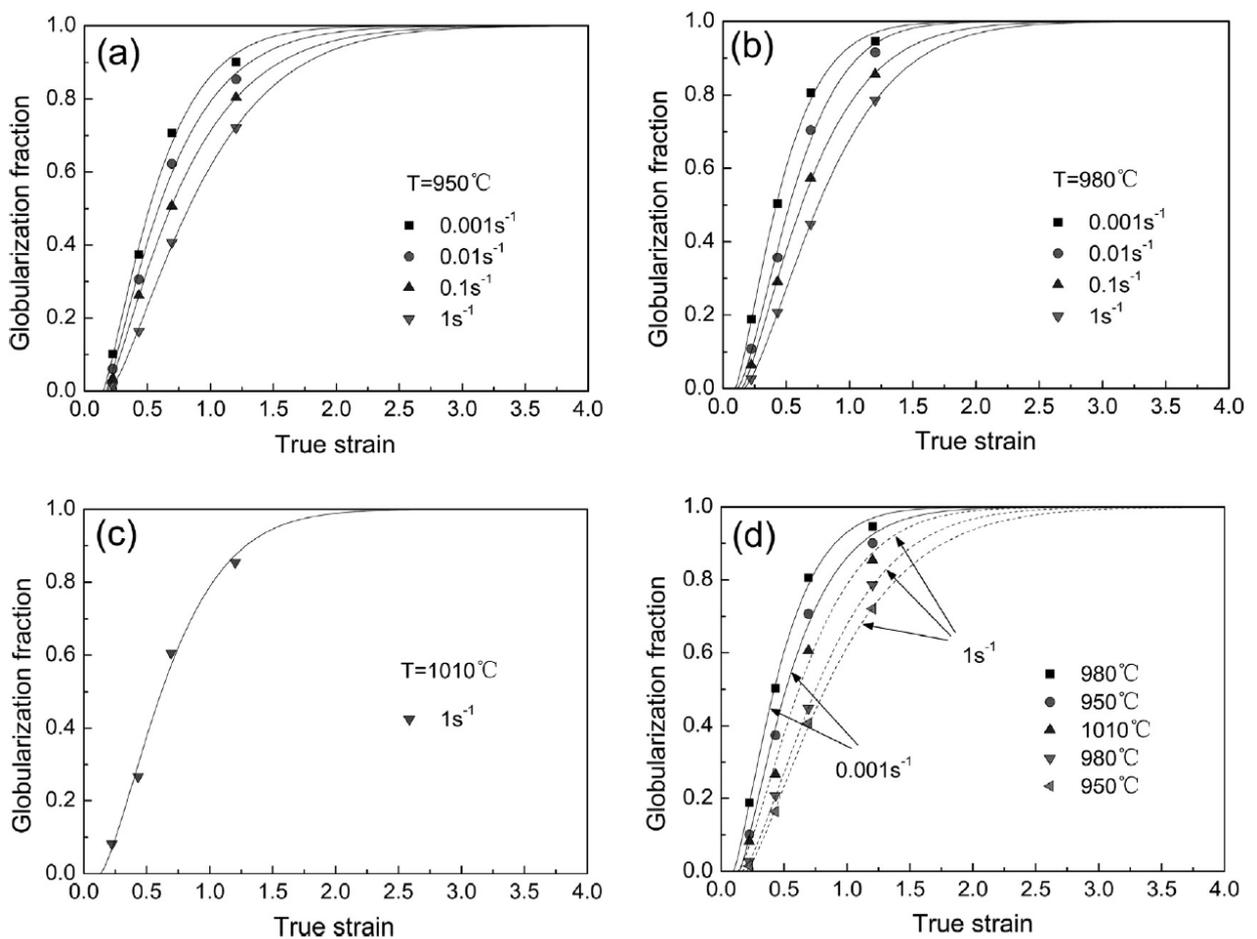


Рисунок 5 – Изменение доли глобулярной фазы при горячей деформации в зависимости от скорости и температуры деформации [55]

Выше было показано, что процесс сфероидизации интерметаллидной пластинчатой фазы в глобулярную имеет исключительно диффузионный характер. При низких температурах и высоких скоростях деформации скорость диффузии ниже и, соответственно, для полного завершения процесса сфероидизации недостаточно времени. И, напротив, с повышением температуры и снижением скорости горячей деформации диффузионные процессы идут интенсивнее и дольше, что позволяет большей доле пластинчатых частиц принять сферичную форму.

Так в работе [56] авторы испытывали на растяжение сплав  $\text{Ti-22Al-25Nb}$  при температуре  $900^{\circ}\text{C}$  ( $\beta+\text{O}$ ) при ещё меньшей скорости деформации в  $0,0002\text{ s}^{-1}$ . Деформация до  $0,56\text{ s}$  такой скоростью заняла 65 минут, при этом структура деформированной части была полностью глобулярной: крупные исходные глобулярные композитные частицы  $\alpha_2/\text{O}$ -фазы и мелкие

сфероидизированные частицы О-фазы. Таким образом, длительное время деформации позволило пройти процессу сфероидизации пластинчатой О-фазы в полном объёме.

Стоит также отметить, что в структуре недеформированного материала в захватной части образцов, подвергавшейся той же температурой выдержке, вовсе не наблюдалось признаков сфероидизации. Это лишний раз подтверждает определяющую роль деформации в процессе сфероидизации.

Таким образом, множество экспериментальных данных указывают на ключевую роль деформации в формировании глобулярной морфологии  $\alpha_2$  и О-фазы в титановых интерметаллидных ортосплавах. Изменение таких параметров как скорость, температура, степень деформации, а также условий охлаждения после деформации определяют интенсивность процесса сфероидизации интерметаллидной фазы, как в процессе горячей деформации, так и при последующей термической обработке.

#### **1.4 Влияние структурных параметров на свойства ортосплавов**

Механические свойства любых металлических сплавов определяются их структурным состоянием. В интерметаллидных титановых ортосплавах О-фаза на основе соединения  $Ti_2AlNb$  является преобладающей в структуре материала. По этой причине объёмная доля О-фазы и её морфология имеют определяющее влияние на уровень механических свойств титановых ортосплавов. Также на значения механических свойств влияют и размеры исходных  $\beta$ -зёрен, состояние их границ и кристаллографическая текстура.

Понимая, что факторов, влияющих на значения механических свойств, много, исследователи в своих работах стараются определить вклад каждого структурного аспекта в общий уровень механических свойств. В таблице 2 приведены ориентировочные данные по некоторым механическим свойствам титановых ортосплавов.

Таблица 2 - Механические свойства сплава Ti-22Al-25Nb после отжига и старения (по [43] , если не указано иное)

Свойства	Диапазон значений
Предел прочности $\sigma_B$ при $T_{\text{комн}}$	1050 – 1170 МПа
Условный предел упругости $\sigma_{0,2}$ при $T_{\text{комн}}$	1000 – 1070 МПа
Удлинение $\delta$ при $T_{\text{комн}}$	6,5 – 11,5 %
Сужение $\psi$ при $T_{\text{комн}}$	11 – 15 %
Предел прочности $\sigma_B$ при 650 °С	850 – 940 МПа
Условный предел упругости $\sigma_{0,2}$ при 650 °С	780 – 860 МПа
Удлинение $\delta$ при 650 °С	12 – 22 %
Сужение $\psi$ при 650 °С	48 – 65 %
Твердость [36]	320 – 450 HV
Ползучесть 650 °С/150 МПа/100 ч [40]	0,2 – 0,3 %

Основное влияние на изменение значений твердости и кратковременной прочности оказывает доля О-фазы в объёме сплава [57], а также её размер. Авторы работы [36] провели большую серию термических обработок сплава Ti-22Al-25Nb по двухступенчатым режимам и измерили микротвёрдость. Результаты измерений позволяют утверждать, что увеличение доли пластинчатой фазы приводит к значительному росту микротвердости с 370 HV до 450 HV. При этом увеличение размеров пластинчатой О-фазы вследствие повышения температуры старения приводит к снижению микротвердости.

Аналогичные результаты были получены и в работе [47], где было показано, что увеличение температуры старения в диапазоне 760 °С – 840 °С приводит к снижению микротвердости с 430 HV до 370 HV вследствие увеличения размеров пластинчатой О-фазы. При этом более длительные выдержки при старении позволяют увеличить микротвердость на 20 HV за счёт большей доли О-фазы, выделяющейся при длительной выдержке. В работе [58] на примере сварного соединения также показано, что увеличение доли

интерметаллидной О-фазы отвечает за повышенные значения микротвердости. Так в зоне сварного шва, где наблюдалось однофазное состояние, микротвердость составляла 290 HV, в то время как в основном материале в состаренном состоянии микротвердость составляла 370 HV. В исследовании [33] также показано, что увеличение температуры и времени выдержки сплава Ti-22Al-25Nb в диапазоне 940 – 1100 °С приводит к снижению микротвердости за счёт растворения интерметаллидной фазы и роста зерна в однофазной области.

Прочность титановых ортосплавов после двухступенчатой термической обработки (отжиг + старение) в значительной степени зависит от соотношения глобулярной и пластинчатой О-фазы. Авторы работы [43] путём изменения температуры изотермической деформации добивались различной доли глобулярной фазы в структуре сплава Ti-22Al-25Nb. Прочность сплава с преимущественно глобулярной структурой составляла  $\sigma_B = 1050$  МПа при удлинении  $\delta = 11,5$  %. В то время как сплав с преимущественно пластинчатой структурой имел большую прочность и меньшую пластичность –  $\sigma_B = 1172$  МПа и  $\delta = 6,5$  %. Аналогичное поведение сплав показал и при испытаниях при повышенной температуре 650 °С.

Размер пластинчатой О-фазы также оказывает влияние на уровень прочности титановых ортосплавов. В работе [59] показано, что повышение температуры старения с 760 °С до 840 °С приводит к росту пластинчатой О-фазы, что в свою очередь приводит к снижению прочности при комнатной температуре с 1097 МПа до 1047 МПа.

В то же время на значения прочности в термообработанном состоянии влияет и размер исходного  $\beta$ -зерна. В работе [31] показано, что при одинаковой доле интерметаллидной фазы, но различном среднем размере зерна (200 мкм и 16 мкм) разница в прочности составляет 200 МПа. При этом более мелкое зерно позволяет добиться не только высокой прочности в 1100 МПа, но и высокой пластичности в 12 % по сравнению с крупнозернистой структурой.

Авторы работы [40] привели экспериментальные данные, показывающие, что размер зерна оказывает даже большее влияние на прочность, нежели морфология интерметаллидной фазы. Так, сплав Ti-22Al-25Nb с глобулярно-пластинчатой структурой обладал прочностью при комнатной температуре в 1162 МПа, в то время как сплав с пластинчатой структурой – всего 1039 МПа. Несоответствие результатов испытаний ранее описанной работе [43] объясняется тем, что сплав с пластинчатой структурой имел значительно больший размер зерна  $\sim 600$  мкм. В то время как сплав с глобулярно-пластинчатой структурой имел средний размер зерна 30 мкм. Поэтому, несмотря на то, что пластинчатая структура позволяет добиться максимальной прочности, излишне крупное зерно может полностью нивелировать этот эффект, дополнительно ещё и снизив пластичность.

Так как интерметаллидные титановые сплавы на основе фазы  $Ti_2AlNb$  рассматриваются в первую очередь как материал для изделий в газотурбинных двигателях, то кроме статической прочности немаловажно знать характеристики высокотемпературной ползучести.

В ряде работ [40, 43] показано, что ортосплавы с пластинчатой структурой обладают наименьшей скоростью ползучести при температурах 650 – 750 °С. И напротив, сплавы с преимущественно глобулярной структурой обладают наихудшим сопротивлением ползучести. В частности, исследователи полагают, что распад нестабильной глобулярной  $\alpha_2$ -фазы может являться одной из причин повышенной скорости ползучести.

Также в работе [59] показано, что увеличение размера пластинчатой O-фазы приводит к повышению характеристик ползучести. Так, остаточная деформация сплава Ti-22Al-25Nb, состаренного при 760 °С и испытанного при 650 °С/150 МПа составила 0,37 %, в то время как после старения при 840 °С (более крупная O-фаза) остаточная деформация составила 0,25 % за 100 ч выдержки при испытании.

При этом стоит упомянуть работу [8], авторы которой пришли к выводу, что наибольшее влияние на сопротивление ползучести оказывает размер зерна,

а не морфология и объёмная доля интерметаллидной фазы. Исследователи утверждают, что скорость ползучести определяется в первую очередь зернограницным скольжением. Как следствие, чем меньше  $\beta$ -зерно в ортосплавах, тем ниже сопротивление высокотемпературной ползучести.

Подводя итог рассуждениям, можно утверждать, что уровень значений механических свойств напрямую определяется несколькими основными факторами: размером  $\beta$ -зерна, объёмной долей интерметаллидной  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы, соотношением глобулярной фазы и пластинчатой, а также размером самих частиц интерметаллидной фазы. С точки зрения прочностных и пластических свойств наиболее оптимальной является мелкозернистая структура с глобулярно-пластинчатой структурой. В то время как наилучшее сопротивление ползучести обеспечивает крупнозернистая структура с пластинчатой интерметаллидной фазой.

### **1.5 Деформационное поведение сплавов системы Ti-Al-Nb**

Горячая деформация является неотъемлемой частью технологического процесса при изготовлении полуфабрикатов и изделий из титановых интерметаллидных сплавов на основе фазы  $Ti_2AlNb$ . Наиболее часто применяются операции горячей осадки исходных слитков, последующей штамповки, прокатки плит и листов, раскатки кольцевых заготовок.

Основной проблемой при горячей деформации, как и для всех интерметаллидных сплавов, является неоднородное распределение деформации по объёму заготовки [60]. В предыдущей главе было показано, что горячая деформация существенно влияет на формирование структуры титановых ортосплавов. Как следствие, неоднородное распределение деформации приведёт к неоднородной структуре материала [61], что неизбежно будет сказываться на свойствах материала.

Наиболее распространённым проявлением неоднородного распределения деформации является образование застойных зон и зон локализации деформации [62, 63]. Также можно наблюдать полосы среза (в англоязычной

литературе «adiabatic shear bands»), располагающиеся, как правило, под углом в  $45^\circ$  к направлению нагрузки [64]. Крайним и нежелательным случаем неоднородного распределения деформации является образование трещин [65].

Для решения описанных проблем у технологов есть довольно ограниченный набор параметров, которые они могут изменять в процессе горячей деформации. Во-первых, необходимо правильно выбрать температуру нагрева перед деформацией, а также температурный интервал деформации, при котором можно ей проводить. Второе требование особенно актуально, если условия деформации отличаются от изотермических, когда в процессе деформации происходит захлаживание заготовки в месте контакта с обрабатывающим инструментом. Во-вторых, необходимо задать скорость деформации, которая в частности будет определять внутренние превращения в материале, вызванные деформацией. И в третьих, необходимо ограничить предельную степень деформации, при которой заготовка будет равномерно проработана.

Три описанных параметра, температура, скорость и степень деформации, являются главными при составлении карт деформации (рис. 6). Составление подробной карты деформации является достаточно трудоёмким процессом с точки зрения объёма эксперимента. Необходимо провести ряд осадок экспериментальных образцов при нескольких температурах и с разными скоростями деформации. Также необходимо после всех осадок изучить макро- и микроструктуру материала, чтобы установить преобладающий механизм структурных изменений в каждой области деформации.

Главная цель построения карт деформации – нахождение области оптимальной деформации, т.е. такого сочетания скорости и температуры деформации при которой материал воспринимает деформацию наиболее эффективно, однородно. Как правило, для материала строят несколько карт для каждой степени деформации, что также позволяет выявить области нестабильной деформации с образованием зон локализации пластического течения, линий среза.

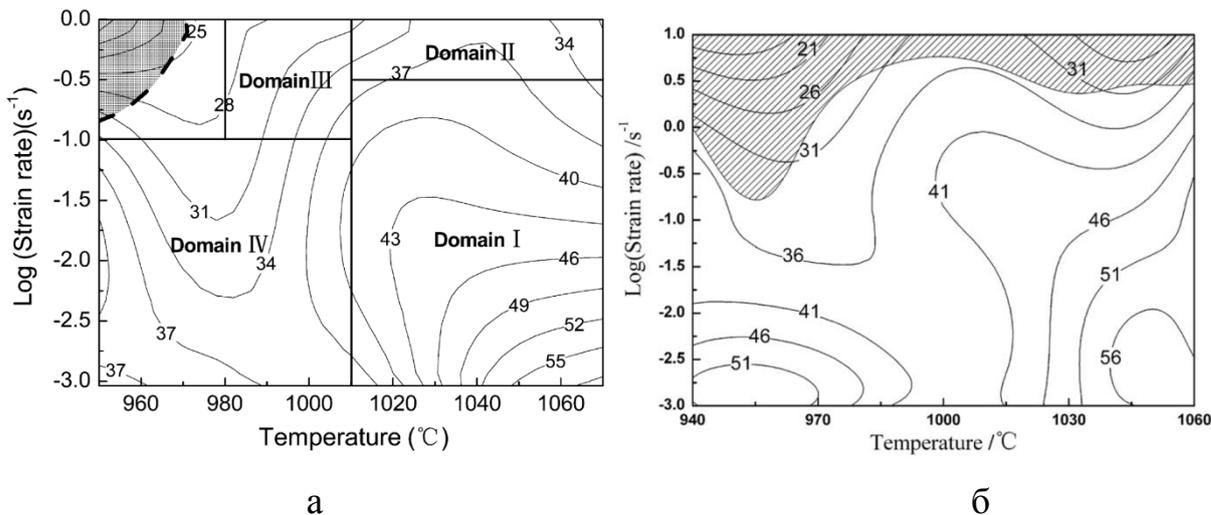


Рисунок 6 - Карты деформации сплава Ti-22Al-25Nb для  $\varepsilon = 0.6$ :

а) по [65]; б) по [62]. Числа на карте обозначают эффективность рассеяния деформации в процентах. Тёмным отмечены области нестабильной деформации

Согласно множеству экспериментальных данных [62, 65, 64, 66] напряжения течения зависят от двух параметров – температуры и скорости деформации. Чем ниже температура деформации и выше скорость деформации, тем больше напряжения течения. И наоборот, повышение температуры деформации и снижение скорости деформации способствует уменьшению напряжений течения.

Также стоит обратить внимание на поведение интерметаллидных ортосплавов в ходе деформации. Процесс горячей деформации при осадке может быть разделён на три стадии согласно кривым нагружения (рис. 7 а): 1) стадия деформационного упрочнения; 2) стадия разупрочнения; 3) стадия установившегося течения [55].

В зависимости от условий деформации эти три стадии могут быть выражены в разной степени или же вовсе отсутствовать на кривой деформации. Так при низких скоростях деформации  $0,001 - 0,01 \text{ с}^{-1}$  и температурах выше  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  во время осадки сплава Ti-22Al-25Nb не наблюдается стадии разупрочнения (рис 7 б), а напряжение сразу достигает уровня напряжений стабильной деформации [62]. Наличие трёх упомянутых стадий деформации обусловлено различными процессами в материале. Опишем их подробнее.

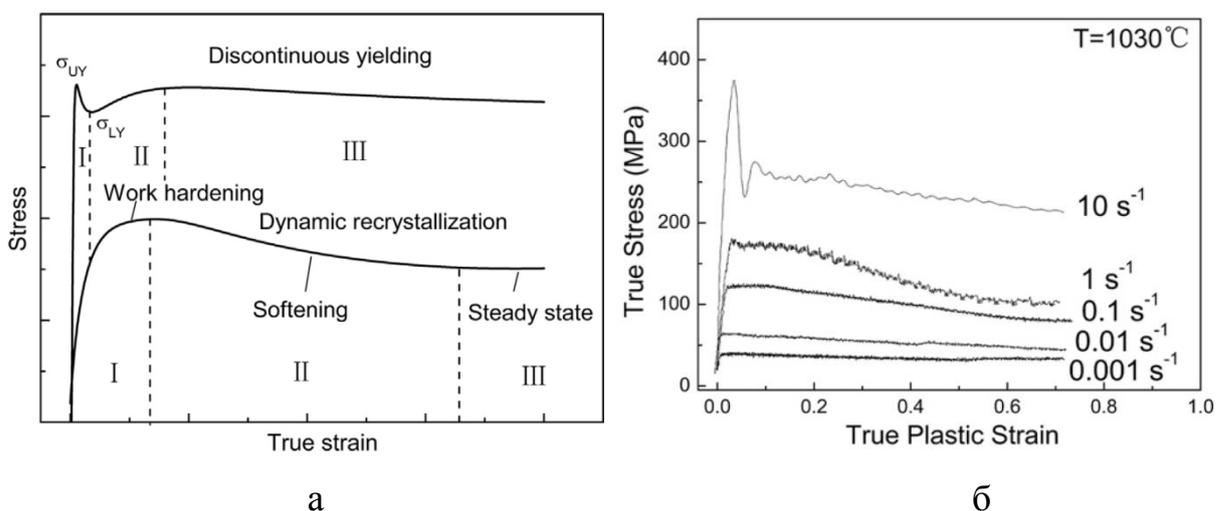


Рисунок 7 - Типичные кривые горячей деформации сплава Ti-22Al-25Nb:

а) схематичное представление [55]; б) экспериментальные данные [62].

Начало процесса горячей деформации после упругой области характеризуется срывом дислокаций, генерацией новых дислокаций и их взаимодействием между собой. Таким образом, реализуется механизм деформационного упрочнения. Пластическая деформация уже началась, а уровень напряжений возрастает вследствие включения всё новых систем скольжения и пересечения дислокаций между собой.

При определённом значении деформации, в зависимости от режима, напряжения достигают своего предела, после чего начинает развиваться процесс разупрочнения материала. На кривой деформации при этом наблюдается плавное снижение напряжений течения. Основное внимание исследователей уделено изучению именно этой стадии. Понимание механизмов, за счёт которых возможно продолжение деформирования заготовки, позволяет выбирать именно те режимы деформации, где эти механизмы проявляются лучше всего.

При деформации интерметаллидных титановых ортосплавов реализуется несколько механизмов разупрочнения. Во-первых, процесс деформации сопровождается деформационным разогревом материала, что приводит к повышению пластичности материала. Во-вторых, дополнительный разогрев в сочетании с деформацией запускает несколько механизмов структурных изменений, за счёт которых энергия деформации может рассеиваться в

материале. Выделяют следующие механизмы разупрочнения во время горячей деформации: динамический возврат, динамическая рекристаллизация (непрерывная и прерывистая) и динамическая сфероидизация (глобуляризация).

Механизм динамической сфероидизации был подробно рассмотрен в предыдущем разделе. Согласно [65] сфероидизация интерметаллидной фазы наблюдалась экспериментально при горячей деформации в двухфазной области ( $\beta+O$ ) или ( $\beta+\alpha_2$ ) и скоростях деформации от  $0,001 \text{ c}^{-1}$  до  $1 \text{ c}^{-1}$ .

Второй основной механизм разупрочнения – динамическая рекристаллизация, который, согласно авторам уже упомянутой работы, вносит наибольший вклад в рассеяние энергии деформации. Коэффициент мощности рассеяния  $\eta$  благодаря механизму динамической рекристаллизации составляет 36 % – 59 % (для динамической сфероидизации 26 % – 36 %). Однако динамическая рекристаллизация может развиваться только при температурах выше  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $\beta+\alpha_2$  и  $\beta$  области) и скоростях не более  $0,01 \text{ c}^{-1}$ .

Известно, что для начала процесса рекристаллизации необходимо достичь некоторой определённой плотности дислокаций в материале и соответствующей ей степени деформации. В работе [67] наглядно показано влияние степени деформации со скоростью  $0,01 \text{ c}^{-1}$  при температуре  $1040 \text{ }^\circ\text{C}$  на развитие процесса рекристаллизации в сплаве Ti-22Al-25Nb. При степени деформации в 10 % рекристаллизация не наблюдается. При достижении 30 % деформации наблюдается зёрненная структура типа «ожерелья», когда мелкие зародыши новых зёрен располагаются вдоль границ исходных зёрен. При достижении 50 % деформации новыми зёрнами занята уже большая часть объёма зёрен, однако исходные границы по-прежнему наблюдаются. Когда деформация достигает 90 %, структура материала полностью рекристаллизованная.

В данном случае наблюдается действие двух механизмов образования зародышей новых зёрен. На начальных стадиях образование зёрен происходит преимущественно на границах исходных зёрен благодаря выгибанию (bulging) границ. После чего эти небольшие области вдоль границ образуют новые зёрна.

Это реализация так называемого механизма прерывистой динамической рекристаллизации (DDRX – discontinuous dynamic recrystallization) [68].

При нарастании степени деформации и соответственно плотности дислокаций происходит образование малоугловых границ в объёме исходных зёрен и их дальнейшее превращение в высокоугловые границы. Превращение малоугловых границ в высокоугловые происходит путём непрерывного стока новых дислокаций к этим границам, чем и объясняется название – непрерывная динамическая рекристаллизация (CDRX – continuous dynamic recrystallization). Наглядно различие в механизмах образования зародышей зёрен проиллюстрировано в работе [69] (рис. 8).

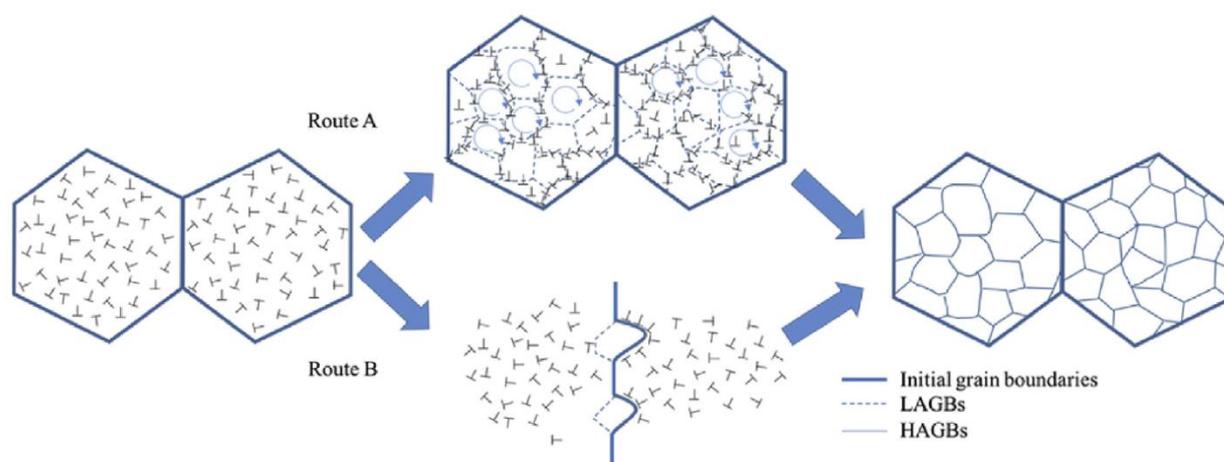


Рисунок 8 - Схематическое изображение механизмов непрерывной (Route A) и прерывистой динамической рекристаллизации (Route B) [69].

Более детально действие механизма непрерывной рекристаллизации показали авторы работы [70] на примере горячей осадки сплава Ti-22Al-25Nb. Методом EBSD и построения карт границ зёрен исследователи показали, что превращение малоугловых границ в высокоугловые происходит путём постепенного разворота кристаллической решётки в объёме каждого отдельного  $\beta$ -зерна. При этом параллельно с процессом непрерывной рекристаллизации реализуется процесс прерывистой рекристаллизации, проявляющийся в образовании зародышей зёрен на исходных границах.

Как было сказано выше, динамическая рекристаллизация наблюдалась при скоростях горячей деформации не более  $0,01 \text{ c}^{-1}$  [62, 65, 64] и температуре выше

1000 °С. Отсутствие данных по динамической рекристаллизации при больших скоростях вероятно обусловлено малой длительностью процесса деформации. Для достижения 50 % деформации материала при скорости  $0,1 \text{ с}^{-1}$  требуется 5 секунд, что явно недостаточно для реализации механизма рекристаллизации.

При скоростях деформации  $0,1 - 10 \text{ с}^{-1}$  основной вклад в разупрочнение при горячей деформации вносит механизм динамического возврата [71]. Процесс динамического возврата способствует снижению плотности дислокаций и, следовательно, снижению уровня напряжений. Результатом действия динамического возврата является образование малоугловых границ [69]. Многие авторы не выделяют динамический возврат в отдельный процесс, а скорее объединяют его вместе с динамической рекристаллизацией в общее явление, отвечающее за разупрочнение материала при горячей деформации.

В работе [72] авторы более детально подошли к изучению механизмов, отвечающих за разупрочнение материала при деформации. После растяжения сплава Ti-22Al-25Nb при температуре 990 °С и скорости растяжения 0,016 мм/с авторы наблюдали в деформированной части мелкие рекристаллизованные зёрна с развитой внутренней субструктурой. Исследователи делают вывод, что образование зёрен с высокоугловыми границами происходит благодаря механизму непрерывной динамической рекристаллизации, в то время как наличие малоугловых границ свидетельствует о работе механизма динамического возврата.

Как было сказано выше, зарождение новых зёрен при непрерывной динамической рекристаллизации начинается с образования субзёрненной структуры внутри исходного зерна. Далее происходит постепенная трансформация малоугловых границ в высокоугловые за счёт стока дислокаций одного знака. Динамический возврат (образование малоугловых границ) в таком случае можно рассматривать как начальный этап непрерывной динамической рекристаллизации, как это делают авторы работы [73]. При этом высокая интенсивность динамического возврата, а также стабильная

ориентация кристаллитов, не позволяет развиваться механизму непрерывной динамической рекристаллизации.

В работе [74] при растяжении сплава Ti-22Al-25Nb в диапазоне температур 930 – 990 °С и скоростях  $10^{-4} - 10^{-2} \text{ с}^{-1}$  вообще не наблюдали признаков динамической рекристаллизации. Разупрочнение при деформации осуществлялось только за счёт механизма динамического возврата. Авторы утверждают, что процесс динамической рекристаллизации не развивается из-за невозможности достижения необходимой плотности дислокаций в объёме материала. Последнее, в свою очередь, обусловлено высокой подвижностью дислокаций, характерной для металлов с высокой энергией образования дефектов упаковки [75].

Когда скорость генерации новых дислокаций и их аннигиляции сравниваются, наступает равновесие процессов деформационного упрочнения и разупрочнения. Наступает стадия установившегося течения, характеризующаяся неизменным уровнем напряжений. Значения напряжения горячей деформации на установившейся стадии определяются только температурой  $T$  и скоростью деформации  $\dot{\epsilon}$  и могут быть выражены в следующем виде [71]:

$$\sigma^n = A\dot{\epsilon}\exp\left(\frac{Q}{RT}\right), \text{ где}$$

$Q$  – энергия активации пластической деформации;  $R$  – газовая постоянная;  $A$  и  $n$  – константы. Выражение  $\dot{\epsilon}\exp\left(\frac{Q}{RT}\right) = Z$  называют параметром Зенера-Холомона.

Из выражения следует, что уменьшение температуры деформации и повышение скорости деформации приводит к увеличению напряжения деформации, как уже было упомянуто ранее (рис. 7 б.). Однако стоит обратить внимание, что в крайних случаях (низкие температуры, высокие скорости) процесс деформации не стабилен. Так в работе [76] авторы провели осадку со скоростью  $2000 \text{ с}^{-1}$  (ударная нагрузка) и показали, что вся деформация локализуется в небольших объёмах деформируемого образца с образованием адиабатических полос среза.

Подводя итог разделу, можно сказать, что процесс горячей деформации титановых интерметаллидных сплавов на основе ортофазы  $Ti_2AlNb$  достаточно хорошо изучен, построены карты деформации в широком интервале температур и скоростей, исследованы механизмы разупрочнения во время деформации. При малых скоростях и высоких температурах деформации реализуются механизмы динамической рекристаллизации, в то время как при скоростях деформации  $0,1 \text{ с}^{-1}$  и более преобладающим механизмом разупрочнения служит динамический возврат. Также часть энергии деформации рассеивается и за счёт динамической сфероидизации интерметаллидной фазы.

Высокие скорости горячей деформации  $1 \text{ с}^{-1}$  и выше неизбежно способствуют образованию локализации деформации в титановых ортосплавах. Механизмы и непосредственные причины локализации деформации при высоких скоростях в литературе детально не освещены. В редких работах можно увидеть структурное состояние областей локализации деформации, при этом отсутствуют данные о зёрненной структуре, текстуре и состоянии твёрдого раствора таких областей. Кроме того остаётся открытым вопрос о влиянии таких неоднородностей на механические свойства материала. Для интерметаллидных титановых сплавов в целом характерна неоднородность деформации, поэтому изучение явления локализации деформации в титановых ортосплавах остаётся актуальным и в настоящее время.

### **Выводы по литературному обзору и постановка задачи**

Интерметаллидные титановые сплавы на основе орторомбической фазы  $Ti_2AlNb$  известны уже более 30 лет и за это время были подробно изучены. Исследователи хорошо знакомы с фазовым составом сплавов, различными типами структур, научились формировать необходимое структурно-фазовое состояние путём изменения технологических параметров. Также имеется достаточный объём информации по влиянию структурных параметров ортосплавов на их прочность, пластичность, сопротивление ползучести, в том числе при повышенных температурах. Особое внимание уделяется морфологии

интерметаллидной  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы и размеру  $\beta$ -зерна, как определяющим параметрам структуры при формировании свойств ортосплавов.

На данный момент интерметаллидные ортосплавы на основе фазы  $Ti_2AlNb$  активно осваиваются технологами в области двигателестроения, как материал, способный работать при температурах вплоть до  $700\text{ }^\circ\text{C}$ . В процессе технологического освоения материала обнаруживаются некоторые проблемы, характерные для интерметаллидных титановых сплавов. Так, например, остаётся открытым вопрос о нахождении оптимальных скоростей и температуры горячей деформации, как неотъемлемой части технологического процесса.

Анализ работ по исследованию интерметаллидных титановых ортосплавов позволил установить ряд проблем, решение которых позволило бы лучше понять поведение сплавов при горячей деформации и термической обработке. Во-первых, остаётся открытым вопрос относительно непосредственных причин нестабильной деформации, проявляющейся в виде локализации пластической деформации в центральных областях заготовок. Известно, что для нестабильной деформации характерны относительно высокие скорости деформации и низкие температуры, но внутренние причины неоднородной деформации в работах не освещены.

Во-вторых, крайне мало данных о структурном состоянии зон локализации деформации, об изменениях происходящих в процессе горячей деформации, особенно при высоких скоростях деформации и, следовательно, недостатка времени. Успевают ли проходить процессы растворения и сфероидизации интерметаллидной фазы, по какому механизму происходит изменение зёрненной структуры в двухфазном  $\beta+O$  состоянии, какой механизм отвечает за разупрочнение – все эти вопросы остаются актуальными до сих пор.

Остаётся нераскрытым вопрос о возможности устранения последствий неоднородной горячей деформации путём последующей термической обработки. Возможно ли применение рекристаллизационного отжига для устранения зон локализации деформации.

Выявленные в процессе анализа литературы нерешённые проблемы позволили сформулировать общую цель работы и конкретные задачи исследования.

**Целью работы** является установление механизмов структурно-фазовых превращений в интерметаллидном титановом сплаве ВТИ-4 в процессе горячей деформации и последующей термической обработке.

Для достижения поставленной цели необходимо 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.

## 2 ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1 Объекты исследования

Экспериментальные работы и исследования в настоящей работе выполнены на интерметаллидном титановом сплаве ВТИ-4 на основе орторомбической фазы  $Ti_2AlNb$  (О-фаза). Слиток массой 15 кг из сплава с расчётным составом Ti-11,5Al-40Nb-4(V-Zr-Mo-Si) в масс. % был получен путём трёхкратного вакуумно-дугового переплава в печи ALD VAR L200. Далее была проведена трёхступенчатая осадка слитка и всесторонняя ковка с подогревами и с понижением температуры до 950 °С. После конечной осадки полуфабрикат фрезеровали и раскатывали в два этапа до толщины 20 мм. Полученная сутунка имела размеры 450 x 120 мм. Фактически полученный состав сплава приведён в таблице 3:

Таблица 3 – Фактически полученный состав слитка из сплава ВТИ-4

	Ti	Nb	Al	V	Zr	Mo	Si	C
Масс. %	основа	38,8	10,6	1,4	1,08	0,77	0,12	0,03
Атом. %	основа	22,59	21,25	1,49	0,64	0,43	0,23	0,06

Цилиндрические образцы под осадку с размерами  $\varnothing 10 \times 15$  мм изготавливали таким образом, чтобы ось образцов совпадала с направлением прокатки и располагалась в срединной части плиты.

### 2.2 Проведение горячей осадки

Осадку цилиндрических образцов без записи кривых нагружения осуществляли на гидростатическом одноколонном прессе с максимальным усилием 25 тс в изотермических условиях. Скорость перемещения пуансона составляла 37 мм/с, что для выбранной геометрии образцов эквивалентно относительной скорости деформации равной  $2,5 \text{ с}^{-1}$ . Нагрев образцов под осадку осуществлялся в изотермическом никелевом контейнере при температурах в диапазоне от 850 °С до 1130 °С. Для исключения непосредственно контакта холодного пуансона с нагретым образцом

использовали никелевую прокладку, нагретую вместе с образцом. Время выдержки образцов в печи составляло 90 минут. Осадку проводили до относительных степеней деформации в 30 %, 50 % и 70 % с использованием стопорных шайб. После окончания деформации образец извлекали из никелевого изотермического контейнера и закаливали в воде. Промежуток времени между окончанием деформации и моментом закалки составлял не более 10 секунд.

Горячую осадку с записью кривых нагружения осуществляли на сервогидравлической испытательной машине производства «Walter+Bai AG», модель LFV-100, с максимальным усилием  $\pm 100$  кН. Машина была оснащена силоизмерительным датчиком класса точности 0,5, устройством выравнивания соосности, осевым высокотемпературным экстензометром с базой щупов 10 мм и оснасткой в виде сжимающих штанг диаметром 30 мм из жаропрочного сплава ВКНА-1ВР. Перед силовым нагружением образец нагревали до температуры испытания со скоростью 30 °С/мин и выдерживали в течение 20 мин. Осадку производили непосредственно в пространстве печи.

### 2.3 Методы исследования

Определение температур фазовых превращений осуществляли методом дифференциальной сканирующей калориметрии на установке Netzsch DSC 404F1 со скоростью нагрева 20 К/мин.

Изучение макроструктуры и зёрненной структуры проводили методом оптической металлографии на микроскопе Olympus GX 51. Панорамные изображения осаженных образцов получали путём сшивки одиночных кадров в программе SIAMS 700. Количественный анализ зёрненной структуры выполняли методом полной обрисовки границ зёрен с последующим вычислением площадей и эквивалентных размеров  $D_{\text{ЭКВ}}$  по формуле (1). Среднее значение размера зерна вычисляли как среднее арифметическое от вычисленных  $D_{\text{ЭКВ}}$ .

$$D_{\text{ЭКВ}} = \sqrt{\frac{8 \cdot S}{3\sqrt{3}}}, \text{ мкм} \quad (1)$$

где  $S$  – измеренная площадь зерна,  $\text{мкм}^2$ .

Растровую электронную микроскопию и построение карт EBSD проводили на микроскопе Verios 460 XHR производства FEI при ускоряющем напряжении 25 кВ. Обработку карт EBSD и построение прямых полюсных фигур проводили при помощи программного обеспечения HKL Channel 5 (модули Tango и Salsa) фирмы Oxford Instruments.

Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии были выполнены на микроскопе Tescan G2 F20 S-TWIN с термополюсным катодом типа Шоттки при ускоряющем напряжении 200 кВ. Анализ химического состава проводился методом рентгеноспектрального микроанализа при помощи энергодисперсионного детектора Oxford X-Max<sup>NT</sup> с площадью кристалла 80 мм<sup>2</sup>. Химические карты получены с разрешением 250x250 точек и выдержкой 250 мс/точку. Часть исследований была выполнена на электронном просвечивающем микроскопе Jeol Jem 200CX с термоэмиссионным вольфрамовым катодом при ускоряющем напряжении 160 кВ.

Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре общего назначения PANalytical Empyrean с монохроматическим Cu-K $\alpha$  излучением в диапазоне углов 20° – 110°. Дифрактограммы в работе приведены в узком наиболее информативном диапазоне от 35° до 43°. Расшифровка дифрактограмм проводилась с помощью программы Jade5 и базы данных PDF-4. Вычисление периодов кристаллических решёток проводили методом полнопрофильного анализа по Паули.

Образцы для оптической, растровой электронной микроскопии и рентгенофазового исследований были подготовлены путём шлифования и последующей электрохимической полировки в электролите HClO<sub>3</sub>:CH<sub>3</sub>COOH = 1:17 об. % на установке LectroPol-5 при напряжении 90 В и температуре 25 °С. Травление на микроструктуру проводили в реактиве состава HF:HNO<sub>3</sub>:H<sub>2</sub>O в равных объёмных долях. Подготовку образцов для ПЭМ осуществляли стандартным путём: электроэрозионная резка, механическое утонение на SiC-бумаге до 50 мкм, струйная электрополировка на установке Tenupol-5 в азотно-спиртовом электролите состава HNO<sub>3</sub>:CH<sub>3</sub>OH = 15:85 об. % при -40 °С.

### 3 ПРОЦЕССЫ, ПРОИСХОДЯЩИЕ В ТИТАНОВЫХ ОРТОСПЛАВАХ ПРИ НАГРЕВЕ

Изучение последовательности фазовых и структурных превращений сплава в определённом интервале температур позволяет получить целостное понимание механизмов формирования структуры сплава. Интерметаллидные титановые сплавы на основе О-фазы являются многофазными системами, где каждая фаза может иметь различную морфологию, характерные размеры, расположение относительно границ зёрен, объёмную долю. Очевидно, что, опираясь только лишь на известные многочисленные фазовые диаграммы для системы Ti-Al-Nb, сложно добиться желаемой структуры. Фазовые диаграммы не отражают ни морфологических особенностей образуемых фаз, ни предыстории материала, которая в значительной степени влияет на образование структуры. Фазовые диаграммы позволяют оценить лишь массовую долю каждой фазы при равновесных условиях, т.е. после термических выдержек, многократно превышающих технологические.

В настоящей главе описана общая последовательность фазовых превращений при повышении температуры в диапазоне 700 – 1200 °С в соответствии с наблюдаемыми структурными изменениями. Вся последовательность превращений отражена на кривых ДСК, полученных при нагреве образцов сплава ВТИ-4 со скоростью 20 К/мин. При этом необходимо помнить, что абсолютные значения температур тепловых эффектов могут иметь некоторый разброс для ортосплавов с различным составом. Поэтому приведённые в главе температурные границы превращений справедливы лишь для конкретного эксперимента, но общее поведение ДСК кривых характерно для всех интерметаллидных титановых сплавов на основе  $Ti_2AlNb$ .

### 3.1 Структурно-фазовые превращения в сплаве ВТИ-4 при нагреве

Для изучения последовательности структурно-фазовых превращений в ортосплаве ВТИ-4 были построены кривые ДСК при нагреве, определены критические точки фазовых превращений (рис. 9). При температурах 850, 910, 950, 1020 и 1130 °С и проведены высокотемпературные выдержки с последующей закалкой в воду для фиксации полученной структуры. Известно, что при закалке интерметаллидных титановых сплавах сдвиговых фазовых превращений в них не происходит. Для устранения влияния наклепа деформированной плиты на изменение структуры при температурах 850 – 1020 °С предварительно был проведён рекристаллизационный отжиг в однофазной области при 1170 °С с последующей закалкой в воду.

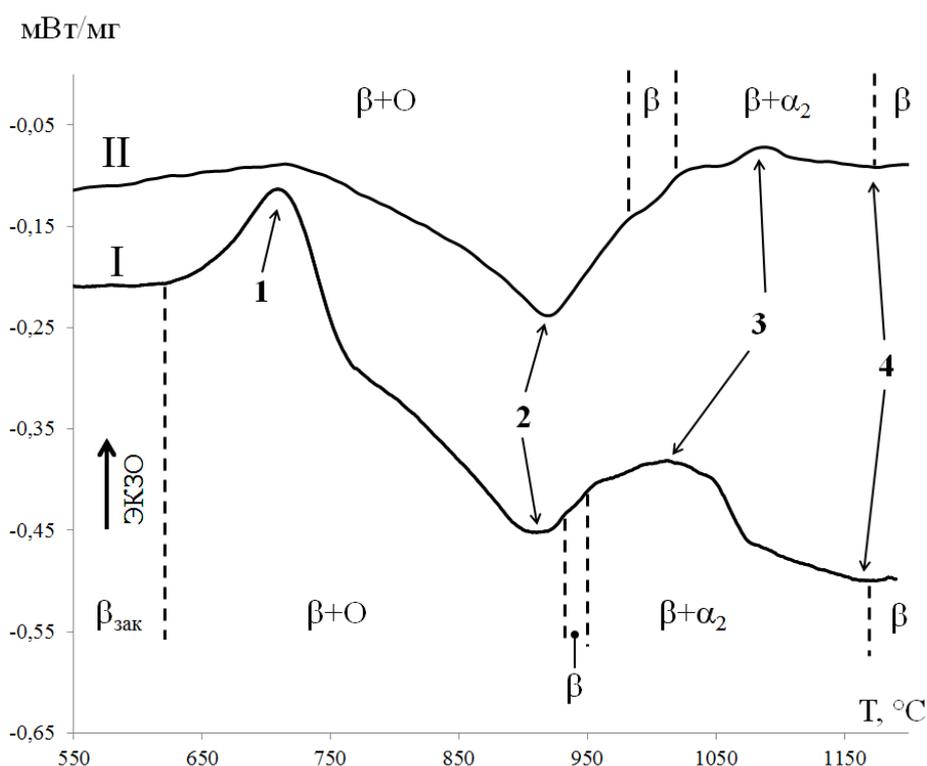


Рисунок 9 – ДСК кривые нагрева сплава ВТИ-4

(I – после прокатки; II – после старения):

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

3 – выделение  $\alpha_2$ -фазы; 4 – растворение  $\alpha_2$ -фазы;

Последовательность фазовых превращений при нагреве, прежде всего, определяется исходным фазовым составом. При нагреве ортосплава, не

содержащего О-фазу, т.е. в состоянии пересыщенного твердого раствора после закалки в воду, наблюдается выраженный экзотермический пик при 710 °С (здесь и далее в этом разделе температуры приведены для кривой I ДСК на рисунке 9). Этот экзотермический эффект соответствует превращению  $\beta \rightarrow \beta + O$  с образованием пластинчатой интерметаллидной О-фазы (рис. 10).

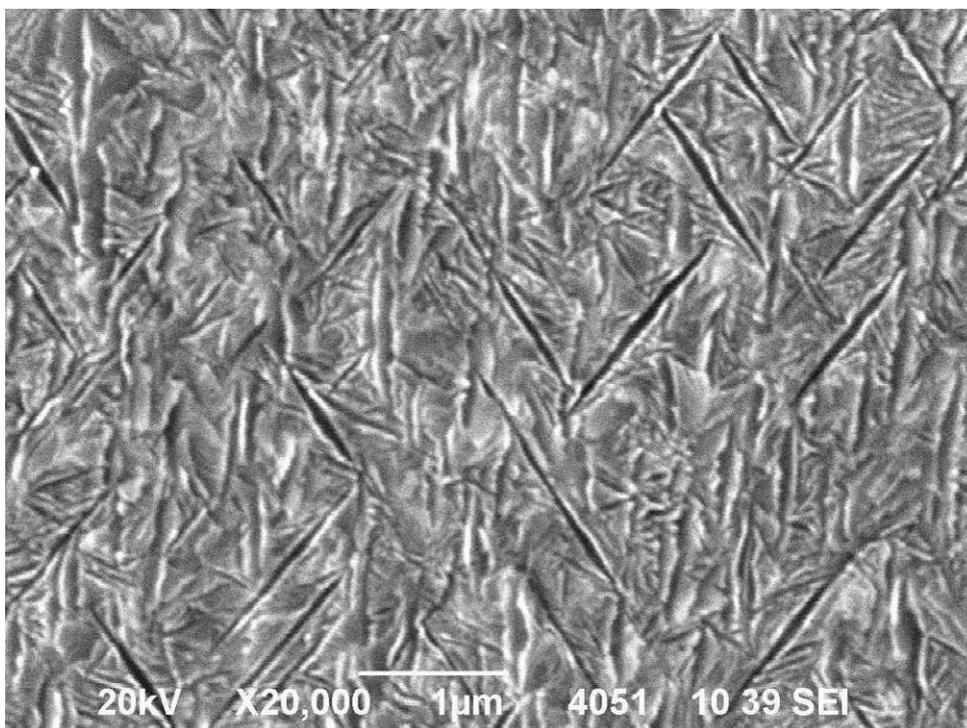


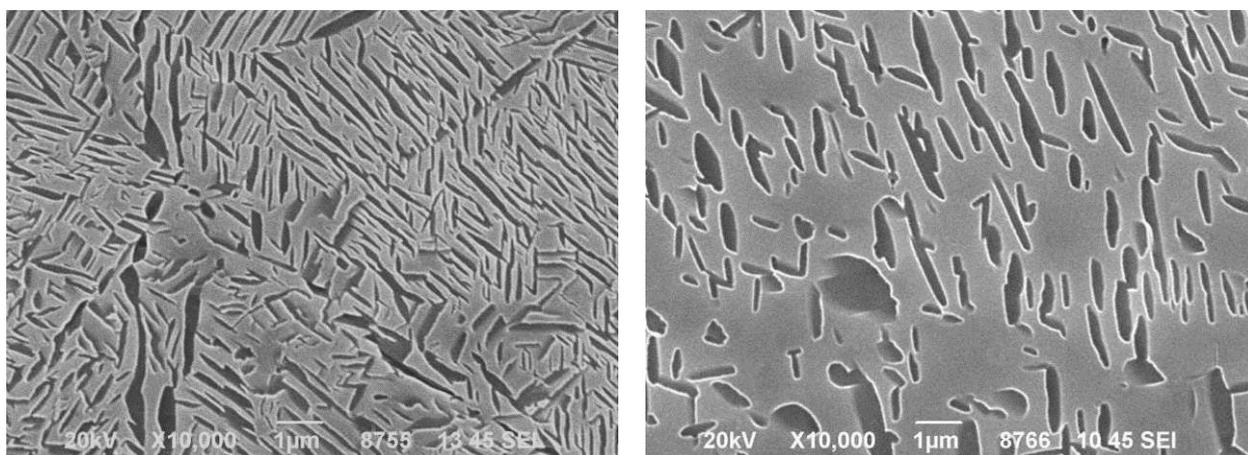
Рисунок 10 – Пластинчатая О-фаза в сплаве ВТИ-4.

ТО: 1010 °С, 1,5 ч, вода + 700 °С, 30 мин

В случае нагрева предварительно состаренного ортосплава со значительной долей О-фазы экзотермический пик выделения О-фазы слабо выражен или не наблюдается вовсе (кривая II на рисунке 9). Действительно, дополнительный нагрев не приводит в таком случае к ощутимому распаду твердого раствора и образованию О-фазы.

Дальнейший нагрев приводит к наиболее выраженному тепловому эндотермическому эффекту на кривой ДСК ортосплавов, соответствующему растворению пластинчатой О-фазы при 910 °С. За счёт Оствальдовской перекристаллизации (Ostwald ripening) через твердый раствор наблюдается укрупнение остающихся пластин О-фазы (рис. 11). При этом для осуществления превращения  $\beta + O \rightarrow \beta$  забирается дополнительное тепло, т.е.

реакция идёт с эндотермическим эффектом. Некоторые исследователи [44, 45, 77] относят температурный интервал, в котором наблюдается этот тепловой эффект (800 – 1000 °С), к области  $\beta+O+\alpha_2$ .



а

б

Рисунок 11 – Структура сплава ВТИ-4 после выдержки в течение 2,5 часов при различных температурах: а) 850 °С; б) 910 °С.

Рентгенофазовый анализ образцов сплава ВТИ-4, закалённых с температуры выдержки 850 °С и 910 °С, выявляет наличие только двух фаз –  $\beta$  и О (рис. 12). Таким образом эндотермический пик при 910 °С находится в двухфазной области  $\beta+O$ , а сам тепловой эффект отвечает исключительно за растворение О-фазы, что проявляется в уменьшении её объёмной доли.

После выдержки при 950 °С в рентгеновском спектре сплава ВТИ-4 наблюдаются уже  $\beta$  и  $\alpha_2$ -фаза. Наличие  $\alpha_2$ -фазы подтверждается также и методом энергодисперсионной спектроскопии. При температурах 910 °С и 950 °С интерметаллидная фаза имеет одинаковую морфологию (рис. 13), но различный состав, соответствующий различным фазам. Так, при 910 °С содержание ниобия в интерметаллидной фазе составляет 20 ат. %, что соответствует содержанию ниобия в О-фазе (табл. 4). При 950 °С содержание ниобия падает до 15 ат. %, что соответствует уже содержанию Nb в  $\alpha_2$ -фазе.

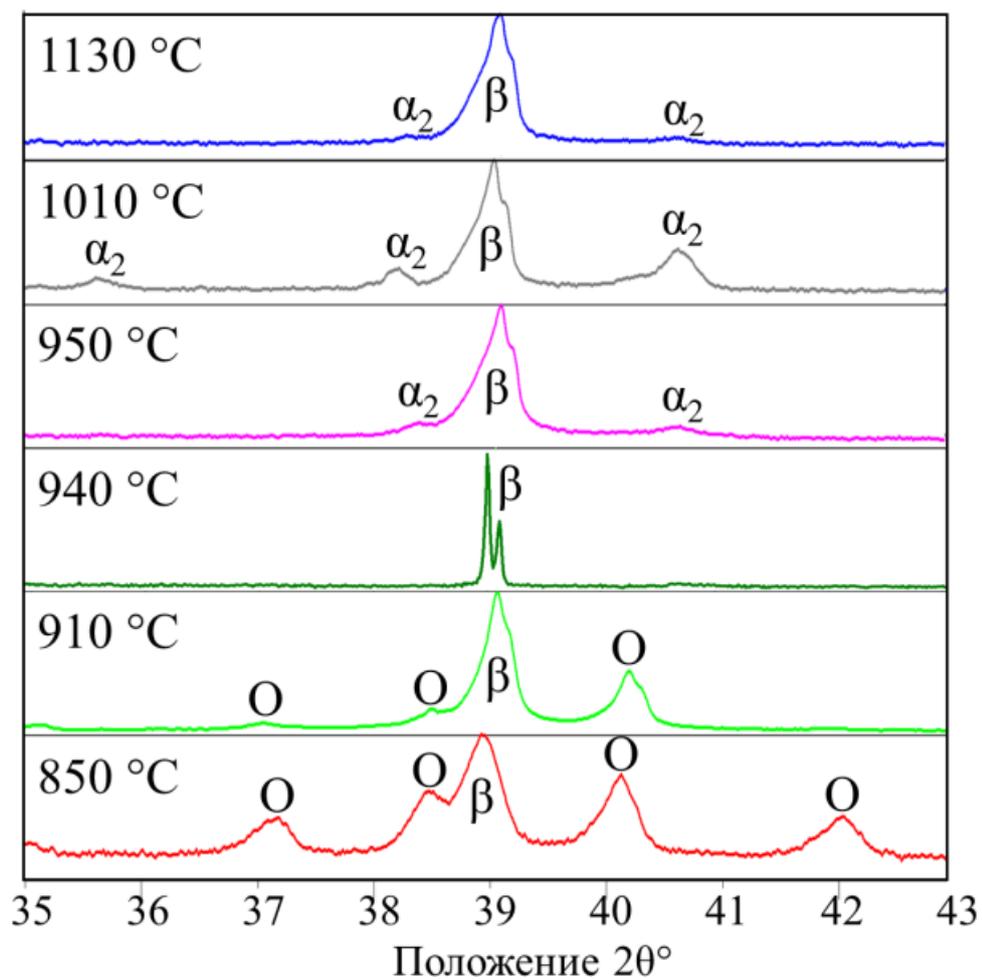


Рисунок 12 – Дифрактограммы сплава ВТИ-4 после отжига в течение 2,5 часов в диапазоне температур 850 – 1130 °С

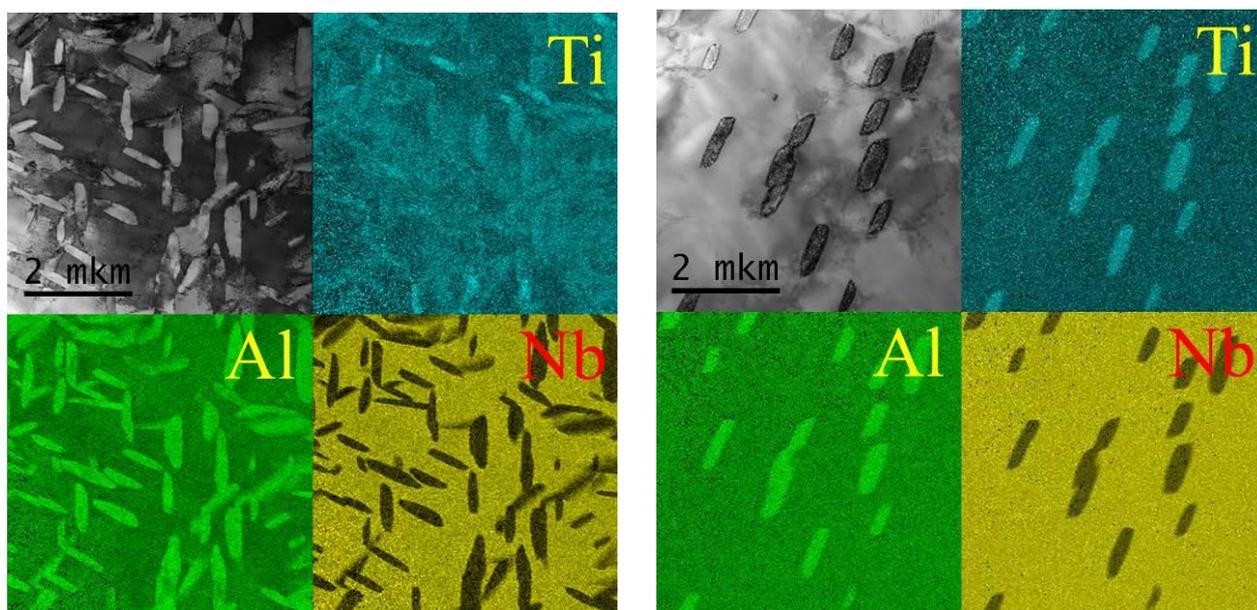


Рисунок 13 – Распределение Ti, Al и Nb в сплаве ВТИ-4 после выдержки 2,5 ч и закалки в воду: а) 910 °С, О-фаза; б) 950 °С, α₂-фаза

Таблица 4 – Содержание основных элементов в интерметаллидной фазе при различной температуре выдержки

Температура выдержки, °С	Содержание элементов, ат. %			Фаза
	Ti	Nb	Al	
850	51,4	<b>22,2</b>	24,2	O
910	54,5	<b>19,6</b>	24,4	O
950	58,7	<b>15,1</b>	24,7	$\alpha_2$

Таким образом, на концах узкого температурного интервала 910 – 950 °С наблюдаются две различные двухфазные области:  $\beta+O$  и  $\beta+\alpha_2$ . Согласно правилу о числе фаз в соприкасающихся фазовых областях [78] число образующихся и исчезающих фаз при переходе через границу фазовых областей связано с размерностями диаграммы и разделяющих границ следующим выражением:

$$R_d - R_{гр} = \Phi^+ + \Phi^-,$$

где  $R_d$  – мерность пространства в котором построена диаграмма;  $R_{гр}$  – мерность границы, разделяющей фазовые области (линия – 1, точка – 0);  $\Phi^+$  и  $\Phi^-$  – число образующихся и исчезающих фаз при переходе из одной фазовой области в другую.

Из этого правила следует, что фазовые области на изотермическом разрезе тройной диаграммы ( $R_d = 2$ ), соприкасающиеся по линии ( $R_{гр} = 1$ ), должны отличаться по количеству фаз на единицу. Это исключает возможность непосредственного перехода из области  $\beta+O$  в область  $\beta+\alpha_2$ . Таким образом, логично предположить, что в интервале 910 – 950 °С между областями  $\beta+O$  и  $\beta+\alpha_2$  должна содержаться трёхфазная область  $\beta+O+\alpha_2$ , о наличии которой говорят большинство авторов.

Однако, из того же правила следует и второй вариант, при котором переход из области  $\beta+O$  в область  $\beta+\alpha_2$  может происходить через однофазную  $\beta$ -область. Именно этот вариант превращения наблюдается при нагреве сплава ВТИ-4, что подтверждается результатами рентгенофазового анализа (рис. 12) и изображениями структуры (рис. 14). Нагрев выше 910 °С приводит к

дальнейшему растворению О-фазы вплоть до её полного растворения при 940 °С. При этой температуре структура представлена только зёрнами  $\beta$ -фазы, объём которых полностью свободен от интерметаллидной фазы.

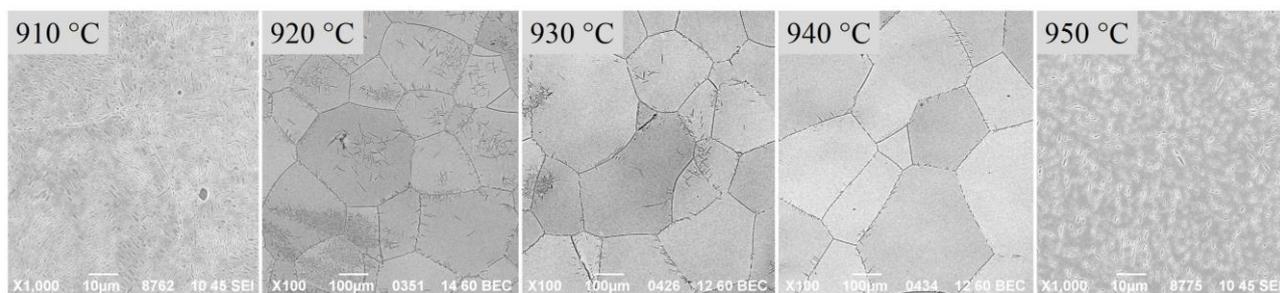


Рисунок 14 – Изменение содержания интерметаллидной фазы в структуре сплава ВТИ-4 в диапазоне температур 910 – 950 °С.

Повышение температуры выдержки до 950 °С приводит к образованию из твердого раствора  $\alpha_2$ -фазы в количестве 3 об. %. Интересно, что узкий интервал существования однофазной  $\beta$ -области проявляется слабым, но всё же заметным тепловым эффектом на ДСК кривой в виде провала на правой ветви эндотермического пика растворения О-фазы.

Для более точной локализации интервала теплового эффекта удобно воспользоваться графиком производной ДСК кривой по температуре (рис. 15). Нули на графике производной соответствуют максимумам тепловых эффектов, а локальные максимумы и минимумы производной – точкам перегиба ДСК кривой, имеющимся у каждого теплового эффекта с обеих сторон от экстремума.

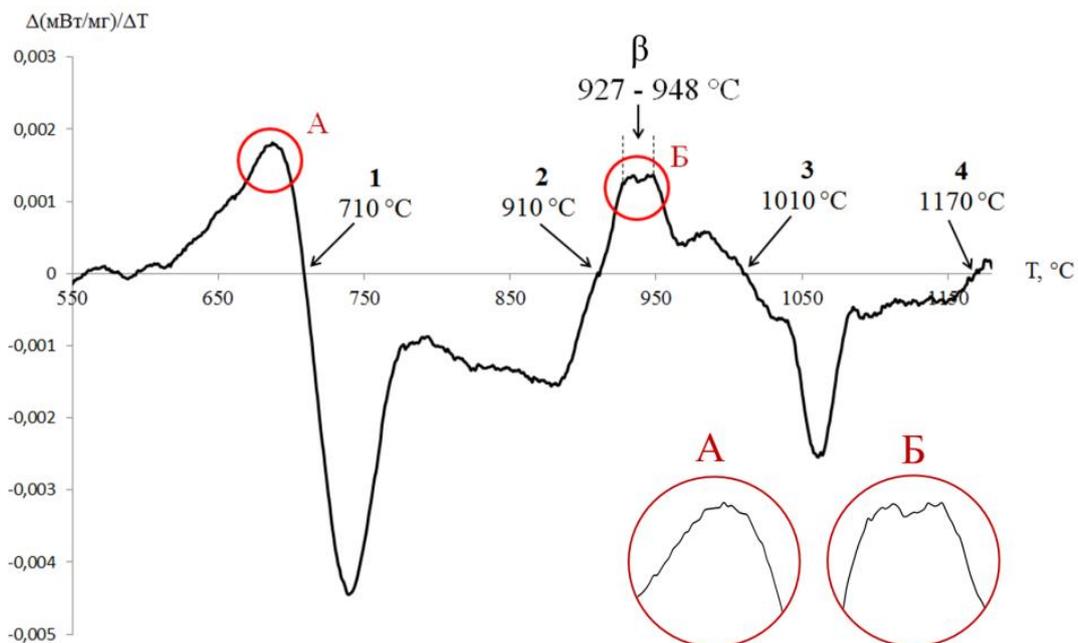


Рисунок 15 – Производная ДСК кривой 1 на рис. 9 по температуре. Цифры соответствуют превращениям на рис. 9. Во вставках увеличенные максимумы производной, соответствующие перегибам на исходной ДСК кривой

Так, например, максимум и минимум по обе стороны от нуля производной при 710 °С соответствуют левому и правому перегибу пика выделения О-фазы на кривой ДСК (рис. 9). Описанные локальные экстремумы имеют гладкую форму. Аналогичные локальные минимумы и максимумы следовало бы ожидать и для пика растворения О-фазы при 910 °С. Однако на правом максимуме наблюдается искажение гладкой формы в виде небольшого провала на локальном максимуме при 940 °С. Сам локальный максимум от 930 до 950 °С отвечает за правый перегиб пика при температуре 910 °С. Но из-за наличия дополнительного теплового эффекта в районе перегиба кривой ДСК на локальном максимуме её производной наблюдается провал при 940 °С.

Остаётся не вполне ясным, по какой причине окончание растворения О-фазы и переход в однофазную область выражаются в отдельном тепловом эффекте. Однако наблюдаемое явление не является артефактом измерения, т.к. не только стабильно наблюдается на различных образцах, но и смещается в зависимости от положения основных тепловых эффектов.

### 3.2 Последовательность превращений при нагреве сплава ВТИ-4

По результатам структурно-фазовых исследований, проведённых несколькими взаимодополняющими методами (РЭМ, РФА, ЭДС, ДСК) можно составить общую последовательность превращений в сплаве ВТИ-4 при нагреве из состаренного состояния.

Повышение температуры выдержки начиная с 790 °С приводит к растворению О-фазы по реакции  $\beta + \text{O} \rightarrow \beta$ . Процесс проявляет себя в уменьшении доли частиц О-фазы и одновременном увеличении их размера за счёт твёрдорастворного переосаждения. Процесс растворения О-фазы заканчивается при температуре 940 °С, когда сплав переходит в промежуточную однофазную  $\beta$ -область. В данном случае под определением «промежуточная» подразумевается, что эта область разделяет две двухфазные области  $\beta + \text{O}$  и  $\beta + \alpha_2$ . При 940 °С в структуре сплава присутствуют только зёрна  $\beta$ -фазы.

При дальнейшем повышении температуры из твёрдого раствора начинают выделяться частицы  $\alpha_2$ -фазы. Повышение температуры приводит к увеличению доли  $\alpha_2$ -фазы до максимального содержания при температуре выдержки 1010 °С. Начиная с температуры 1060 °С повышение температуры приводит к постепенному растворению  $\alpha_2$ -фазы. При достижении температуры 1150 °С сплав переходит в однофазное состояние. Схематично последовательность превращений представлена на рис. 16.

При рассмотрении этой схемы необходимо помнить следующие особенности ортосплавов. Во-первых, указанные температуры могут значительно смещаться в зависимости от химического состава сплава, и их стоит воспринимать лишь как реперные точки. Также стоит учитывать химическую неоднородность в пределах одного полуфабриката, которая будет приводить к формированию различных структур в разных частях полуфабриката при одной температуре выдержки. Так, на рисунке 9 положение однофазной  $\beta$ -области на двух образцах, взятых из различных частей исходной плиты, отличается на 60 °С.

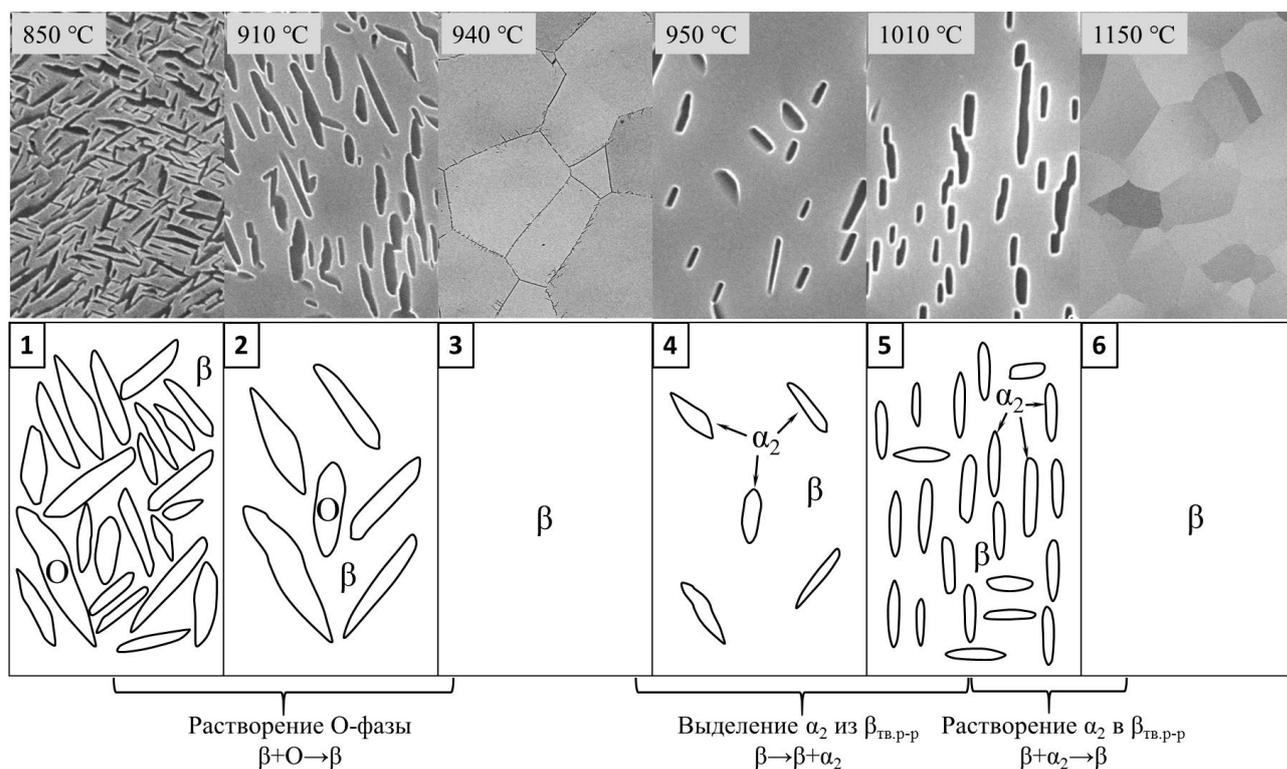


Рисунок 16 – Схематическое представление последовательности структурно-фазовых превращений в титановом ортосплаве при нагреве.

1→2→3:  $\beta + O \rightarrow \beta$  – растворение O-фазы и переход в  $\beta$  область;

3→4→5:  $\beta \rightarrow \beta + \alpha_2$  – образование и рост  $\alpha_2$ -фазы из твердого раствора;

5→6:  $\beta + \alpha_2 \rightarrow \beta$  растворение  $\alpha_2$ -фазы; однофазное состояние.

Во-вторых, в данной схеме для упрощения не отображены часть процессов, которые всегда проявляются в реальных образцах материала. Например, даже после долгих термических выдержек в области  $\beta + O$  на границе зёрен наблюдается оторочка  $\alpha_2$ -фазы, растворяющаяся при температуре выше 1000 °С. Вероятными причинами наличия  $\alpha_2$ -фазы на границах зёрен могут являться как повышенное содержание кислорода, так и в целом повышенная диффузионная способность зернограничных областей.

Ещё одним примером является формирование оторочек O-фазы вокруг крупных частиц  $\alpha_2$ -фазы, или же наоборот, оторочек  $\alpha_2$ -фазы вокруг частиц O-фазы. Наличие таких оторочек не стоит воспринимать как соответствующее трёхфазному состоянию сплава  $\beta + O + \alpha_2$ . Как правило, такие оторочки формируются вследствие ограниченного времени или невысокой температуры

выдержки полуфабриката, в котором изначально содержатся крупные частицы интерметаллидной фазы.

### ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 3

Результат деформационной обработки интерметаллидных титановых ортосплавов в значительной степени зависит от исходной структуры полуфабриката, которая в свою очередь определяется температурой деформации. Поэтому в настоящей главе были подробно изучены превращения, происходящие при нагреве сплава ВТИ-4, и определены температурные диапазоны фазовых областей.

Анализ кривых ДСК, совмещенный с изучением структурно-фазового состава сплава ВТИ-4 вблизи точек фазовых превращений, позволил поставить в соответствие тепловые эффекты на ДСК кривых конкретным структурным изменениям, уточнить температурные диапазоны существования фазовых областей. В результате анализа несколькими методами удалось строго разделить области  $\beta+O$  и  $\beta+\alpha_2$ , положения которых на температурной шкале вызывает немало вопросов в литературе. Для сплава ВТИ-4 показано, что переход из области  $\beta+O$  в область  $\beta+\alpha_2$  происходит через однофазную  $\beta$ -область, т.е. путём последовательных процессов растворения  $O$ -фазы и выделения  $\alpha_2$ -фазы из твердого раствора. Стоит отметить, что существование однофазной  $\beta$ -области при температурах 940 – 1000 °С не противоречит правилам расположения фазовых областей на диаграммах состояния и представляет собой один из двух допустимых вариантов разделения областей  $\beta+O$  и  $\beta+\alpha_2$ , наравне с существованием трёхфазной области  $\beta+O+\alpha_2$ .

Основным процессом, характеризующимся наиболее выраженным тепловым эффектом на ДСК кривых, является растворение интерметаллидной  $O$ -фазы. Начинается этот процесс при температуре 790 °С и заканчивается при 940 °С полным растворением интерметаллидной фазы и переходом сплава в однофазную  $\beta$ -область. Дальнейшее повышение приводит к выделению из

твёрдого раствора интерметаллидной  $\alpha_2$ -фазы с максимумом содержания при 1020 °С. Полное растворение  $\alpha_2$ -фазы происходит при 1170 °С.

По результатам исследования составлена схематическая последовательность фазовых и структурных превращений, показаны основные процессы, протекающие при нагреве сплава ВТИ-4 в диапазоне 800 – 1200 °С.

## 4 ПРОЦЕССЫ, ПРОИСХОДЯЩИЕ ПРИ ГОРЯЧЕЙ ДЕФОРМАЦИИ

Горячая деформация является неотъемлемой технологической операцией при работе с интерметаллидными титановыми сплавами на основе ортофазы  $Ti_2AlNb$ . Проведение горячей деформации преследует несколько основных целей:

1) формообразование – исходный слиток, полученный трёхкратным вакуумно-дуговым переплавом, приобретает в результате операцийковки, осадки, прокатки необходимую для дальнейшего изделия форму;

2) измельчение зерна – размер зерна в получаемых слитках может достигать нескольких сантиметров в зависимости от диаметра слитка. Измельчение зерна способствует разрушению дендритной структуры, увеличению прочности будущего изделия за счёт повышения доли межзёренных границ;

3) уменьшение микропористости – операции деформации за счёт интенсивного перемешивания материала способны устранять пористость, снижая таким образом долю брака и повышая стабильность уровня качества.

После операций горячей деформации выполняется двухступенчатая термообработка, призванная сформировать необходимый фазовый состав и тип структуры. Однако технологические параметры горячей деформации ощутимо влияют на процесс формирования структуры при последующей термообработке. Среди всех параметров горячей деформации можно выделить основные:

1) температурный интервал горячей деформации – верхнее значение задаётся температурой выдержки в печи; нижнее определяется температурой окончания деформации;

2) скорость деформации – регулируется скоростью перемещения пуансона при осадке или скоростью вращения валков и зазором между ними при прокатке;

3) температурные условия – деформация может проходить как на открытом воздухе, так и в изотермических контейнерах; с подогревом пуансонов/валков или без них;

4) условия охлаждения после окончания деформации – в зависимости от целей, охлаждение проводят на спокойном воздухе, под вентилятором, или же наоборот в печах для снижения скорости охлаждения.

Сочетание перечисленных параметров оказывает влияние на размер зерна, однородность распределения деформации, способность материала к последующей рекристаллизации, на фазовый состав деформированного изделия и морфологию образующихся фаз.

В настоящей главе рассмотрены процессы, происходящие в титановых интерметаллидных сплавах на основе ортофазы  $Ti_2AlNb$  в процессе горячей деформации, а именно: распределение деформации при осадке цилиндрических образцов, изменение зёрновой структуры, структурно-фазовые изменения. Также в этой главе путём моделирования методом конечных элементов (МКЭ) получено распределение напряжений и деформаций в цилиндрических образцах при горячей осадке и проведено сопоставление с наблюдаемыми изменениями в структуре.

## 4.1 Макроструктурные и текстурные изменения при горячей осадке

Изучение макроструктурных изменений проводилось на цилиндрических образцах с размерами  $\varnothing 10 \times 15$  мм. Осадку проводились в диапазоне температур 850 – 1130 °С в изотермических никелевых контейнерах. Время выдержки образцов перед осадкой – 1,5 ч. Захолаживание торцов устранялось за счёт никелевой разогретой прокладки между осаживаемым образцом и пуансоном прессы. Осадка проводилась на ручном прессе со скоростью перемещения пуансона 37 мм/с, что соответствовало скорости осадки в  $2,5 \text{ с}^{-1}$ . Максимальная степень осадки составляла 70 % от исходной высоты образцов. Непосредственно после окончания осадки образцы извлекали из никелевого контейнера и закаливали в воду. Время между окончанием осадки и закалкой составляло не более 10 секунд.

### 4.1.1 Макроструктура

В процессе горячей осадки в образце формируются три макроструктурные области (рис. 17): 1) застойные верхние и нижние зоны I, имеющие форму чаши; 2) зона II интенсивной деформации, имеющая форму вырожденного креста; 3) зона III, образованная вытеснением свободной боковой поверхности образца на периферию.

С увеличением температуры осадки зона II интенсивной деформации становится шире, что свидетельствует о более равномерном распределении деформации. После осадки при 1130 °С центральная часть зоны II составляет одну треть от высоты осаженного образца, что примерно в 3 раза шире, чем при температуре 850 °С. Полосы деформации хорошо просматриваются при температурах осадки 850 – 1020 °С, вырождаясь в центральной части в узкую полосу локализованного течения металла. При температуре 1130 °С переход между зонами II и III не различим, и только форма и значительная ширина застойных зон I позволяет судить о неравномерной деформации материала.

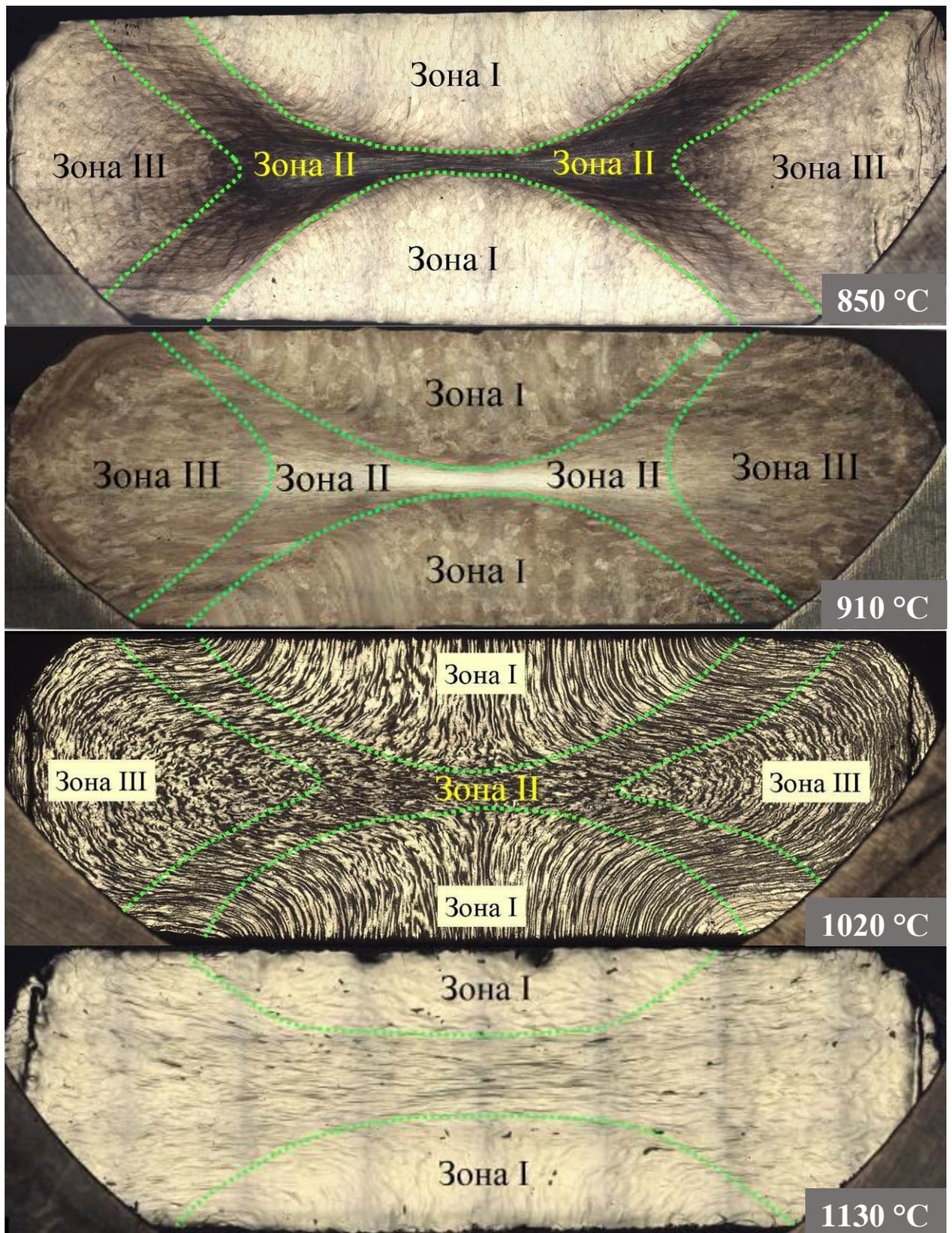


Рисунок 17 – Макроструктура цилиндрических образцов сплава ВТИ-4 после осадки до 70% со скоростью  $2,5 \text{ с}^{-1}$  при различных температурах

Размер зерна в застойных зонах цилиндрических образцов после 1,5 ч выдержки в диапазоне температур 850 – 1020 °C остаётся неизменен

относительно исходной плиты и составляет  $140\pm 1$  мкм (табл. 5). При температуре 1130 °С размер зерна более чем в два раза больше и составляет 316 мкм. Рост зерна при этом осуществляется путём собирательной рекристаллизации. При всех температурах ниже однофазной области сдерживающим фактором роста является наличие выделений О- и  $\alpha_2$ -фазы, а также недостаточная диффузионная подвижность границ зёрен.

Таблица 5 – Результаты количественного анализа зёрен застойной зоны

Температура осадки, °С	Фазовая область	Средняя площадь зерна, мкм <sup>2</sup>	Средний размер зерна, мкм	Кол-во измерений
Исходная плита, плоскость прокатки	$\beta+\alpha_2$	26 529	180,2	429
Исходная плита, поперечная плоскость	$\beta+\alpha_2$	18 308	140,7	540
850	$\beta+O$	15 755	140	948
910	$\beta+O$	16 843	141	652
950	$\beta+\alpha_2$	17 033	142	697
1020	$\beta+\alpha_2$	14 349	140	568
1130	$\beta+\alpha_2$	79 530	316	145

В центральной области зоны II, где происходит локализации течения металла во время осадки, наблюдаются полосы деформации и строчечные выделения  $\alpha_2$ -фазы (см. рис. 17 1020 °С и 1130 °С).

#### 4.1.2 Текстурное состояние

После 1,5 часов отжига при температурах 850 – 1020 °С и осадки в никелевом изотермическом контейнере текстурное состояние застойных зон цилиндрических образцов остаётся неизменным относительно исходной плиты и характеризуется отсутствием преимущественного кристаллографического направления, что подтверждается результатами EBSD-анализа (рис. 18, 19). Принимая макроструктурные изменения в застойных зонах незначительно малыми, можно утверждать, что исходное состояние материала

непосредственно перед горячей осадкой характеризуется отсутствием выраженной текстуры и одинаковым размером зерна в диапазоне от 850 °С до 1020 °С.

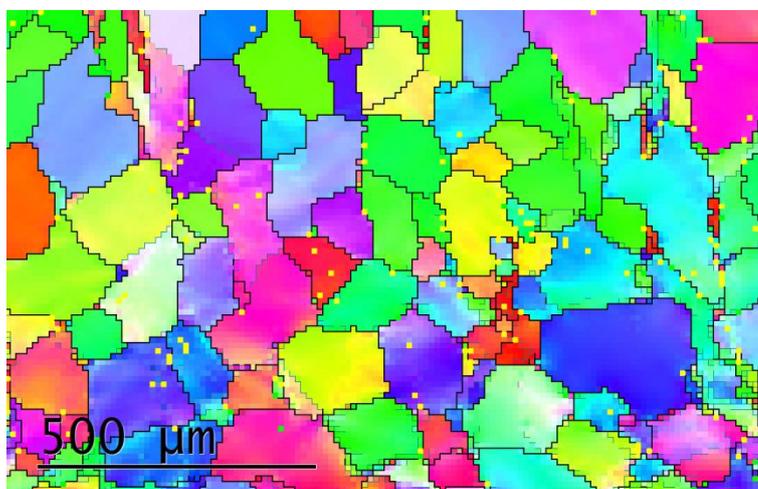


Рисунок 18 – Карта EBSD застойной зоны цилиндрического образца после осадки при 1020 °С до 70 %, со скоростью 2,5 с<sup>-1</sup>

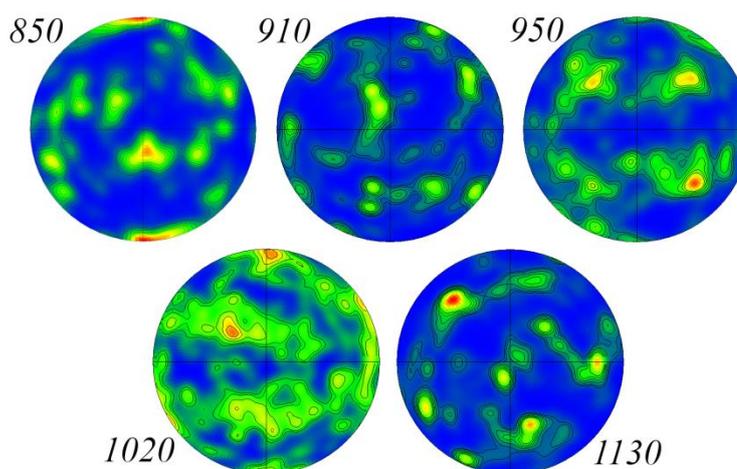


Рисунок 19 – Полюсные фигуры в  $\{111\}_\beta$ , рассчитанные по картам EBSD застойных зон осаженных цилиндрических образцов при различных температурах. Степень осадки 70 %, скорость 2,5 с<sup>-1</sup>. Ось осадки нормальна плоскости листа

В центральной области зоны II интенсивной деформации при температурах 910 °С и выше наблюдаются так называемые «языки» деформации – зёрна, испытавшие значительную деформацию и удлинившиеся в радиальном направлении. Толщина языков деформации при 910 °С, 950 °С и 1020 °С в среднем одинакова и составляет от 3 до 13 мкм (табл. 6). При

температуре осадки 1130 °С толщина языков деформации увеличивается более чем в 3 раза до 50 мкм.

Таблица 6 - Количественные характеристики зоны интенсивной деформации

Т, °С	Фазовая область	Размер субзерен, мкм	Толщина «языков» деформации, мкм	Объёмная доля О/α <sub>2</sub> фазы в зоне II, %	Объёмная доля О/α <sub>2</sub> фазы исходная, %
850	β+О	0,47	–	10	30
910	β+О	0,90	3 – 13	5	15
950	β+α <sub>2</sub>	2,11	3 – 13	1,5	3
1020	β+α <sub>2</sub>	2,56	3 – 13	-	-
1130	β/В2	4,65	15 – 50	-	-

Сравнение размера зерна перед деформацией и толщины «языков» деформации позволяет утверждать, что толщина последних прямо связана с размером зерна перед деформацией. Действительно, при температурах 910 – 1020 °С зерну с размером 140±1 мкм соответствуют «языки» деформации с одной толщиной от 3 до 13 мкм. При увеличении температуры выдержки под осадку до 1130 °С размеры зерна и «языков» деформации возрастают в 2-3 раза. Это ещё раз подтверждает, что каждый «язык» деформации является отдельно взятым сильно деформированным зерном.

Зона II обладает острой аксиальной двухкомпонентной текстурой с направлениями  $\langle 100 \rangle_{\text{ОЦК}}$  и  $\langle 111 \rangle_{\text{ОЦК}}$  вдоль оси осадки (рис. 20, 21). Такое текстурное состояние, когда в плоскость осадки выходят кристаллографические плоскости {100} и {111}, характерно для одноосного сжатия ОЦК металлов, каким является твердый раствор β-фазы [79].

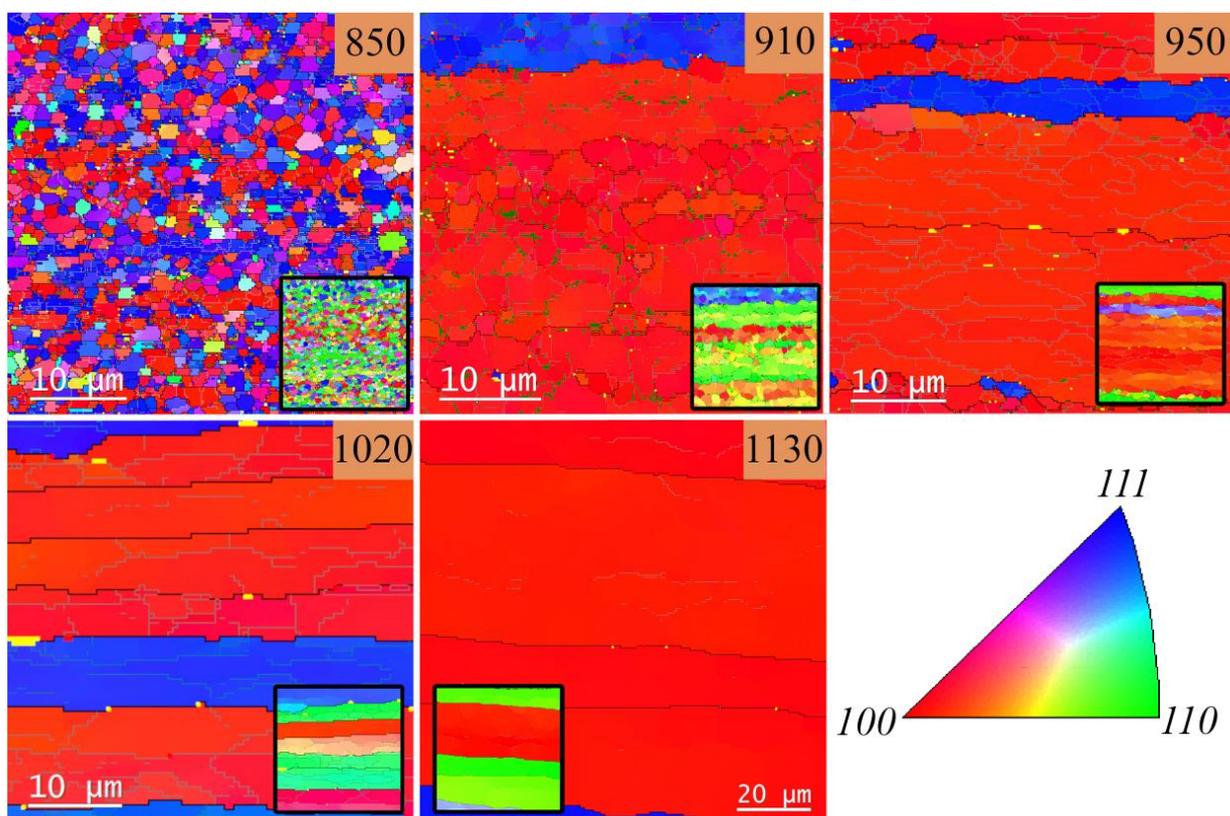


Рисунок 20 – Карты EBSD центральной области зоны II. Ориентационный контраст соответствует направлению осадки. Изображение – в плоскости, параллельной оси цилиндрического образца

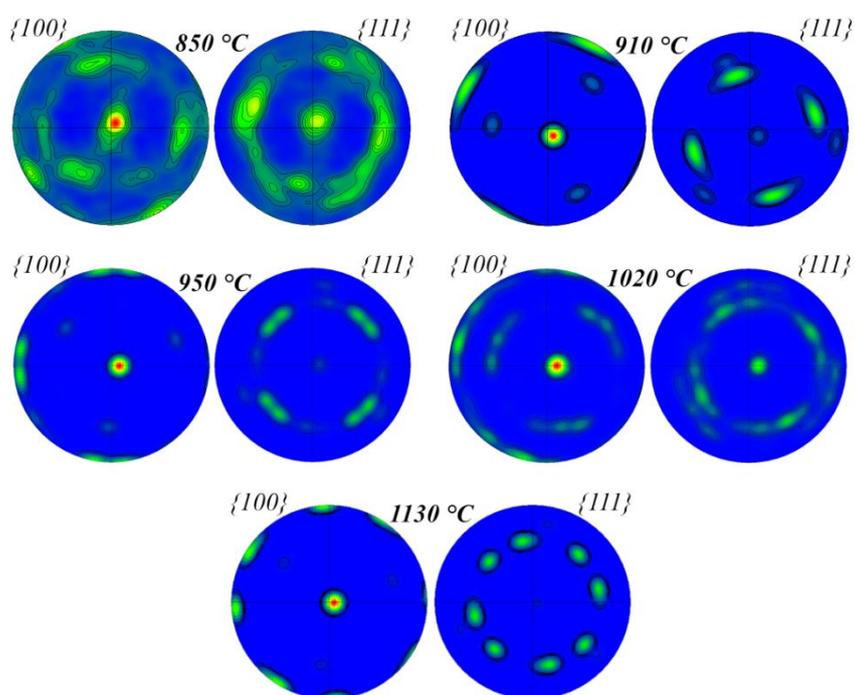


Рисунок 21 – Полусные фигуры  $\{100\}_\beta$  и  $\{111\}_\beta$ , рассчитанные по EBSD картам центральной области зоны II. Ось осадки нормальна плоскости листа

Каждый «язык» деформации имеет одну из двух преимущественных кристаллографических ориентировок  $\langle 100 \rangle$  или  $\langle 111 \rangle$  вдоль направления осадки. Стоит пояснить, что изображения на рис. 20 получены в произвольной плоскости параллельной оси сжатия (рис. 22). Кристаллографический контраст же соответствует направлениям, нормальным плоскости. Такое представление даёт возможность одновременно оценить, как форму зёрен, так и их кристаллографическую ориентацию параллельную направлению нагрузки. Во вставках на рисунках показаны EBSD-карты с контрастом в ориентации нормальной плоскости шлифу.

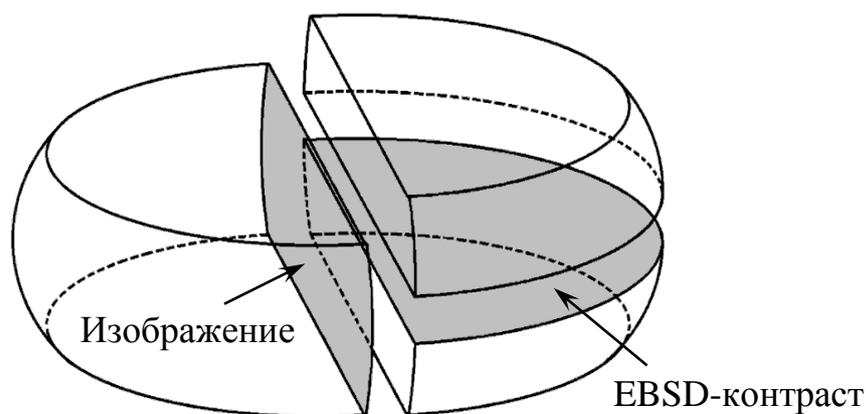


Рисунок 22 – Схематическое изображение сечений, используемых при EBSD-анализе осаженных образцов

Внутри «языков» деформации наблюдаются малоугловые границы (границы до  $10^\circ$  на рисунке 20 отмечены серым цветом). Можно отметить следующие особенности малоугловых границ: во-первых, увеличение температуры осадки приводит к снижению плотности малоугловых границ, а во-вторых их расположение тесно связано с интерметаллидными выделениями  $O$ - и  $\alpha_2$ -фазы (тёмно-зелёный и жёлтый цвет соответственно).

### 4.1.3 Механизм структурных превращений при горячей деформации

Совокупность представленных наблюдений позволяет утверждать следующий механизм макроструктурных изменений при горячей деформации. Исходные равноосные зёрна под напряжением внешней нагрузки начинают деформироваться по плоскостям скольжения типа  $\langle 110 \rangle$ , уменьшая свои размеры в высотном направлении и раздаваясь в радиальном. При этом в плоскость деформации выходят кристаллографические плоскости  $\{100\}$  и  $\{111\}$ . Конкретная плоскость определяется исходной ориентацией зерна относительно направления нагрузки. Согласно фактору Шмидта, скольжение будет реализовываться в той плоскости скольжения, в которой приведённое касательное напряжение быстрее достигнет критического значения.

В результате такого скольжения зерно испытывает большую деформацию, которая не может быть достигнута без реализации механизма разупрочнения. Учитывая, что скорость деформации составляет  $2,5 \text{ с}^{-1}$ , а общее время деформации до 70 % не более 0,3 с, можно утверждать, что механизмом разупрочнения в данном случае является динамический возврат. Действительно, этот механизм основан на скольжении дислокаций и их взаимной аннигиляции, что позволяет продолжить деформацию. Механизм разупрочнения за счёт рекристаллизации в данном случае невозможен, т.к. являясь диффузионным процессом, он не успеет реализоваться за такое малое время. Кроме того, в таком случае, мы могли бы наблюдать зёрна рекристаллизации, которые бы успели образоваться в интервале между концом осадки и закалкой в воду. Однако наблюдаются только текстурированные в двух направлениях зёрна деформации с различной плотностью субграниц.

Учитывая время, необходимое для диффузионных превращений, можно утверждать, что за малый промежуток времени осадки и закалки интерметаллидная фаза не могла образоваться из твердого раствора. Поэтому уже имеющиеся в материале частицы  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы стали препятствием для дальнейшего бездиффузионного скольжения субграниц и роста субзерна [80]. По этой причине, с увеличением температуры осадки, а, следовательно, с

уменьшением доли интерметаллидной фазы увеличивается размер субзерна и уменьшается доля малоугловых границ. Не встречая препятствий в виде межфазных границ  $O/\beta$  или  $\alpha_2/\beta$ , малоугловые границы свободно перемещаются вплоть до высокоугловых границ «языков» деформации.

Данный механизм описывает образование зёрненной и субзёрненной структуры, наблюдаемой после осадки при температурах 910 °С и выше. Однако при понижении температуры зёрненная структура значительно отличается от вышеописанных (рис. 20, 850 °С). Несмотря на схожее текстурное состояние с двумя компонентами  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , «языков» деформации при температуре осадки 850 °С не наблюдается. В результате деформации образуются зерна с размерами 1-3 мкм и высокоугловыми границами между зёрнами двух преимущественных ориентаций. Для описания механизма, отвечающего за образование подобной структуры, необходимо детально рассмотреть изменение субзёрненной структуры, а также процессы, связанные с растворением интерметаллидной  $O$ -фазы в процессе горячей деформации (разделы 4.2 и 4.3).

В заключение подраздела необходимо отметить, что неоднородное распределение деформации, наблюдаемое в настоящем эксперименте, может проявляться в широком диапазоне скоростей и температур осадки. Так в работе [81] локализация деформации в центральной части с вырождением формы зёрен в полосы наблюдалась при всех температурах в диапазоне 950 – 1025 °С и скоростях от  $0,01 \text{ с}^{-1}$  до  $1 \text{ с}^{-1}$ .

Не решает проблемы неоднородного распределения в интерметаллидных ортосплавах и применение антифрикционных материалов. В работах [11, 52, 64, 65, 82], где применялись методы для уменьшения трения между торцами образца и инструментом, всё равно образовывалась «бочка», свидетельствующая о неравномерном распределении деформации.

Неравномерное распределение деформации наблюдалось также и при осадке относительно крупных полуфабрикатов при скоростях осадки  $0,01 \text{ с}^{-1}$  (рис. 23 а). В центральной зоне осаженного полуфабриката наблюдается

аналогичная полоса локализованной деформации. После прокатки центральная полоса в исследованной плите сплава ВТИ-4 сохраняется, достигая при этом одной десятой части толщины всей плиты (рис. 23 б). Очевидно, что неоднородное распределение деформации в интерметаллидных ортосплавах при горячей обработке является насущной проблемой, требующей своего решения.

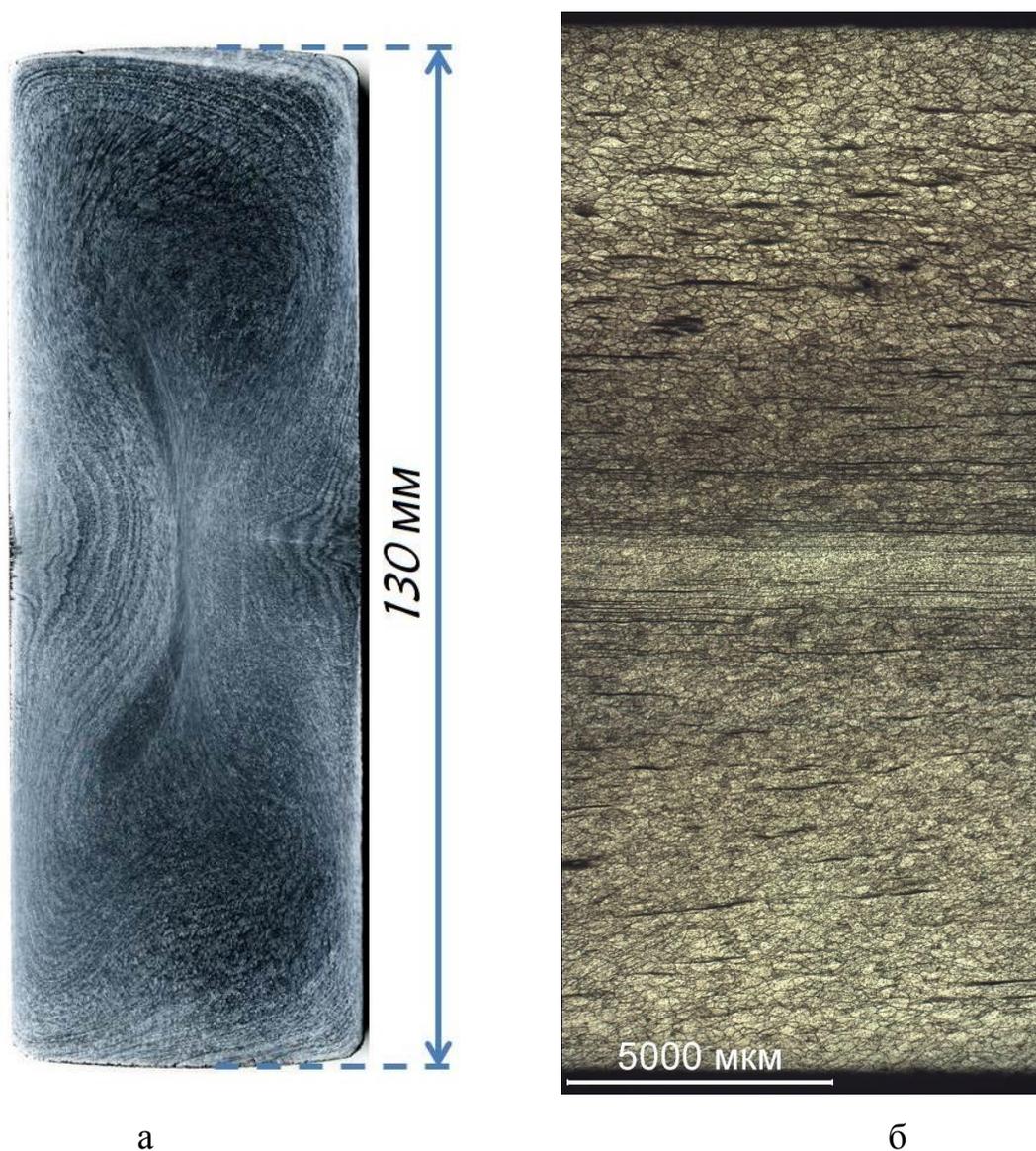


Рисунок 23 – Макроструктура осажённого слитка (а) и плиты после прокатки на 50 % до толщины 20 мм (б). Высотное сечение.

## 4.2 Динамический и статический возврат

### 4.2.1 Стадии горячей деформации

Область локализованной деформации (зона II), видимая на макроструктуре после горячей осадки, является следствием неравномерного распределения деформации в образце. В застойных зонах деформация, достигаемая материалом, минимальна. В зонах локализованного течения деформация может многократно превышать значение относительной деформации в 70 %. Для осуществления больших деформаций без разрушения образца необходим процесс, приводящий к снижению накопленной деформации. В предыдущем разделе было обосновано, что для высоких скоростей деформации, механизмом разупрочнения может служить динамический возврат. Диффузионный механизм динамической рекристаллизации, требующий большее время, в данном случае не может быть реализован.

В общем случае, горячая деформация включает два конкурирующих процесса – процесс накопления деформации и процесс разупрочнения. Скорость накопления деформации прежде всего зависит от скорости перемещения рабочего инструмента, оказывающего давление. Скорость разупрочнения конкретного материала обусловлена прежде всего температурой деформации, чем она выше, тем интенсивнее проходят процессы разупрочнения.

Оба этих процесса хорошо наблюдаются на кривых нагружения, полученных при осадке цилиндрических образцов со скоростью  $0,65 \text{ с}^{-1}$  (рис. 24). Начало (участок I) осадки происходит в упругой области, что соответствует прямолинейному участку кривой. При повышении напряжения начинается скольжение дислокаций и увеличение их плотности до определённого критического значения, соответствующего максимальным значениям напряжений. Далее вследствие деформационного разогрева развивается процесс термического разупрочнения, приводящий к снижению

напряжений деформации (участок II). Когда скорости образования новых дислокаций и термического разупрочнения выравниваются, кривая выходит на горизонтальный участок III, соответствующий режиму стабильной деформации. Дальнейшее повышение напряжений относится уже к геометрии осаживаемого образца, а именно к увеличению площади контакта и, соответственно, трению между пуансоном и торцом цилиндрического образца.

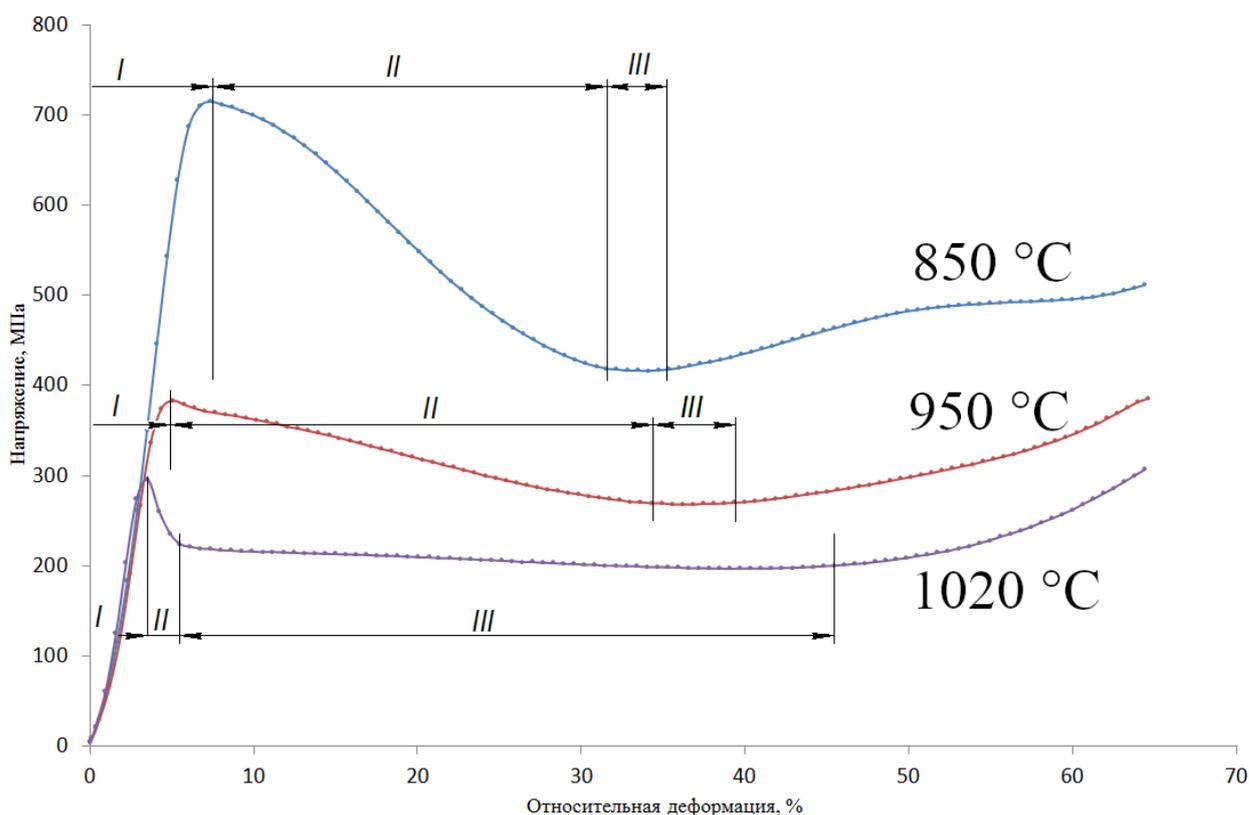


Рисунок 24 – Кривые осадки цилиндрических образцов из сплава ВТИ-4 при различных температурах со скоростью  $0,65 \text{ c}^{-1}$

Стоит заметить, что повышение температуры осадки приводит к снижению напряжений стабильной деформации материала (участок III на кривых деформации). Основной причиной этого является большая подвижность дислокаций при повышенных температурах, а, следовательно, большая скорость динамического возврата, снижающего уровень напряжений.

#### 4.2.2 Формирование субзеренной структуры

Процесс возврата проявляется в снижении плотности дислокаций за счёт их скольжения, выстраивания дислокационных стенок и аннигиляции дислокаций противоположного знака. Сформированные дислокационные стенки образуют малоугловые границы субзерен, внутренний объём которых имеет относительно низкую плотность дислокаций. С увеличением температуры и одинаковой скорости деформации, размер субзерен будет увеличиваться, что подтверждается экспериментом (рис. 25, 26, табл. 6). Действительно, подвижность дислокаций с повышением температуры становится выше, а, следовательно, за одно и то же время дислокации будут успевать пробегать большее расстояние и формировать больший свободный объём субзерен. Сформированные субзерна вновь подвергаются деформации, увеличивается плотность дислокаций, и процесс возврата повторяется.

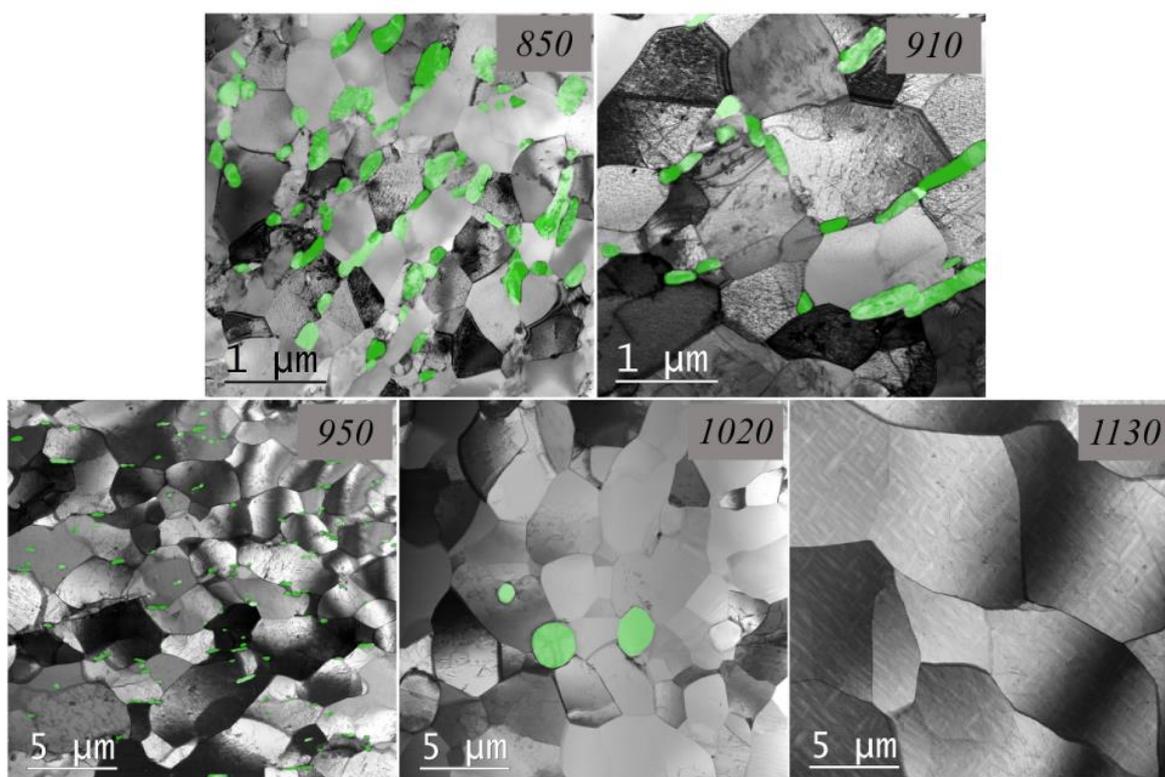


Рисунок 25 – Субзеренная структура центральной области зоны II после горячей деформации сплава ВТИ-4 при различных температурах.  $\varepsilon = 70 \%$ ;  $\dot{\varepsilon} = 2,5 \text{ с}^{-1}$ . Масштабы изображений 850 и 910 отличаются от 950, 1020 и 1130

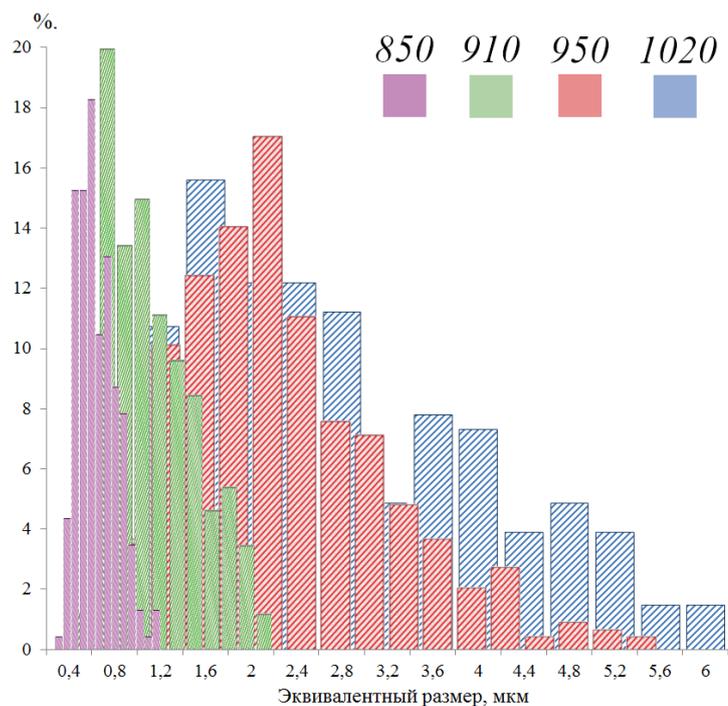


Рисунок 26 – Распределение размеров субзёрен в зоне II после горячей деформации сплава ВТИ-4 при температурах 850 – 1020 °С

В действительности этот процесс не носит такого циклического характера. Считается [83], что дислокационная плотность при высоких степенях деформации достигает равновесного значения, когда выравниваются скорости образования и аннигиляции дислокаций. Именно это равновесие и наблюдается на кривых деформации в виде горизонтального участка (рис. 24).

Зафиксировав материал в таком динамическом равновесии путём закалки в воду, можно наблюдать субзёрна с плотностью дислокаций, соответствующим равновесию процессов упрочнения и разупрочнения при конкретной температуре. Однако в силу ограничений условий эксперимента по горячей осадке (см. раздел 2.2) образец после окончания деформирования находился ещё в течение 10 секунд при температуре осадки. В процессе этой задержки плотность дислокаций снижается благодаря механизму статического возврата. Это приводит к тому, что на снимках структуры осаженных образцов (рис. 27) наблюдаемая дислокационная плотность ниже, чем непосредственно в процессе установившегося деформирования.

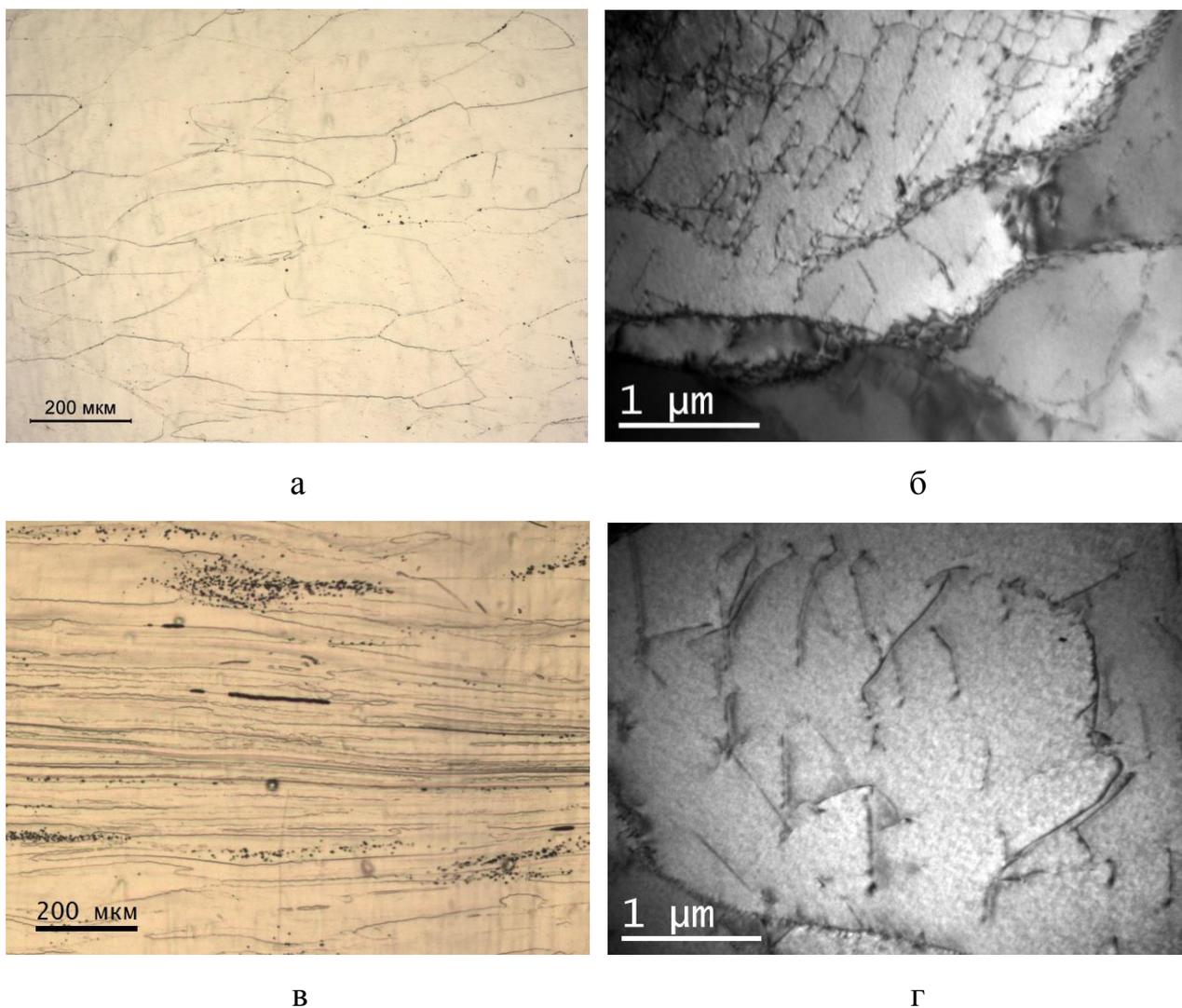


Рисунок 27 - Зёрненная и дислокационная структура сплава ВТИ-4 в центральной зоне образца после осадки при 1010 °С со скоростью 2,5 с<sup>-1</sup>: а), б) 30 % относительной деформации; в), г) 70 % относительной деформации

В процессе горячей деформации конкурируют между собой механизм деформационного упрочнения и термического разупрочнения, реализуемого путём динамического возврата. Это позволяет поддерживать напряжения пластического течения на одном уровне (рис. 24). Иначе говоря, процесс динамического возврата стремится снизить напряжения пластического течения.

То же справедливо и для механизма статического возврата, но при отсутствии образования новых дислокаций. Проявление статического возврата можно зарегистрировать по снижению напряжений в образце непосредственно после окончания деформации. На рисунке 28 показан график релаксации напряжений после окончания осадки образца со скоростью 0,65 с<sup>-1</sup> до 65 % при

1020 °С. Пуансон при достижении заданной деформации останавливался и фиксировался в конечном положении. Из графика видно, что напряжения после остановки падают в 2 раза за 0,15 с, и в 3 раза за первую секунду выдержки. Далее в течение последующих 9 секунд выдержки напряжения в образце плавно снижаются до 60 МПа.

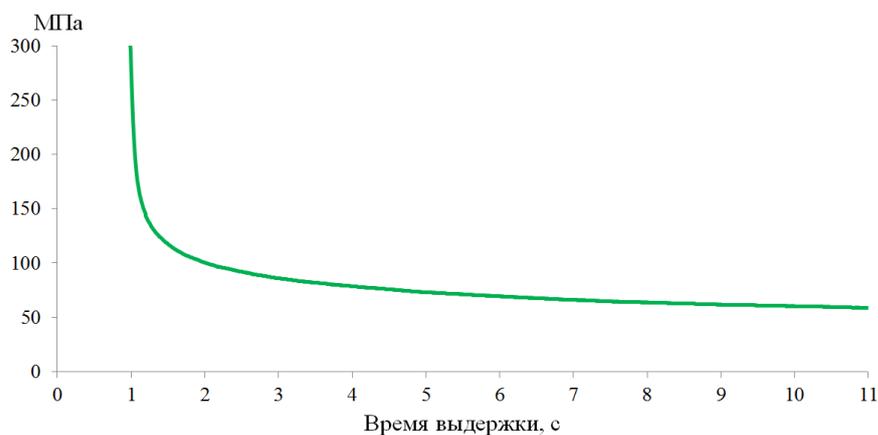


Рисунок 28 – График релаксации напряжений после осадки до 65 % при  $T = 1020$  °С. Пуансон остановлен и зафиксирован в конечном положении.

Стоит отметить, что за наблюдаемое снижение напряжений отвечает не только статический возврат. Также необходимо учитывать и процесс высокотемпературной ползучести, в результате которой большая часть упругой деформации переходит в необратимую пластическую.

Таким образом, присутствие стадии установившейся деформации при относительно высоких скоростях осадки (рис. 24) свидетельствует в пользу механизма разупрочнения путём динамического возврата. Статический возврат после окончания деформации является продолжением процесса динамического возврата, но уже в условиях отсутствия образования новых дислокаций. Его проявление можно наблюдать как на структуре в виде низкой плотности дислокаций, так и на кривых нагружения с последующей выдержкой при фиксированном положении пуансона. В результате в зоне локализации деформации, где значения деформации превышают 500 % (см. раздел 4.4), наблюдается субзёрненная структура с низкой плотностью дислокаций.

### 4.3 Деформация, затруднённая интерметаллидной О-фазой $Ti_2AlNb$

Механизмы изменения зёрненной и субзёрненной структуры при горячей деформации, основанные на действии двух конкурирующих процессов деформационного упрочнения и динамического разупрочнения, в полной мере справедливы для однофазного состояния материала. Однако деформацию ортосплавов стараются не проводить в однофазной области ввиду нежелательного роста  $\beta$  зерна. С другой стороны, снижение температуры деформации до двухфазной области  $\beta+\alpha_2$ , а тем более  $\beta+O$ , приводит к росту усилий деформации, что в первую очередь связано с увеличением доли интерметаллидной фазы, а также снижением пластичности самой  $\beta$  матрицы. Это в свою очередь приводит к недостаточной и неравномерной проработке металла при деформации, а значит неоднородной структуре.

Механизм динамического возврата, позволяющий продолжать деформацию без образования трещин и разрушения, не будет эффективно работать при наличии значительного количества интерметаллидной фазы. При температуре выдержки 850 °С в сплаве ВТИ-4 содержится 30 об. % интерметаллидной О-фазы (табл. 6). Ширина свободных участков  $\beta$ -фазы не превышает размера самих пластин. Размер участков  $\beta$ -фазы определяет максимальное расстояние, которое может преодолеть дислокация при динамическом возврате. При значительной объёмной доле О-фазы механизм динамического возврата неэффективен, что не позволит реализовать достаточную деформацию без разрушения образца.

Однако, результаты изотермической горячей осадки при температуре 850 °С со скоростью 2,5 с<sup>-1</sup> (рис. 29) показали возможность достижения относительной степени деформации в 70 %. Образец деформируется без разрушения и образования трещин на поверхности. Следовательно, имеется некоторый механизм, позволяющий осуществить деформацию даже при значительной доле О-фазы в 30 об. %.

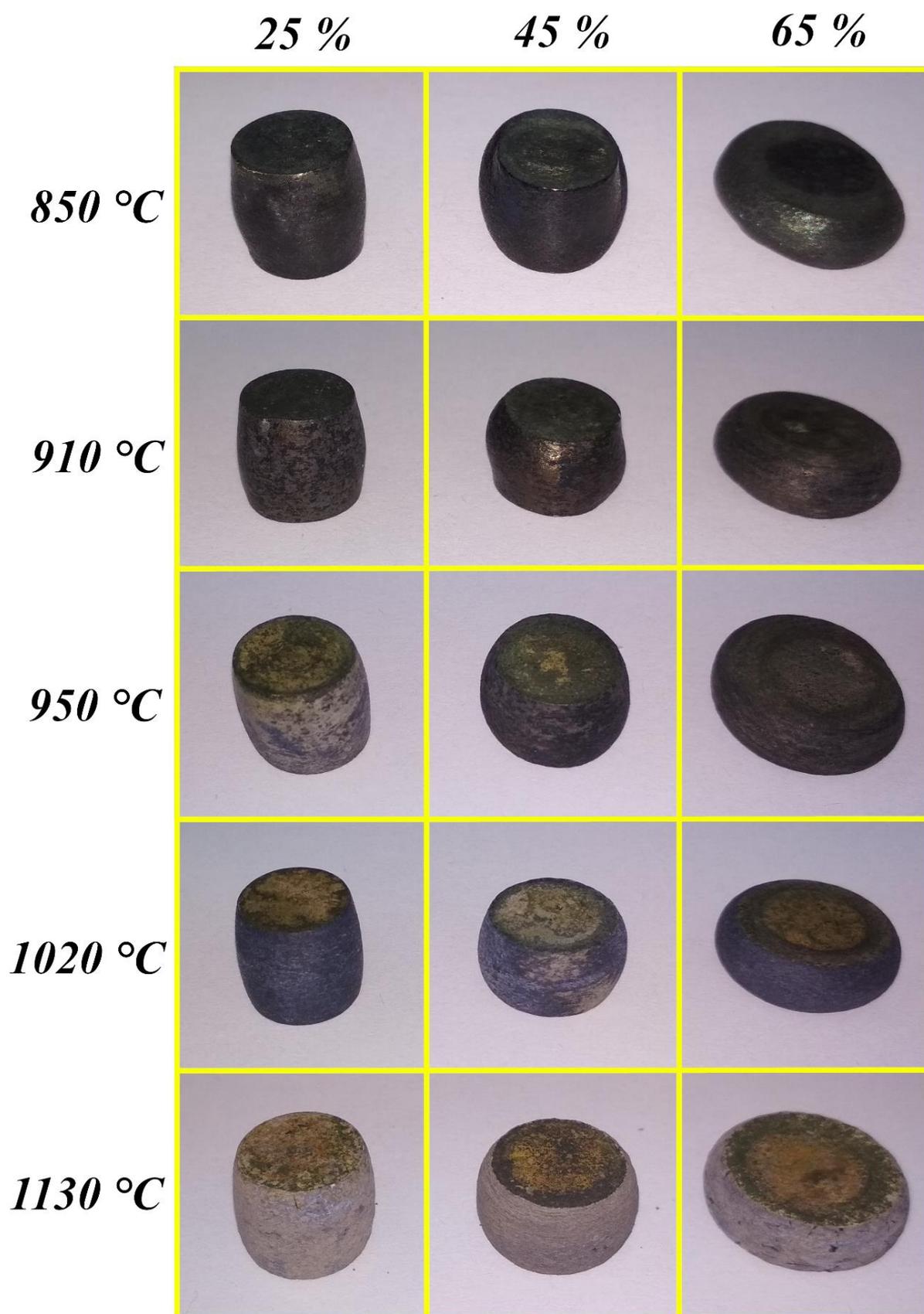


Рисунок 29 – Фото образцов из сплава ВТИ-4, осаженных при разных температурах со скоростью  $2,5 \text{ c}^{-1}$  (приведена фактически достигнутая деформация)

### 4.3.1 Растворение и динамическая сфероидизация

Для того чтобы понимать механизм пластической деформации в присутствии значительного количества О-фазы, прежде всего необходимо изучить изменения объёмной доли и морфологии интерметаллидных частиц при горячей деформации. Сравнение микроструктуры застойных зон I и II (рис. 30) в осаженных цилиндрических образцах при температурах 850 – 1020 °С позволяет понять суть изменений, происходящих с интерметаллидной фазой за короткое время горячей деформации.

После выдержки при 850 °С в течение 2,5 часов объём  $\beta$ -зерна в застойной зоне заполнен пластинчатой О-фазой, а также неравномерно распределённой крупной глобулярной О-фазой. После осадки на 70 % пластинчатая О-фаза имеет меньшие размеры и более округлую форму. Доля фазы уменьшается с 30 % в исходном состоянии до 10 % в зоне интенсивной деформации (см. табл. 6). Глобулярная О-фаза также уменьшается в размерах.

С увеличением температуры выдержки до 910 °С структура перед осадкой содержит меньшее исходное количество О-фазы ~ 20 %. После осадки доля частиц в зоне II уменьшается до 5 %. Наблюдается вытянутость частиц в радиальном направлении течения металла, как следствие разворота исходных пластин. При температуре 950 °С доля пластинчатой  $\alpha_2$ -фазы, превращенной из О-фазы, составляет 5 %, в том числе на границах зёрен. После осадки на 70 % также происходит растворение и сфероидизация пластинчатой фазы.

При 1020 °С как в исходном, так и в деформированном состоянии присутствует только глобулярная  $\alpha_2$ -фаза, расположенная в виде нерегулярных строчек. Размеры частиц после деформации не изменяются и в среднем составляют 2,5 мкм. На рисунке 30 все снимки сориентированы так, что ось цилиндрических образцов направлена вверх. Видно, что в зоне интенсивной деформации направление строчек  $\alpha_2$ -фазы меняется с аксиального на радиальное, следуя за течением металла в этой зоне.

Застойная зона I

Центральная зона II

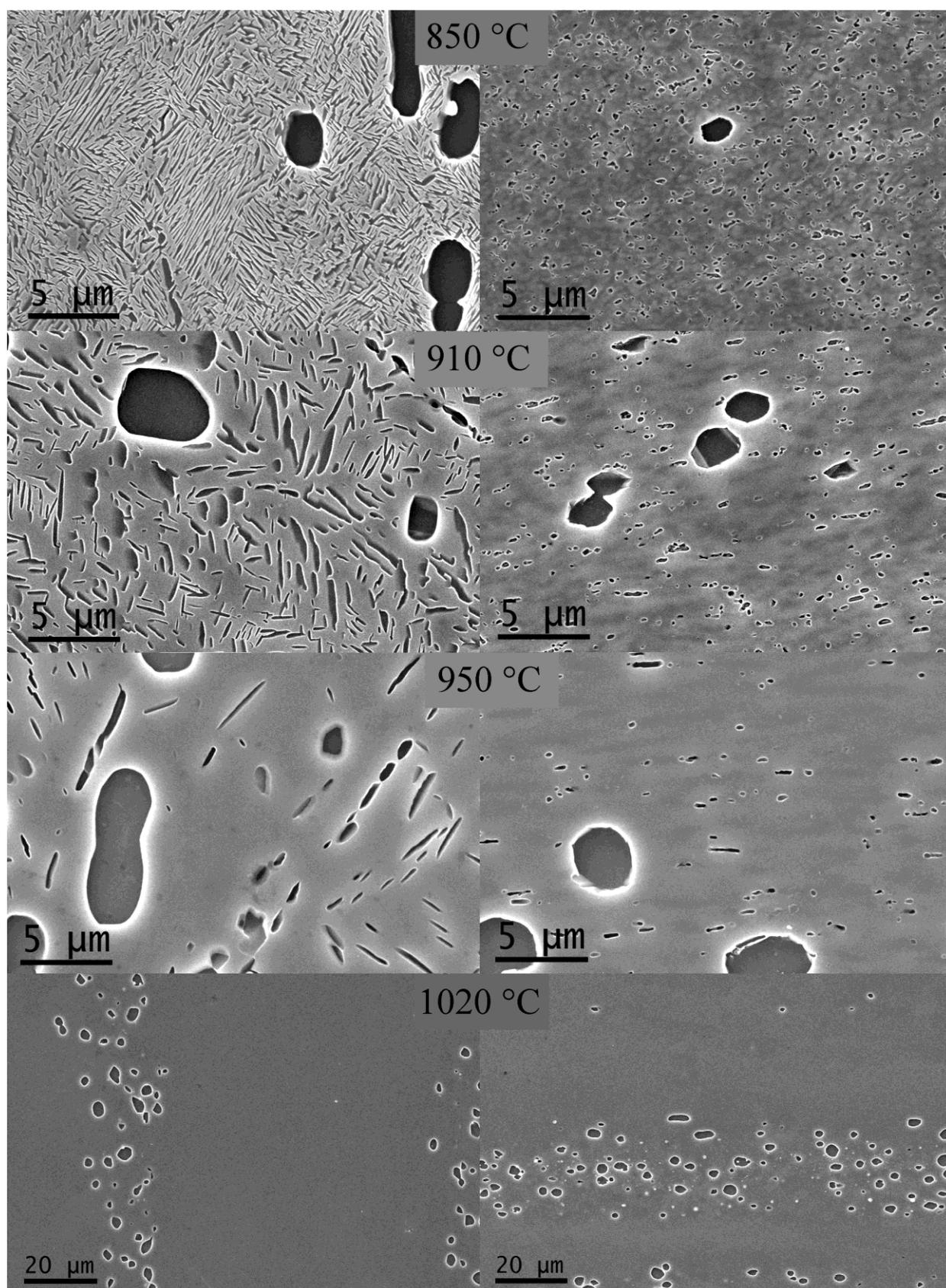


Рисунок 30 – Микроструктура застойных и центральных зон образцов из сплава ВТИ-4 после осадки со скоростью  $2,5 \text{ с}^{-1}$  при различных температурах

Изменения, наблюдаемые в сплаве ВТИ-4 в зоне II интенсивной деформации, свидетельствуют о растворении и сфероидизации интерметаллидной пластинчатой фазы в процессе деформации. Очевидно, что это обусловлено повышением температуры материала вследствие деформационного разогрева. Стоит отметить, что процесс растворения интерметаллидной фазы вносит значительный вклад в разупрочнение материала и снижение напряжений во время деформации. Уровень падения напряжений осадки на участке разупрочнения на кривых нагружения (рис. 24) зависит от исходной объёмной доли интерметаллидной пластинчатой фазы. При наличии пластинчатой O-фазы в количестве 30 об. % при 850 °C снижение напряжений течения наиболее значительны (42 % от максимального значения). При деформации в области  $\beta + \alpha_2$  (1020 °C), где  $\alpha_2$ -фаза представлена только глобулярными частицами, разупрочнение менее выраженное – 30 % от максимального значения.

Таким образом, процесс высокоскоростной горячей деформации сплава ВТИ-4 сопровождается растворением и сфероидизацией интерметаллидной O/ $\alpha_2$ -фазы, что вызвано локальным деформационным разогревом центральной области осаживаемых образцов. Также, исходя из анализа кривых нагружения при скорости осадки  $0,65 \text{ с}^{-1}$  и структурных изменений, косвенно выявляется упрочняющее влияние пластинчатой O/ $\alpha_2$ -фазы, и отсутствие такового со стороны глобулярной  $\alpha_2$ -фазы, не препятствующей пластическому течению.

#### **4.3.2 Механизм растворения и сфероидизации O-фазы**

Определённый интерес представляет сам механизм растворения и сфероидизации O-фазы во время горячей деформации. Стоит заметить, что повышение температуры осадки не приводит к образованию дисперсной глобулярной O или  $\alpha_2$ -фазы в застойных зонах. Известно, что сфероидизация  $\alpha$ -фазы в традиционных  $\alpha + \beta$  сплавах проходит только в том случае, если металл достаточно наклепан. Таким образом, оба фактора, деформация и температура,

являются движущей силой процесса растворения и сфероидизации  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы в зоне интенсивной деформации.

Схематично процесс растворения и сфероидизации можно разбить на две стадии (рис. 31). Стадия I заключается в накоплении дефектов кристаллической решётки  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы, таких как линии скольжения, дефекты упаковки, двойники [84]. Образование дефектов происходит под действием силы  $F$ , передающейся через материал застойной зоны от пуансонов. Под действием силы  $F$  происходит разворот пластин в направлении течения материала, но не как единого целого, а с их формоизменением, чем и обуславливается образование дефектов, наблюдаемых на снимках ПЭМ.

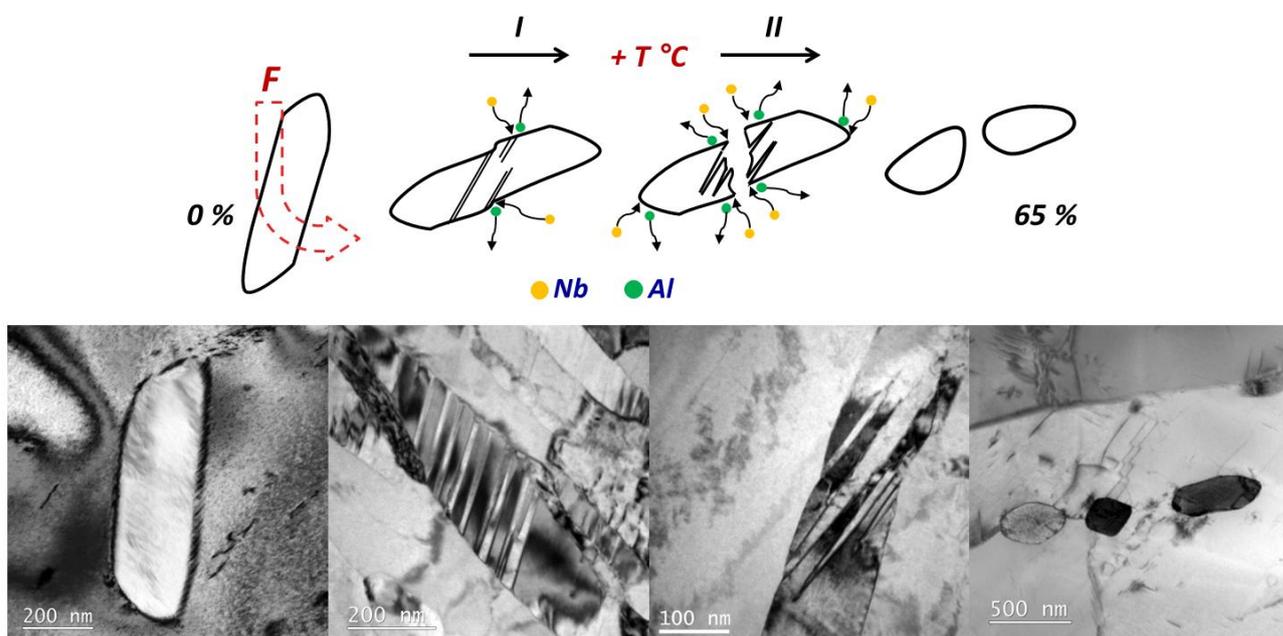


Рисунок 31 – Растворение и сфероидизация  $O$ -фазы при горячей осадке сплава ВТИ-4 (схема и эксперимент). I – накопление дефектов; II – растворение и сфероидизация.  $F$  – внешнее усилие. Снимки ПЭМ слева направо: исходное состояние, образование двойников, растворение частицы в области дефектов, сфероидизированные частицы

Движение дислокаций, образование новых дефектов кристаллической решётки приводит к повышению температуры, называемым деформационным разогревом. Повышение температуры активизирует диффузионные процессы, и начинается II стадия, во время которой происходит растворение интерметаллидной фазы в  $\beta$ -матрице. Линии скольжения, дефекты упаковки в

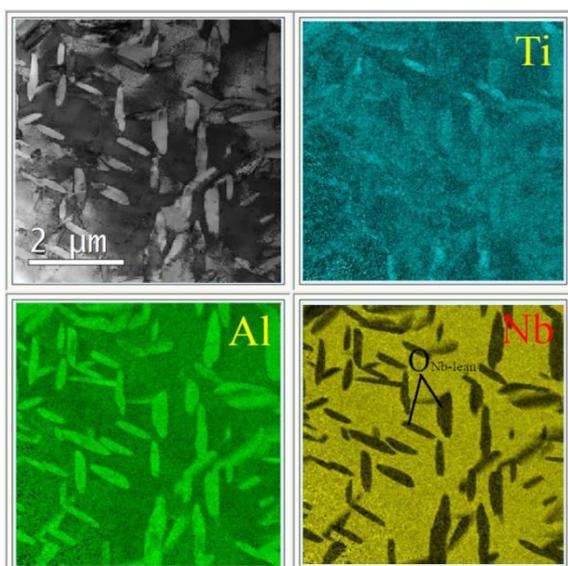
пластинах  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы являются местами с повышенной диффузионной подвижностью [52]. В этих местах происходит активное перераспределение химических элементов, приводящее к растворению и сглаживанию границ интерметаллидной фазы.

Таким образом, пластическая деформация и деформационный разогрев способствуют локализации и ускорению диффузионных процессов на дефектах кристаллической решётки интерметаллидной фазы, в том числе на острых границах, что приводит к растворению и сфероидизации  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы.

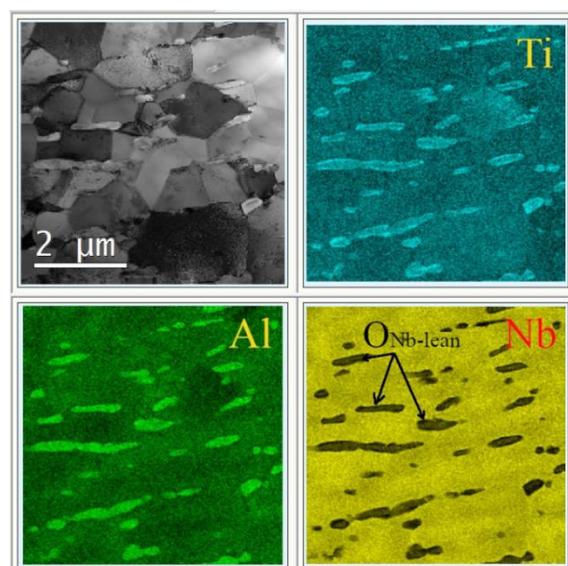
#### **4.3.3 Изменение химического состава при растворении $O$ и $\alpha_2$ -фазы**

Процесс растворения фазы в твердом растворе подразумевает под собой диффузию элементов, содержащихся в матрице и фазе, через межфазную границу. В результате этого процесса происходит изменение состава окружающей матрицы: обогащение её элементами, содержащимися в большем количестве в фазе, и обеднение теми элементами, которых в растворяющейся фазе меньше, чем в матрице.

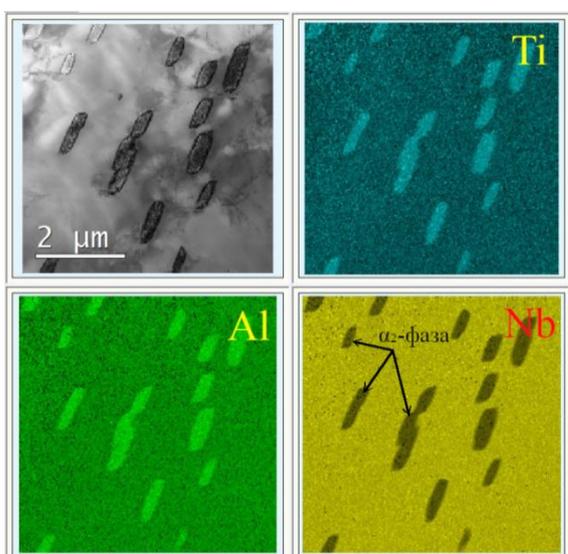
Для более ясного понимания того, какими элементами обогащена интерметаллидная фаза и  $\beta$ -фаза, удобно воспользоваться картами распределения химических элементов, составленных при помощи метода локальной энергодисперсионной спектроскопии (рис. 32). Даже без численных значений, по контрасту легко понять, что частицы интерметаллидной  $O$  и  $\alpha_2$ -фазы имеют большее по сравнению с матрицей содержание титана и алюминия. В то время как, содержание ниобия в интерметаллидной фазе меньше по сравнению с матрицей.



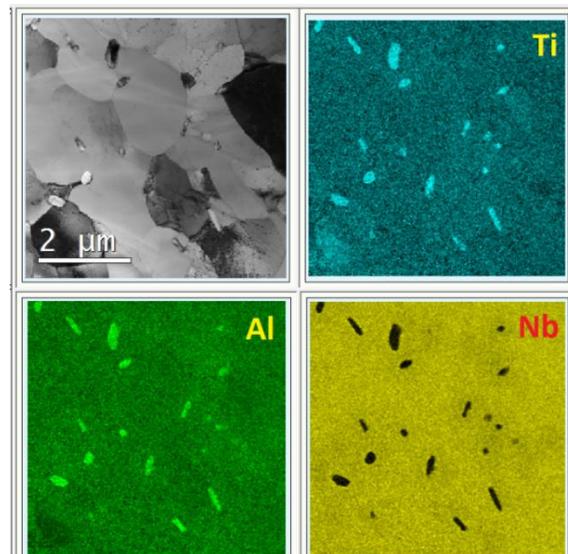
910 °C, 2,5 ч, вода



910 °C, 2,5 ч,  $\varepsilon = 70 \%$ ,  $\dot{\varepsilon} = 2,5 \text{ с}^{-1}$ , вода



950 °C, 2,5 ч, вода



950 °C, 2,5 ч,  $\varepsilon = 70 \%$ ,  $\dot{\varepsilon} = 2,5 \text{ с}^{-1}$ , вода

Рисунок 32 – Карты распределения Ti, Al и Nb в образцах сплава ВТИ-4 до и после горячей осадки (центральная часть зоны II)

Из этих наблюдений легко заключить, что растворение интерметаллидной фазы приводит к обогащению матрицы титаном и алюминием и обеднению её ниобием. Изменения в составе матрицы должны приводить к изменению периода её кристаллической решётки. На рисунке 33 представлены дифрактограммы, по которым был рассчитан период кристаллической решётки методом полнопрофильного анализа по Паули. Результаты измерений периода кристаллической решётки  $\beta$ -фазы представлены в таблице 7.

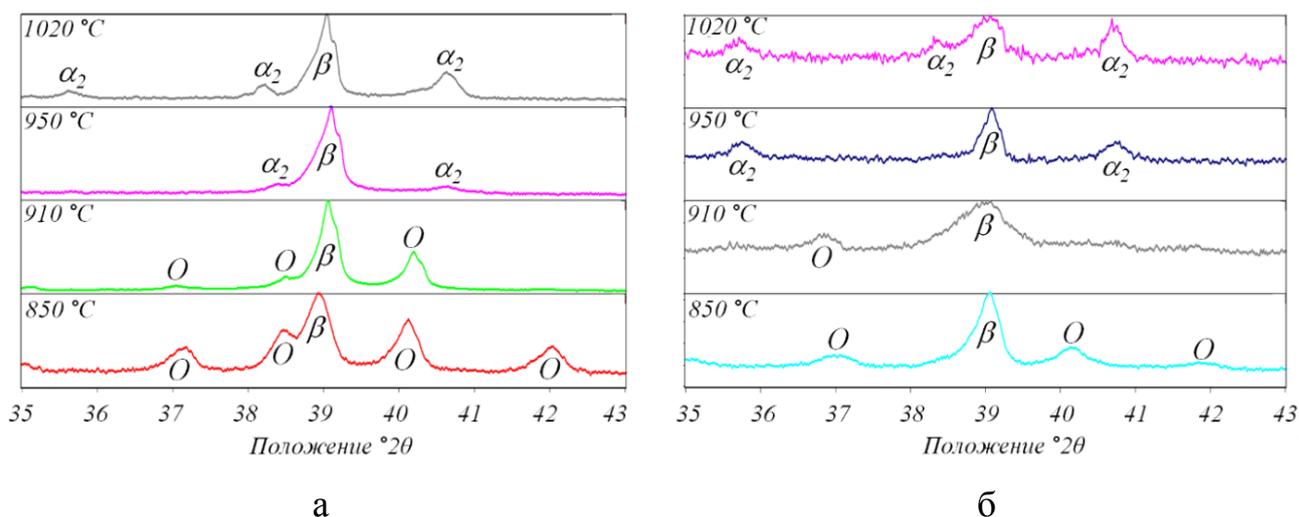


Рисунок 33 – Рентгенограммы, полученные с образцов сплава ВТИ-4:  
а) выдержка 2,5 ч, закалка в воду; б) выдержка 2,5 ч, осадка до 70 % со скоростью  $2,5 \text{ с}^{-1}$ , закалка в воду – центральная зона образца

Таблица 7 - Параметры кристаллических решёток основных фаз до и после горячей осадки при различных температурах и доля интерметаллидной фазы

Температура, степень осадки	Параметры кристаллической решётки, Å			Доля O или $\alpha_2$ фазы, %
	$\beta$	O-фаза	$\alpha_2$	
850 °C, 0 %	a = 3,275	a = 6,0282 b = 9,6648 c = 4,6716	-	30
850 °C, 70 %	a = 3,266	a = 6,0119 b = 9,6706 c = 4,6660	-	10
910 °C, 0 %	a = 3,259	a = 6,0161 b = 9,6829 c = 4,6722	-	15
910 °C, 70 %	a = 3,253	a = 5,9478 b = 9,8114 c = 4,6687	-	5
950 °C, 0 %	a = 3,259	-	a = 5,8187 c = 4,6840	3
950 °C, 70 %	a = 3,256	-	a = 5,7763 c = 4,6686	1,5
1020 °C, 0 %	a = 3,260	-	a = 5,8040 c = 4,7033	-
1020 °C, 70 %	a = 3,257	-	a = 5,7913 c = 4,6817	-

Из графиков на рисунке 34, построенных на основе полученных значений, можно увидеть две особенности изменений периода  $\beta$ -фазы. Во-первых, повышение температуры осадки с 850 °С до 910 °С приводит к резкому снижению периода решётки. Причиной резкого изменения является то, что именно в этом диапазоне температур происходит существенное снижение объемной доли О-фазы за счёт её растворения, с 30 % до 15 % (табл. 6). Как следствие, состав матрицы значительно меняется. Аналогичное изменение периода  $\beta$ -фазы в области температур активного растворения О-фазы наблюдалось и ранее [19, 23, 26].

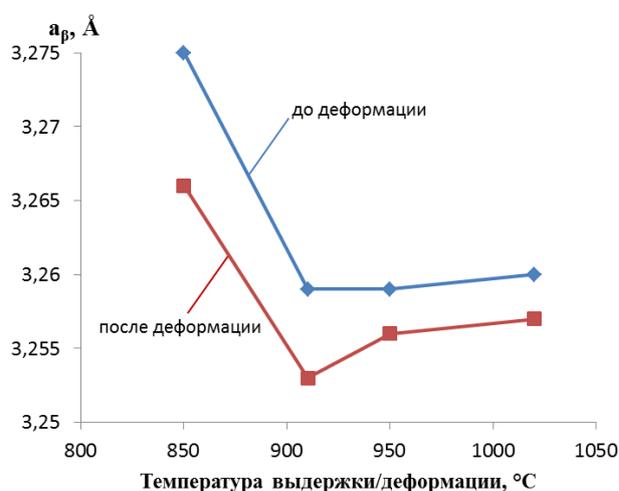


Рисунок 34 – Зависимость периода решётки  $\beta$ -фазы от температуры выдержки до и после горячей осадки.

Во-вторых, при всех температурах, после горячей осадки период кристаллической решётки  $\beta$ -фазы также уменьшается. Это опять же является следствием того, что в процессе горячей деформации и отрезка времени до закалки происходит частичное растворение интерметаллидной фазы (см. табл. 6 и рис. 30). Таким образом, экспериментально показано, что растворение интерметаллидной фазы, как при повышении температуры выдержки, так и в процессе горячей осадки приводит к снижению периода кристаллической решётки  $\beta$ -фазы. Это происходит вследствие насыщения матрицы алюминием и титаном, и обеднения её ниобием.

Стоит также обратить внимание на изменение химического состава интерметаллидной фазы. Значения, представленные в таблице 8, отображают

состав интерметаллидной фазы при различных температурах, до и после осадки. Каждое значение является усреднением по 5 измерениям. Необходимо отметить, что спектры для расчёта состава были получены с центральных областей каждой частицы таким образом, чтобы исключить краевые эффекты на межфазных границах.

Таблица 8 – Содержание Ti, Al и Nb в интерметаллидной пластинчатой фазе до и после осадки

Температура, степень осадки	Содержание элементов, ат. %			Фаза
	Ti	Nb	Al	
850 °С, 0 %	<b>50,0</b>	<b>22,6</b>	25,3	O
850 °С, 70 %	<b>50,4</b>	<b>22,0</b>	25,7	O
910 °С, 0 %	<b>54,5</b>	<b>19,6</b>	24,4	O
910 °С, 70 %	<b>54,9</b>	<b>19,8</b>	24,9	O
950 °С, 70 %	<b>57,9</b>	<b>14,7</b>	26,3	$\alpha_2$
950 °С, 70 %	<b>58,8</b>	<b>13,6</b>	27,0	$\alpha_2$

Как видно из таблицы 8, основное влияние на химический состав интерметаллидной фазы оказывает температура выдержки. С повышением температуры в интерметаллидной фазе уменьшается содержание Nb и увеличивается содержание Ti. Пониженное содержание Nb при 950 °С свидетельствует о том, что интерметаллидная фаза является  $\alpha_2$ -фазой, а не O-фазой, как при 850 °С и 910 °С.

Растворение частиц интерметаллидной фазы во время горячей осадки практически не сказывается на их химическом составе. Отсутствие изменений в составе можно связать с малым временем процесса осадки и последующей выдержки. Непосредственно процесс осадки до 70 % относительной деформации составлял 0,3 с. К этому времени стоит добавить ещё ~ 10 секунд вынужденной задержки до момента закалки. Поэтому, несмотря на значительный деформационный разогрев, химический состав центральных областей интерметаллидных частиц остался практически без изменений.

Однако, некоторые изменения в содержании основных элементов в интерметаллидной фазе после осадки всё же наблюдаются. Так, после осадки при 850 °С и 910 °С на межфазных границах О/β наблюдаются узкие зоны, шириной 40-60 нм, с повышенным содержанием Ti и пониженным содержанием Nb (рис. 35). Наличие концентрационных скачков на межфазной границе при растворении частиц в матрице является давно известным фактом [85]. Возникают они в силу ряда факторов, среди которых ограниченная скорость диффузии, перемещение самой межфазной границы при растворении, а также взаимодействие с концентрационными полями от соседних частиц.

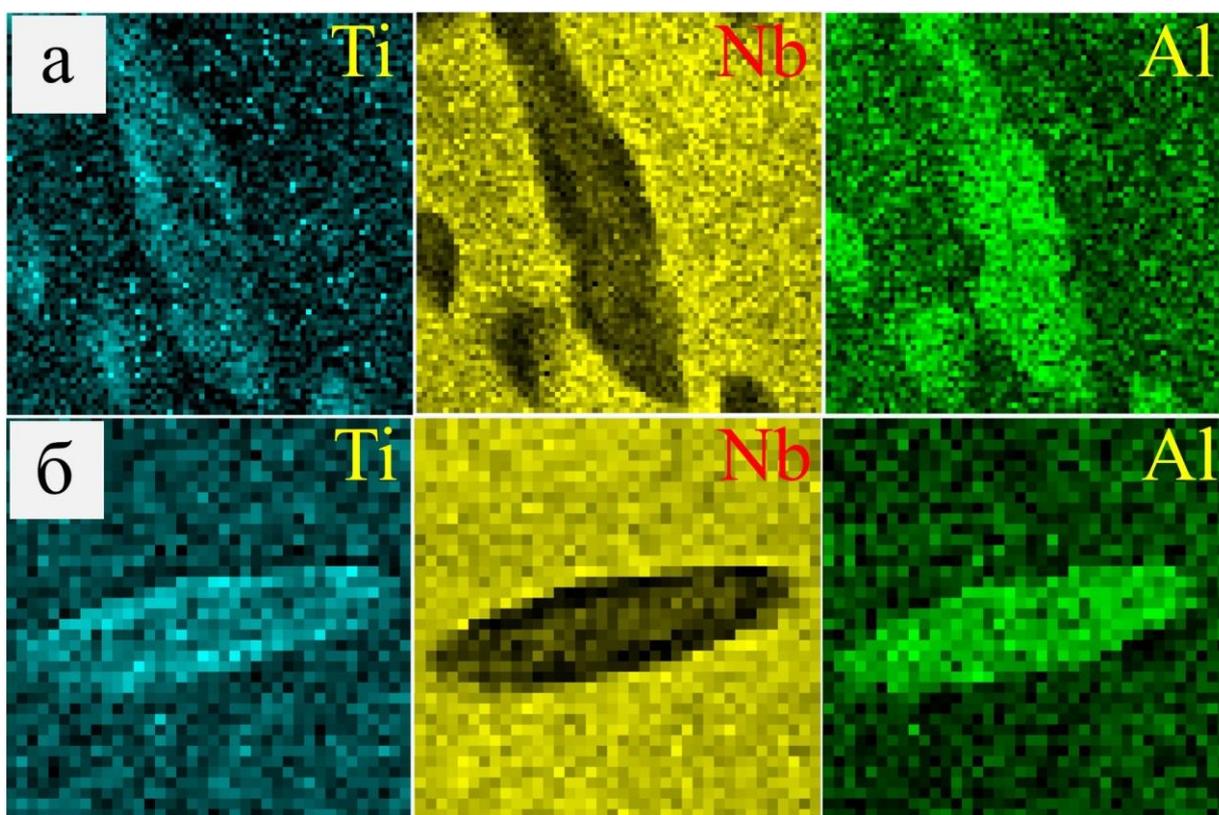


Рисунок 35 – Зоны обеднения Nb и обогащения Ti на межфазных границах О/β интерметаллидных частиц после горячей осадки: а) при 850 °С; б) 910 °С

В то же время эти концентрационные скачки служат признаком того, что состояние межфазной границы не находится в равновесии, т.к. при достаточном времени выдержки все неоднородности бы сгладились. В действительности, процесс растворения частиц после осадки был прерван закалкой в воду, что привело к фиксации неравновесного состояния в виде узких зон с повышенным содержанием Ti и пониженным содержанием Nb. Стоит также отметить

отсутствие этого эффекта по отношению к Al, что может свидетельствовать в пользу его большей диффузионной подвижности.

Таким образом растворение интерметаллидной фазы в процессе горячей осадки не приводит к изменениям химического состава центральных областей частиц, но затрагивает их приграничные области. В таком случае, изменение химического состава даже краевых областей частиц интерметаллидной фазы должно отразиться на среднем периоде её кристаллической решётки.

В таблице 7 представлены значения периодов кристаллической решётки O и  $\alpha_2$ -фазы при различных температурах до и после осадки. Из графиков на рисунках 36 а, б видно, что после осадки при температурах 850 – 1020 °С параметры  $a$  и  $c$  кристаллической решётки O и  $\alpha_2$ -фазы уменьшаются. Таким образом, формирование концентрационных неоднородностей на межфазных границах O/ $\beta$  при растворении интерметаллидных частиц во время осадки действительно отражается на среднем значении параметра кристаллической решётки интерметаллидной фазы.

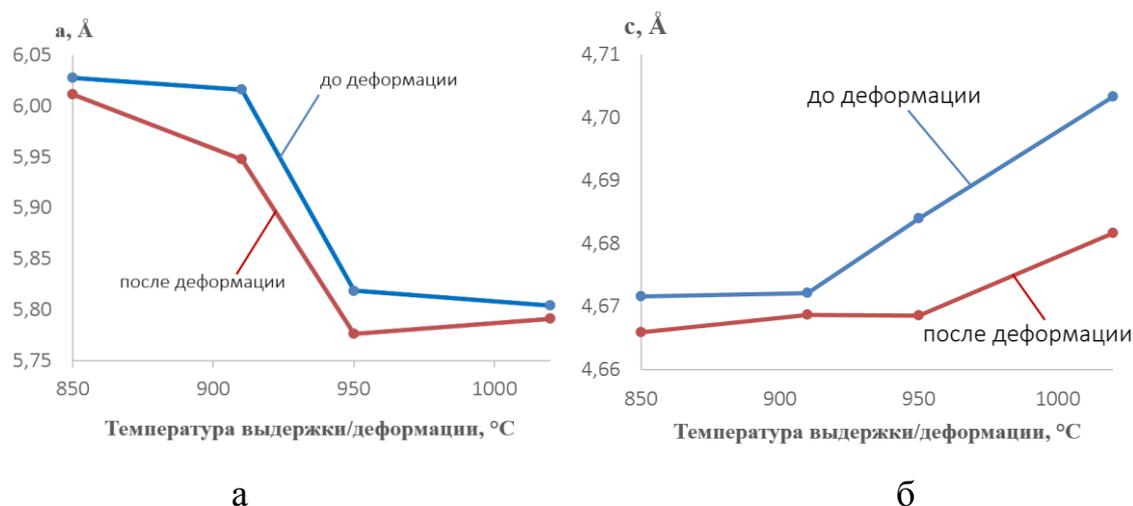


Рисунок 36 – Зависимость параметров кристаллической решётки O и  $\alpha_2$ -фазы от температуры осадки: а) для параметра  $a$ ; б) для параметра  $c$ .

Как уже было показано выше, на общий состав интерметаллидных частиц (а не только их приграничных областей) влияет температура выдержки под осадку. На рис. 37 показана корреляция между изменением содержания ниобия и параметром  $a$  кристаллической решётки O и  $\alpha_2$ -фазы. Видно, что снижение

концентрации Nb в интерметаллидной фазе приводит к соответствующему уменьшению периода  $a$  её кристаллической решётки.

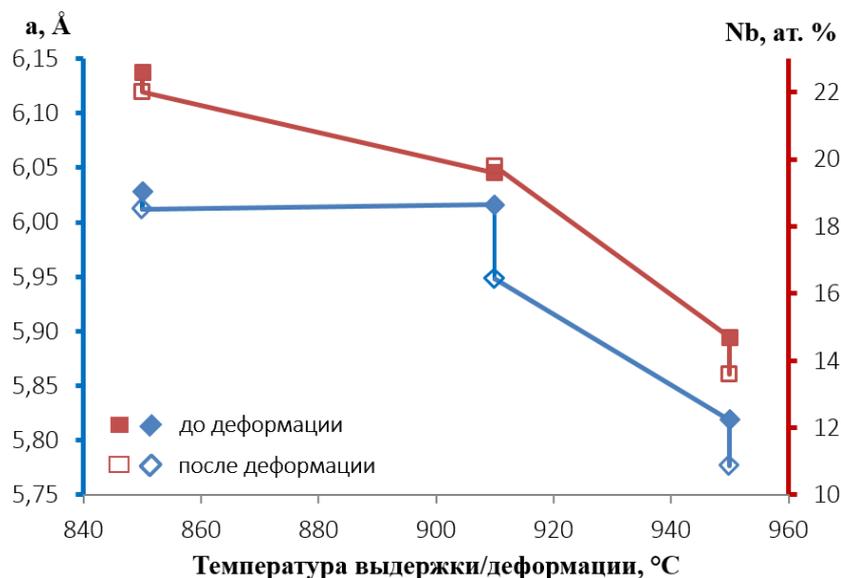


Рисунок 37 – Корреляция между параметром  $a$  интерметаллидной фазы и концентрацией Nb в интерметаллидных частицах

Таким образом, в настоящем подразделе экспериментально показано, что процессы растворения интерметаллидной фазы в  $\beta$ -матрице приводят к изменению химического состава всех структурных составляющих. Матрица обогащается Ti и Al, но обедняется Nb, что приводит к уменьшению параметра её кристаллической решётки. На химический состав и параметр кристаллической решётки интерметаллидной O и  $\alpha_2$ -фазы в основном влияет температура выдержки под осадку. Однако сам процесс осадки, сопровождающийся растворением частиц интерметаллидной фазы, формирует на межфазных границах концентрационные неоднородности с пониженным содержанием Nb и повышенным содержанием Ti. Формирование подобных неоднородностей в процессе осадки также сказывается на средних значениях периода кристаллической решётки интерметаллидной фазы.

#### 4.3.4 Механизм деформации локализованными объёмами $\beta$ -фазы

Пластическая деформация  $\beta$ -фазы, имеющей ОЦК кристаллическую решётку (упорядочение по типу B2), происходит в первую очередь по

плотнупакованным плоскостям типа  $\{110\}$ . В схеме одноосного сжатия, реализуемой путём осадки цилиндрических образцов, в плоскость осадки выходят кристаллографические плоскости  $\{111\}$  и  $\{100\}$ , что было отображено ранее (рис. 20, 21). Однако механизм образования субзёрненной структуры меняется в зависимости от исходной объёмной доли интерметаллидной пластинчатой фазы. В однофазном состоянии или с малой долей интерметаллидной фазы пластическая деформация каждого отдельного зерна осуществляется в одном из двух основных направлений. В результате исходное макрозерно преобразуется в «язык» деформации с ориентацией  $\langle 111 \rangle$  или  $\langle 100 \rangle$  параллельной оси нагружения. При этом, как было показано ранее, наблюдается корреляция между размерами исходных зёрен и толщиной образующихся «языков» деформации.

Горячая деформация при  $850\text{ }^{\circ}\text{C}$  и той же скорости  $2,5\text{ с}^{-1}$  проходит по другому механизму без образования «языков» деформации. Вместо этого образуется мелкозернистая структура с размером зёрен  $0,5 - 2\text{ мкм}$  (рис. 20, 38 б). Кристаллографическая текстура при этом идентична текстуре осаженных образцов при более высоких температурах, т.е. кристаллографическая ориентация деформированных зёрен аналогична ориентации «языков» деформации.

Для объяснения механизма образования наблюдаемой структуры стоит обратить на следующие её особенности. Вдоль границ образовавшихся мелких зёрен  $\beta$ -фазы располагаются сфероидизированные и частично растворённые частицы интерметаллидной  $\alpha$ -фазы. Вторую особенность можно увидеть, если сравнить структуру застойной зоны, оставшейся неизменной, со структурой зоны интенсивной деформации (рис. 38). Распределение размеров мелких зёрен практически совпадает с размером свободных объёмов  $\beta$ -фазы. Средние размеры областей  $\beta$ -фазы, ограниченных пластинами  $\alpha$ -фазы, и зёрен после деформации составляют  $0,43\text{ мкм}$  и  $0,47\text{ мкм}$  соответственно.

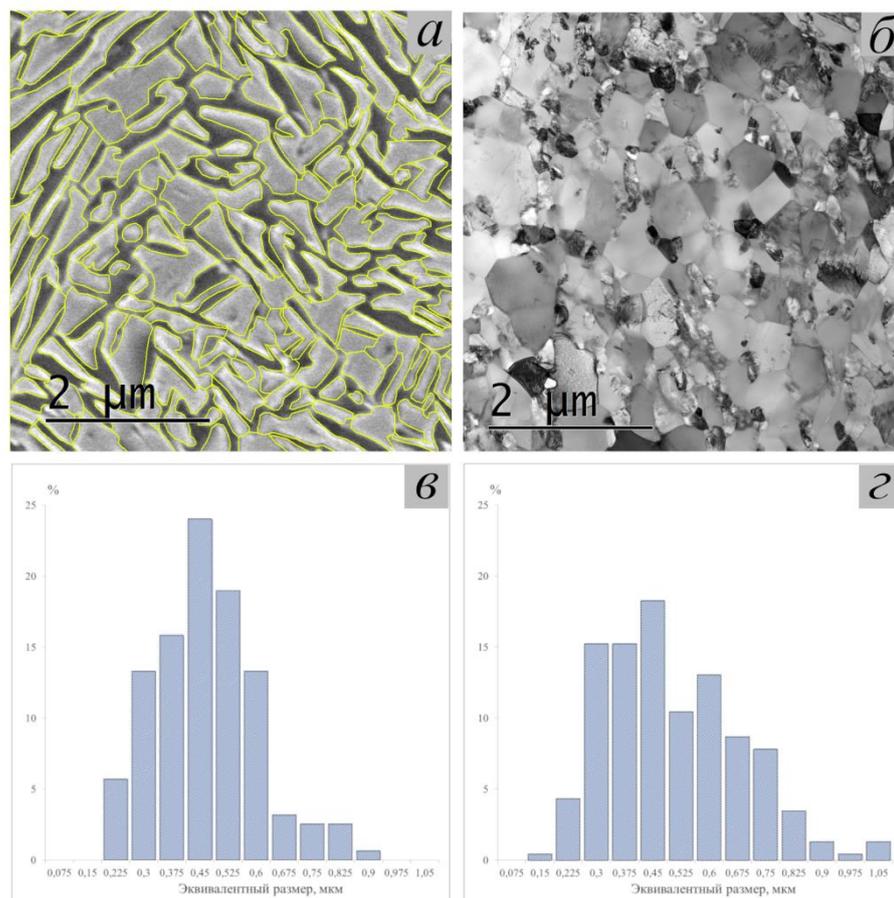


Рисунок 38 – Структура сплава ВТИ-4 в застойной и центральной зонах: а) обведены светлые области  $\beta$ -фазы; б) структура в зоне II интенсивной деформации; в), г) диаграммы распределения эквивалентных размеров ячеек  $\beta$ -фазы и зёрен после деформации

Каждый свободный объём  $\beta$ -фазы, ограниченный пластинами  $\alpha$ -фазы, необходимо рассматривать как отдельную ячейку материала со своими условиями деформации (рис. 39). Несмотря на то, что в пределах исходного крупного зерна размером 140 мкм все субмикронные объёмы  $\beta$ -фазы имеют одну кристаллографическую ориентацию, и, следовательно, должны иметь одинаковый фактор Шмидта, действительные условия нагружения в каждом микрообъёме  $\beta$ -фазы различаются.

Пластинчатая интерметаллидная  $\alpha$ -фаза растёт в  $\beta$ -фазе в нескольких эквивалентных кристаллографических направлениях, что приводит к различной ориентации пластин и формированию структуры типа Видманштеттовой. Это обуславливает различную геометрию границ каждого субмикронного объёма

$\beta$ -фазы. Очевидно, что в случае, когда плоскость габитуса пластины нормальна к оси нагружения, сопротивление со стороны частицы наиболее высокое. Нагрузка на объём ячейки передаётся через максимальную площадь, что приводит к снижению давления, оказываемого на свободный объём  $\beta$ -фазы. В случае, когда плоскость габитуса располагается вдоль оси нагружения, сопротивление со стороны частиц О-фазы минимально, в большей степени проходит скольжение на межфазной границе, что облегчает и само пластическое течение  $\beta$ -фазы.

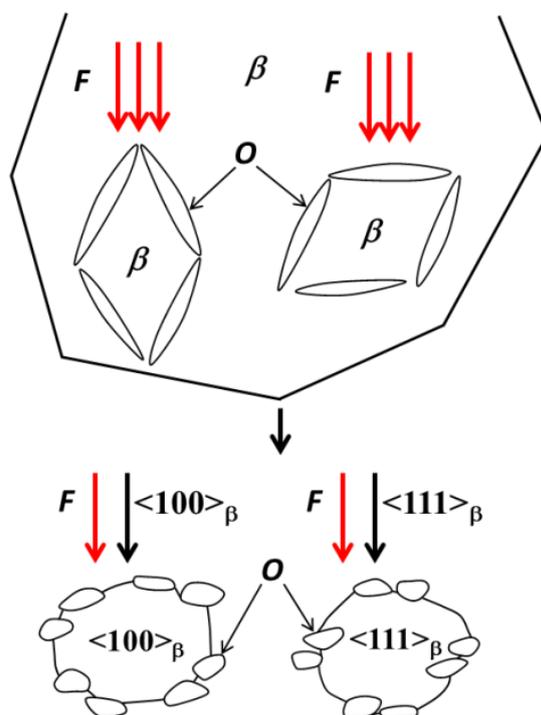


Рисунок 39 – Механизм деформации в присутствии значительного количества пластинчатой интерметаллидной фазы

Таким образом, при одной и той же исходной ориентации субмикронных объёмов, ограниченных пластинами О-фазы, создаются разные условия деформации, благодаря наличию разориентированных пластин О-фазы. В зависимости от формирующихся условий деформации, объём субмикронных ячеек  $\beta$ -фазы ориентируется вдоль оси нагружения в двух основных направлениях  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ . В радиальном же направлении ориентация зёрен формируется произвольно. Размеры сформированных зёрен определяются

размерами исходных свободных объёмов  $\beta$ -фазы, ограниченных пластинчатой O-фазой.

Частично действие механизма фрагментации макрозерна на разориентированные микронные зёрна наблюдается в структуре и после деформации при 910 °С (рис. 20), где можно заметить повышенную плотность малоугловых границ с присутствием на них частиц интерметаллидной O-фазы. Однако здесь проявляется лишь последняя стадия этого механизма, а именно сдерживание миграции субграниц оставшимися частицами O-фазы.

Описанные выше процессы относятся ко II стадии горячей деформации (см. рис. 24), являющейся стадией разупрочнения. Дальнейшая деформация каждого отдельного зерна происходит как и при других температурах – увеличение дислокационной плотности и динамический возврат. Однако ввиду быстрого увеличения площади контакта между пуансоном и образцом, напряжения осадки при достижении 30 % относительной деформации начинают возрастать. Повышенное трение между пуансоном и образцом приводит к ещё более неоднородному распределению деформации по образцу и сосредоточению течения металла в узкой области.

Подводя итог рассуждений, можно утверждать, что пластическое течение металла в областях локализованной деформации сопровождается деформационным разогревом и частичным растворением пластинчатой O-фазы. Растворение O-фазы в условиях высокой скорости осадки включает несколько процессов: накопление дефектов кристаллической решётки (дислокации, двойники), деформационный разогрев, диффузионное перераспределение Ti, Nb и Al, приводящее к изменению параметров кристаллической решётки всех фаз. При этом происходит не только уменьшение размеров и доли O-фазы, но и её сфероидизация. Все эти процессы отражаются на кривой нагружения в виде участка разупрочнения. При снижении объёмной доли интерметаллидной фазы до определённого уровня и появлении свободного объёма  $\beta$ -фазы начинается стадия стабильной деформации, сопровождаемая двумя конкурирующими процессами – деформационным упрочнением и динамическим возвратом.

Изначально высокая доля О-фазы приводит к фрагментации исходных крупных зёрен на микронные зёрна двух ориентаций  $\{100\}_\beta$  и  $\{111\}_\beta$ , что вызвано формированием различных условий деформации в микрообъёмах  $\beta$ -фазы, ограниченных пластинами О-фазы.

#### **4.4 Моделирование процесса горячей осадки**

Неоднородность распределения деформации при горячей осадке – известная проблема, решение которой достигается различными подходами. Так, при горячей осадке основными проблемами являются образование «креста» деформации и застойных зон. Как было показано в разделе 4.1 (рис. 17) повышение температуры осадки способствует более равномерному распределению деформации, увеличению ширины зоны интенсивной деформации и уменьшению застойных зон. Принято считать, что к образованию застойных зон приводит повышенное трение между пуансонами и осаживаемой заготовкой. Частично эту проблему можно решить путём применения высокотемпературных смазочных материалов [86].

В настоящей части работы была поставлена цель произвести расчёт распределения полей напряжений и деформаций при горячей осадке и связать полученный результат с наблюдаемыми неоднородностями в структуре. Для этого были проведены испытания на осадку сплава ВТИ-4 с записью диаграмм деформирования. На основе изменения геометрии образцов и усилий нагружения было проведено конечно-элементное моделирование и получены распределения деформаций и напряжений при горячей осадке до различных степеней относительной деформации.

##### **4.4.1 Методика испытаний и выбор температуры**

Испытания образцов из сплава ВТИ-4 на осадку проводили по схеме осевого сжатия. Для испытаний использовали цилиндрические образцы диаметром 10 мм, высотой 15 мм. Перед силовым нагружением осуществляли нагрев образцов до температуры испытания 1010 °С со скоростью 30 °С/мин.

После достижения заданной температуры устанавливалась выдержка 20 минут, необходимая для равномерного прогрева всего объема образца. Затем проводили нагружение образца на сервогидравлической испытательной машине «Walter+Bai AG» (модель LFV-100), оснащённой силоизмерительным датчиком.

Выбор режимов нагружения каждого образца осуществляли по диаграммам деформирования в координатах «истинное напряжение – относительная деформация», полученных на предыдущем этапе работы (рис. 24). Величины относительных деформаций составили 1.9, 3.2, 6, 8, 30, 55 и 70 %. Эти значения относительных деформаций соответствуют напряжениям, отражающим все характерные стадии процесса деформирования при одноосной осадке. Нагружение образцов осуществлялось со скоростью деформирования  $2,5 \text{ с}^{-1}$ . На образцах выбранной геометрии данная скорость реализовывалась при перемещении поршня испытательной машины со скоростью 37 мм/с.

По результатам испытаний на осадку для каждого образца были построены графические зависимости «нагрузка - перемещения», «напряжение – относительная деформация» (по перемещениям поршня испытательной машины), определены истинные напряжения по условию сохранения объема при деформировании образцов (рис. 40). С использованием оптического микроскопа Mahr MM 320 при увеличении 10х проводили измерения геометрических размеров образцов (высоты, диаметров у торцевой и центральной части), по которым определяли остаточные деформации вдоль и поперек действия нагрузки: осевую и радиальную деформацию соответственно после каждой ступени нагружения (рис. 41).

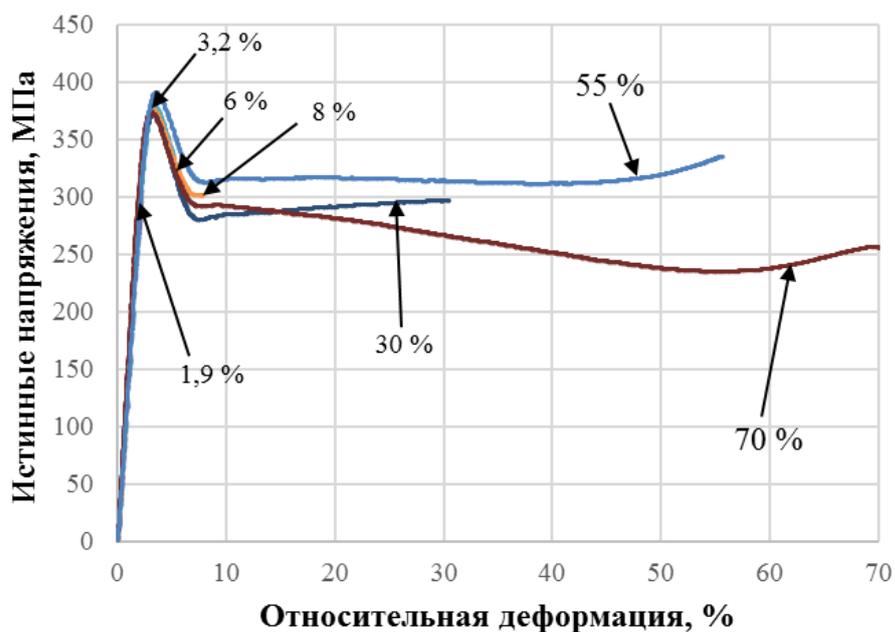


Рисунок 40 – Диаграммы осадки сплава ВТИ-4 в пересчёте на постоянный объём.  $T = 1010 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 2,5 \text{ c}^{-1}$

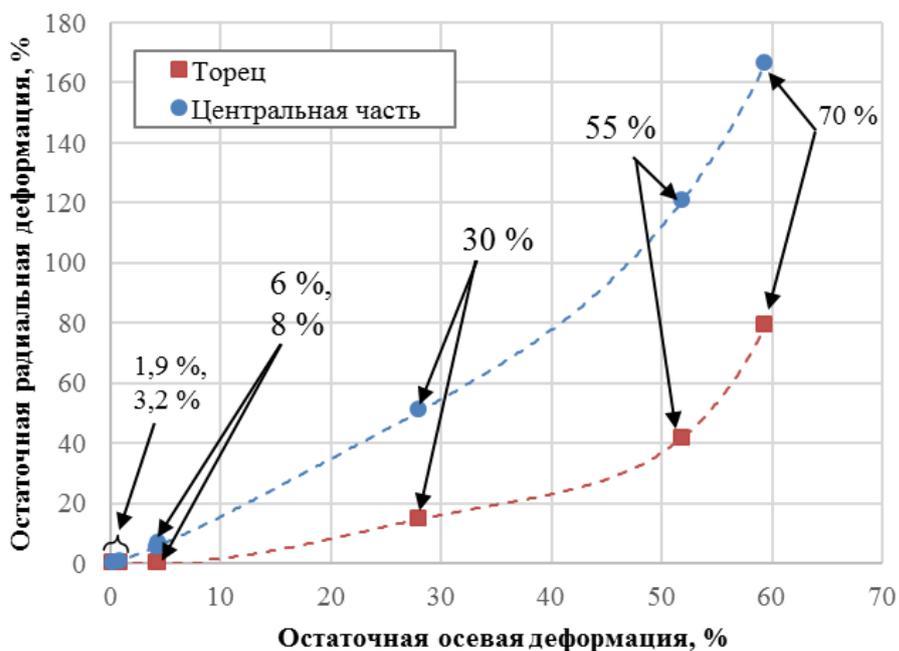


Рисунок 41 – Изменение геометрических размеров цилиндрических образцов при различных степенях осадки.  $T = 1010 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 2,5 \text{ c}^{-1}$

При выборе температуры осадки основной целью являлась минимизация структурных изменений непосредственно во время высокоскоростной осадки. Как было показано ранее (раздел 4.3.1), за короткий промежуток времени деформации  $\sim 0,3 \text{ c}$  исходная доля пластинчатой О-фазы в центральной зоне II сокращается вдвое. Это приводит к изменению физико-механических свойств

материала, что осложняет моделирование деформации при осадке с заданием постоянных физико-механических характеристик материала.

Выбранная температура 1010 °С соответствует двухфазной области  $\beta+\alpha_2$  (рис. 9). В структуре при этом отсутствуют пластинчатые выделения  $\alpha_2$ -фазы, способные быстро раствориться при деформации, а также выделения  $\alpha_2$ -фазы по границам зёрен. Таким образом, в процессе деформации исключается стадия разупрочнения за счёт растворения и сфероидизации интерметаллидной пластинчатой фазы.

#### **4.4.2 Методика моделирования в Abaqus**

Полученные в условиях одноосного нагружения диаграммы деформирования способны обеспечивать хорошее соответствие модельным расчетам при степенях пластического деформирования до ~10 %. При таких значениях обеспечивается соответствие одноосному напряженно-деформированному состоянию материала. При больших пластических деформациях одноосное состояние при нагружении не сохраняется, в связи с чем для задач моделирования возникает проблема корректного описания физико-механических свойств материала, связывающих тензоры напряжений и деформаций.

Для решения данной проблемы была предложена модель с построением аппроксимирующей диаграммы деформирования материала. Диаграмма строилась по корреляции данных моделирования и эксперимента для последовательных ступеней нагружения. Критериями соответствия являлись:

- 1) реакции опор на торцах образца при заданных степенях нагружения;
- 2) остаточные деформации - осевые и радиальные.

Постановка задачи являлась осесимметричной. Тип расчета - статический нелинейный. Высота сечения 15 мм, ширина сечения половины образца - 5 мм. Число элементов в модели: 1200 типа CAX4. Поверхности плит испытательной машины, между которыми находится образец, задавались линейными жесткими элементами типа RAX2. Материал образца брался изотропным. Модуль

упругости принимался  $E = 41$  ГПа, и был предварительно определён из испытаний при температуре  $1010$  °С. Коэффициент Пуассона принимался  $\nu = 0,33$ . Моделируемый образец располагался между двумя абсолютно твердыми поверхностями: нижняя была неподвижно закреплена, верхняя перемещалась, сдавливая образец, после чего отходила в исходное нулевое положение. Коэффициент трения принимался равным  $0,8$ . Такое значение коэффициента соответствует отсутствию увеличения исходной торцевой площади за счёт её разнесения, что соответствует наблюдениям в эксперименте. Увеличение площади контакта между пуансоном и образцом происходило за счёт перехода боковой поверхности на торцевую.

Расчет проводился для каждой ступени нагружения. Оценка остаточных деформаций в осевом и радиальном направлениях проводилась в конце расчетного шага. После чего полученные значения сравнивались с экспериментальными данными. Реакцию основания брали максимальной за весь шаг, что соответствует последнему моменту перемещения.

На рисунке 42 представлен алгоритм итерационного построения модельной диаграммы деформирования изотропного материала. Изменяемой величиной является тангенциальный модуль на каждом участке диаграммы. Первая точка соответствует началу текучести и была взята из экспериментальных данных. Далее происходило варьирование тангенциального модуля упругости с определением оптимального значения по критериям соответствия. Сравнивались экспериментальные данные изменения геометрии образца и показателей силоизмерительного датчика с данными, полученными в аппроксимирующей модели. После определения удовлетворительного тангенциального модуля конец рассчитываемого участка диаграммы определялся по величине максимальной эквивалентной пластической деформации в модели. При прибавлении её к упругой деформации получали границу участка для данной ступени нагружения. Последовательность действий повторялась для каждого участка диаграммы. После проведенных итераций

была получена модельная диаграмма деформирования изотропного материала (рис. 43).

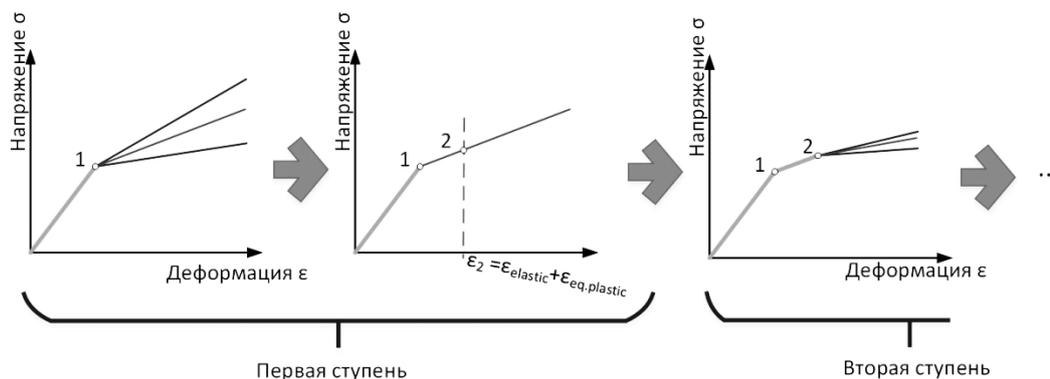


Рисунок 42 – Алгоритм итерационного построения модельной диаграммы

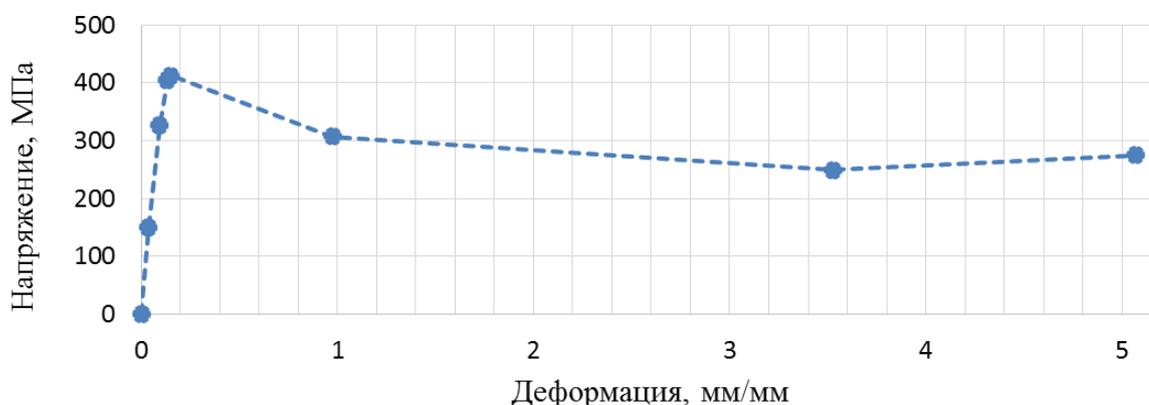
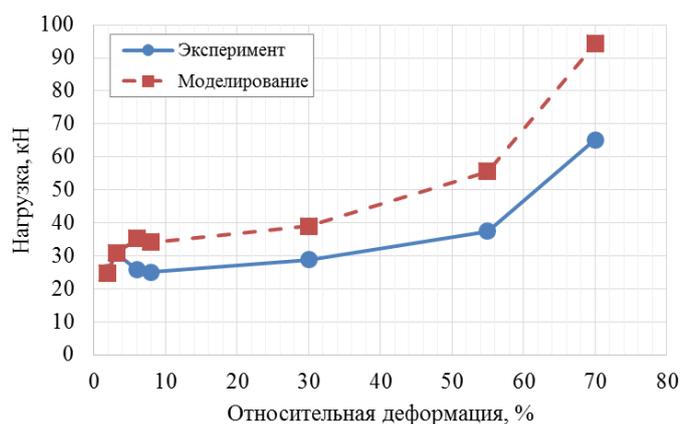


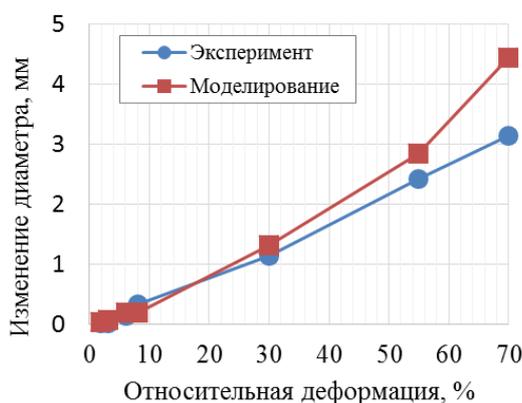
Рисунок 43 – Модельная диаграмма сплава ВТИ-4, осаживаемого при  $T = 1010 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\dot{\epsilon} = 2,5 \text{ c}^{-1}$

#### 4.4.3 Результаты моделирования

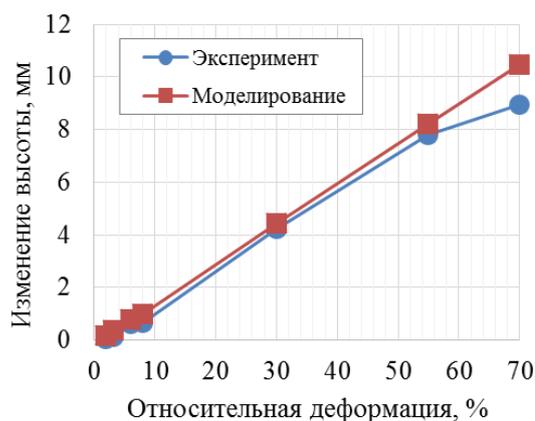
На рисунке 44 приведено сравнение результатов моделирования и экспериментальных данных по критериям изменения геометрии образца и реакции опор. Как видно, расчётные значения высоты и диаметра образца хорошо удовлетворяют экспериментальным данным до относительной деформации в 30 %. Далее наблюдается расхождение, обусловленное в первую очередь значительными структурными изменениями в центральной области локализации пластического течения (см. раздел 4.1). При этом физические характеристики модели остаются неизменными при любой степени деформации.



а



б



в

Рисунок 44 – Соответствие результатов моделирования экспериментальным данным по двум критериям: а) реакции опор; б), в) изменения геометрии образца

Расчётные данные по нагрузке начиная с деформации 6 % расходятся на 20 – 30 %, однако ход кривой идентичен экспериментальному графику. Наблюдаемое смещение расчётного графика вверх от экспериментального вызвано в первую очередь отсутствием выраженного участка разупрочнения на расчётном графике.

Стоит отметить, что проведённое моделирование процесса горячей осадки не учитывает тепловых процессов, происходящих в металле. Известно, что значительная часть работы пластической деформации переходит в тепло, рассеиваясь в материале и окружающем пространстве [87]. Как следствие в расчёте не могут быть учтены процессы разупрочнения, связанные с активным тепловыделением. Механические свойства металла в модели остаются на

изначально заданном уровне. В то время как согласно проведённым исследованиям, зона интенсивной деформации II характеризуется значительными изменениями микроструктуры, дислокационной структуры, растворением интерметаллидной фазы вследствие деформационного разогрева. Разогрев металла приводит к увеличению пластичности не только за счёт структурных изменений, но и из-за снижения модуля упругости материала в целом при повышении температуры.

В то же время, указанные факторы являются лишь усугубляющими, но не меняющими кардинально общую картину распределений деформаций и напряжений в осаживаемом образце. По этой причине результаты моделирования могут быть надёжной основой для дальнейшего анализа и корректировки схемы и режима горячей осадки.

#### **4.4.4 Анализ полей напряжений и деформаций**

Результаты моделирования представлены (рис. 45) в полях распределения трех величин: гидростатического давления  $p$ , способного замедлять развитие роста дефектов при высоких степенях пластических деформаций; величин интенсивности напряжений  $\sigma_I$  и пластической деформации  $\varepsilon_I^p$  – комплексных скалярных характеристик, удобных для отображения [88]. В таблице 9 приведены значения указанных величин в трёх характерных зонах: застойной зоне I, центральной части зоны локализации деформации II и в периферийной зоне III.

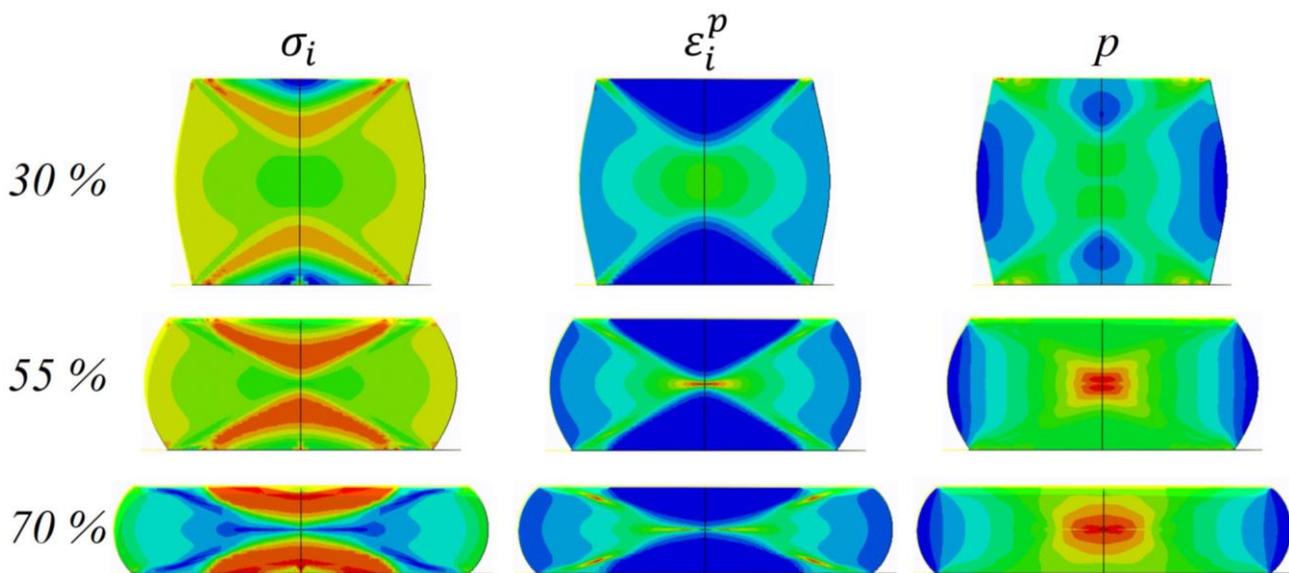


Рисунок 45 – Результаты моделирования для относительных степеней осадки 30 %, 55 % и 70 %, представленные в полях интенсивности напряжений  $\sigma_i$ , интенсивности пластических деформаций  $\varepsilon_i^p$  и гидростатического давления  $p$ .

Распределение в каждом из представленных полей имеет свои особенности, отражающие реальное поведение осаживаемого образца. Опишем их. В распределении гидростатического давления имеются области повышенного давления в центральной части образца (II) и отрицательные значения вблизи боковой поверхности (III). Отрицательные значения гидростатического давления, достигающие -164 МПа, характеризуют величину всестороннего растяжения в материале. Растягивающие напряжения являются негативным фактором и часто приводят к образованию трещин на боковой поверхности в процессе горячей осадки. Напротив, в центральной области осаживаемого образца гидростатические давления достигают значений в 1 ГПа, что даёт большой вклад всестороннего сжатия. Высокие значения сжимающих напряжений позволяют реализовывать значительные деформации (более 500 %) в центральной части образца без разрушения. Известно [89], что хрупкие материалы в условиях всестороннего сжатия способны вести себя как пластичные материалы. Считается, что гидростатическое сжатие подавляет образование и рост пор и трещин в материале [90, 91].

Таблица 9 – Значения гидростатического напряжения, интенсивности напряжений и деформаций в характерных зонах осаживаемого образца

Характеристика распределения	Степень деформации, %	Характерная зона		
		I (застойная)	II (центральная)	III (периферия)
$\sigma_I$ , МПа	30	400	315	375
	55	400	270	335
	70	410	240	320
$\varepsilon_I^p$ , %	30	0,33	72	33
	55	0,53	363	46
	70	1,7	584	74
$p$ , МПа	30	97	242	-23
	55	258	707	-121
	70	620	1089	-164

Распределение интенсивности деформации наиболее близко отражает структурные неоднородности, формирующиеся в процессе осадки. Повышенные значения интенсивности деформации формируют характерный для осадки крест деформации. В этих областях материал испытывает наибольшие относительные перемещения материала. В диагональных частях креста, вытесняемый материал смещается относительно застойной зоны в сторону сдавливающего инструмента. В центральной части материал сдавливается с двух сторон застойными зонами, вытесняя его на периферию. Деформации в этой зоне превышают 500 %, что в том числе является причиной расходимости расчёта в условиях неразрывной среды. Изначально соседствующие элементы расчётной сетки при больших пластических деформациях испытывают большие относительные смещения и разрыв, что приводит к ошибке в расчёте. Боковые части осаживаемого образца характеризуются значительно меньшими деформациями (до 75 %). В действительности, деформацию материала определяет не абсолютное

перемещение материала в пространстве, а его формоизменение за счёт смещения малых частей друг относительно друга [92]. Поэтому, несмотря на существенный разнос боковой поверхности, её деформация не столь значительна по сравнению с центральной частью.

Распределение интенсивности напряжений носит характер, обратный распределению деформаций в осаживаемом образце. В застойных зонах, где деформация материала минимальна, значения интенсивности напряжений достигают максимума (400 МПа). В центральной части образца, где происходит активное пластическое течение материала, напряжения минимальны (не более 250 МПа). Из этих двух полей, интенсивности напряжений и деформаций, видно, что уровень напряжений определяется деформациями. Там, где деформация по каким-то причинам стеснена, например, на торцах образца, напряжения возрастают. Однако уже существующего уровня напряжений достаточно, чтобы осуществилась пластическая деформация материала в других областях осаживаемого образца. Таким образом, происходит локализация пластической деформации в процессе осадки.

Из этих рассуждений становится очевидно, что трение на торцах образца является основной причиной локализации деформации. Моделирование, проведенное при условии нулевого трения на торцах образца, показало (рис. 46) фактически однородное распределение деформации и напряжений. Однако важно отметить, что подобный результат получен при допущении абсолютной изотропности и однородности материала, чего в действительности никогда не бывает. Так или иначе, в материале присутствует кристаллографическая текстура, неоднородности структуры, равно как и сама кристаллическая решётка обладает различным модулем упругости в разных направлениях.

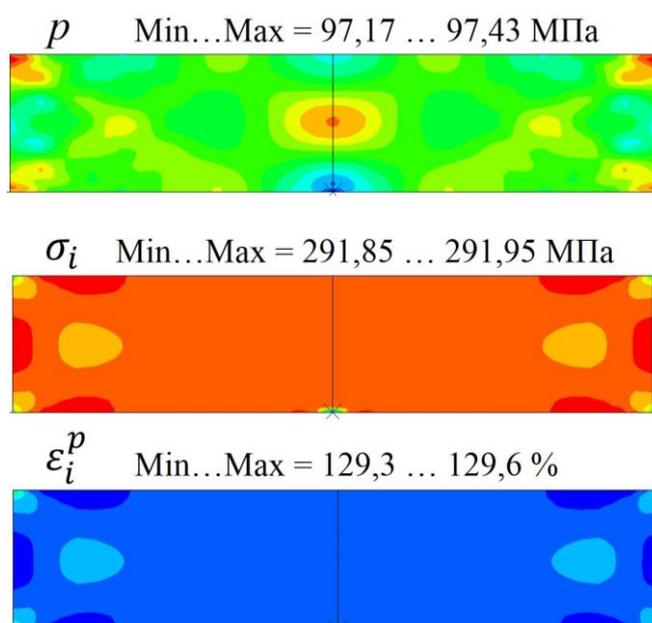


Рисунок 46 – Результаты моделирования осадки сплава ВТИ-4 без учёта трения на торцах образца. Степень осадки – 70 %.

Как было показано ранее (рис. 17) в макроструктуре осаженных образцов выявляются три характерные зоны: застойные (I), зона локализации деформации (II) и зоны, образующиеся в результате вытеснения материала на периферию (III). Все эти зоны, как и общая макроструктура осаженного образца, воспроизводятся в расчётной модели в распределении пластической деформации.

На рисунке 47 приведено сопоставление макроструктуры осаженного образца и расчётной модели в поле геометрических изменений. Наблюдается хорошее совпадение линий течения на макроструктуре с изменениями в расчётной модели. Формоизменение зёрен хорошо отображает значения интенсивности пластических деформаций в каждой конкретной области осаженного образца. Так, в застойной зоне (I), где интенсивность пластических деформаций не превышает 2 %, зёрна сохранили свою исходную равноосную форму. В центральной зоне локализованной деформации (II), где наблюдаются предельные значения интенсивности деформации (более 550 %), форма зёрен вырожденная, в виде узких полос («языков») деформации. Зёрна вблизи боковых поверхностей (зона III) представляют собой некоторый

промежуточный вариант, при котором зёрна значительно уплощены, но ещё не выродились в полосы деформации.

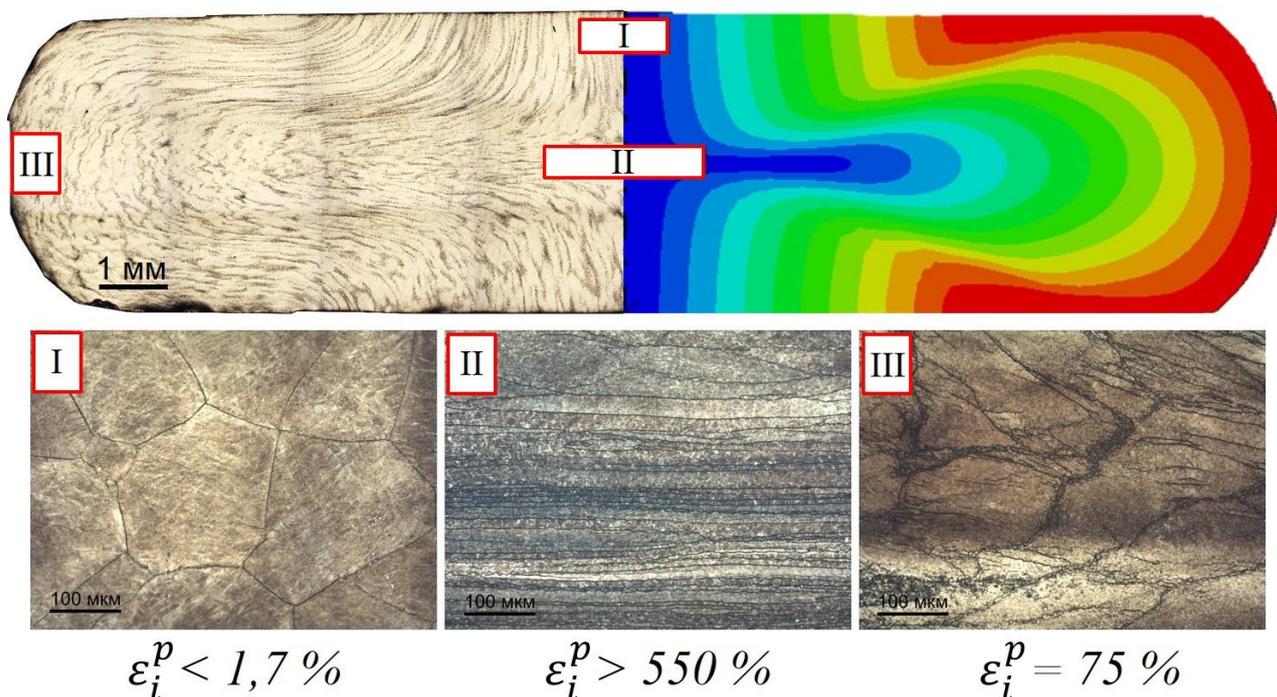


Рисунок 47 – Сопоставление структуры осаженного образца из сплава ВТИ-4 с результатами моделирования.  $\varepsilon = 70 \%$ ;  $\dot{\varepsilon} = 2,5 \text{ с}^{-1}$ ;  $T = 1010 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Таким образом, моделирование процесса горячей осадки позволило получить распределения напряжений и деформаций, совпадающие по виду с неоднородностями на реальных образцах. Это позволило сопоставить наблюдаемые структурные изменения в каждой области осаженных образцов с действительными значениями деформаций и напряжений. Задача особенно актуальна, когда распределение деформации носит неоднородный характер и значительно отличается от среднего значения для всего образца. Моделирование процесса осадки с нулевым коэффициентом трения позволило подтвердить, что первопричиной неоднородного распределения деформаций является трение между образцом и рабочим инструментом. Однако расчётная модель обладает рядом недостатков, отличающим её от реальных образцов, в том числе изотропность механических свойств и отсутствие тепловых процессов, занимающих важную роль в процессе горячей осадки.

## ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 4

В настоящей главе было показано, что горячая деформация интерметаллидных титановых ортосплавов характеризуется значительной неоднородностью в распределении деформации. Повышение температуры отчасти способствует более однородному распределению деформации, но не устраняет проблему полностью.

Основная часть деформации локализуется в узких областях, формирующих так называемый «крест» деформации. Центральная часть этого креста представляет собой зону вырожденного зерна в виде «языков» деформации, обладающих острой аксиальной текстурой  $\{100\}_\beta$  и  $\{111\}_\beta$  в направлении осадки.

Подробно изучены процессы, происходящие в этой области при горячей осадке сплава ВТИ-4. Показано, что пластическое течение в зоне локализации деформации сопровождается динамическим возвратом, в результате которого формируется субзёрная структура с пониженной плотностью дислокаций. Повышение температуры осадки способствует снижению плотности малоугловых границ за счёт роста субзёрен. Однако наличие интерметаллидной  $\alpha$  и  $\alpha_2$ -фазы оказывает сдерживающее влияние на рост субзёрен за счёт торможения малоугловых границ на частицах интерметаллидной фазы.

Активное тепловыделение за счёт деформационного разогрева способствует частичному растворению и сфероидизации пластинчатой интерметаллидной фазы. Этот процесс сопровождается накоплением внутренних дефектов в интерметаллидной фазе, изменениями в химическом составе и параметре кристаллической решётки  $\beta$ -фазы. Изменения в составе наблюдаются также и в интерметаллидной фазе, но преимущественно вблизи межфазной границы, проявляясь в виде концентрационных скачков Nb и Ti.

Также был обнаружен ранее не наблюдаемый тип структуры, формирующейся в процессе осадки при 850 °С, состоящей из мелких равноосных зёрен размером 1-3 мкм, образующих аксиальную текстуру

деформации  $\{100\}_\beta$  и  $\{111\}_\beta$ . В работе показано, что определяющим фактором формирования такой структуры является наличие большого количества пластинчатой интерметаллидной O-фазы. Предложен механизм формирования такой структуры, основанный на разбиении исходного крупного зерна на микронные области  $\beta$ -фазы, ограниченные пластинами O-фазы. Каждая такая область  $\beta$ -фазы деформируется в отличных друг от друга условиях, что приводит к двум различным кристаллографическим ориентациям.

Проведено конечно-элементное моделирование процесса горячей осадки и построены распределения напряжений и деформаций по сечению осаженного образца. Показано, что центральная часть осаживаемого образца характеризуется наибольшими значениями интенсивности деформаций (585 %) и гидростатического давления (более 1 ГПа). Вблизи боковой поверхности наблюдаются растягивающие напряжения, что может способствовать образованию трещин при осадке. Распределение интенсивности деформаций хорошо согласуется как с макроструктурными неоднородностями, так и с формоизменением зёрен материала. Моделирование процесса осадки без учёта трения между образцом и инструментом подтвердило определяющую роль трения в формировании неоднородного распределения деформации.

## 5 СТАТИЧЕСКАЯ РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИЯ, СТАРЕНИЕ И ОПТИМИЗАЦИЯ РЕЖИМА ГОРЯЧЕЙ ОСАДКИ СПЛАВА ВТИ-4

В предыдущей главе было показано, что неоднородное распределение деформации при горячей осадке является характерной проблемой интерметаллидных титановых ортосплавов. Проявлением неоднородного распределения деформации является различная морфология и размер зёрен, различная кристаллографическая текстура по сечению осаженного образца. Разный уровень наклёпа приводит при дальнейшей термообработке к разнотерности, а также росту интерметаллидной фазы различного размера и морфологии. Все эти неоднородности в конечном счёте сказываются на механических свойствах готового изделия. Очевидно, что различие свойств по сечению является негативным фактором.

Так, автором настоящей работы было показано [93], что даже после отжига и старения предел прочности центральной зоны локализованной деформации ниже на 10%, чем у окружающего материала – 1050 МПа и 1150 МПа соответственно. За снижение прочностных свойств отвечает, как острая неблагоприятная текстура, так и малая доля (или полное отсутствие) границ зёрен, обеспечивающих зернограничное упрочнение.

Решение проблемы неоднородного распределения деформации при горячей осадке можно разделить на два основных подхода:

- 1) корректировка режима и условий горячей осадки с целью минимизации неоднородного распределения деформации;
- 2) исправление уже существующей структурной неоднородности путём последующей термической обработки.

В рамках первого подхода можно менять температуру и скорости деформации, степень допустимой деформации за одну ступень, применять смазочные материалы для снижения трения между заготовкой и инструментом, осуществлять деформацию в закрытых штампах. В рамках второго подхода необходимо правильно назначить температуры и длительности

рекристаллизационного отжига, как на промежуточных этапах, так и после окончания осадки.

Учитывая трудности горячей деформационной обработки интерметаллидных титановых ортосплавов, наилучшим путём решения является сочетание обоих подходов: корректировка режима осадки с последующим восстановлением структуры до относительно однородного состояния. В настоящей главе представлены результаты экспериментов по рекристаллизационному отжигу осаженных образцов из сплава ВТИ-4, построена карта рекристаллизации и предложен ступенчатый режим горячей осадки, минимизирующий неоднородность распределения деформации.

### **5.1 Рекристаллизационный отжиг после горячей осадки**

Цель проведения рекристаллизационного отжига осаженных образцов – определение диапазона температур и допустимых степеней осадки, после которых возможна рекристаллизация, в том числе центральной зоны локализованной деформации (II). Известно [91], что по окончании горячей деформации в металлах может проходить как статическая рекристаллизация, так и статический возврат. Возможность того или иного процесса прежде всего определяется уровнем наклёпа, сохранившегося к окончанию деформации.

Для экспериментальной проверки того, какой процесс реализуется в каждом конкретном случае, был проведён отжиг образцов, осаженных при температурах 850 – 1130 °С до степеней осадки 30 %, 50 % и 70 %. Образцы были выдержаны при температуре 1010 °С в течение 30 мин и закалены в воду для исключения образования интерметаллидной пластинчатой фазы. Для лучшей визуализации зёрен и их границ было проведено термическое оксидирование полированных шлифов при 400 °С в течение 1 часа.

На рисунках 48, 49 представлена макроструктура отожжённых образцов. Пунктиром обведены области, в которых прошла рекристаллизация. На основе металлографических исследований составлена карта рекристаллизации

(рис. 50) центральной зоны образцов осаженных при различных температурах и до различных степеней осадки.

Как видно из результатов, рекристаллизация проходит только после осадки при относительно низких температурах – 850 °С, 910 °С и 950 °С. Стоит также отметить, что осадка при пониженных температурах часто приводит к образованию полос среза, чем и объясняется несимметричная форма областей, где прошла рекристаллизация (рис. 48). Срез во время осадки происходит, когда торцы осаживаемого образца имеют возможность смещения друг относительно друга в горизонтальной плоскости. Заметим, что подобного явления не происходит при температурах осадки 1020 °С и 1130 °С, что исключает возможность перекоса схемы нагружения.

После осадки при температурах 1020 °С и 1130 °С реализуется статический возврат, форма зёрен не восстанавливается, новых зародышей зёрен не наблюдается. В действительности, данные EBSD анализа показывают (рис. 51), что даже после 3 часов отжига образцов, осаженных при 1020 °С, в центральной зоне II сохраняются языки деформации с аксиальной двухкомпонентной текстурой  $\{100\}_\beta$  и  $\{111\}_\beta$ . Наблюдается только увеличение размеров уплощённых зёрен за счёт механизма собирательной рекристаллизации. Как было показано в предыдущей главе (раздел 4.2.2) центральная зона материала после осадки при 1020 °С характеризуется крайне низкой плотностью дислокаций. Это не позволяет реализовать механизм рекристаллизации с образованием новых зародышей при последующем отжиге. То же относится и к температуре осадки 1130 °С.

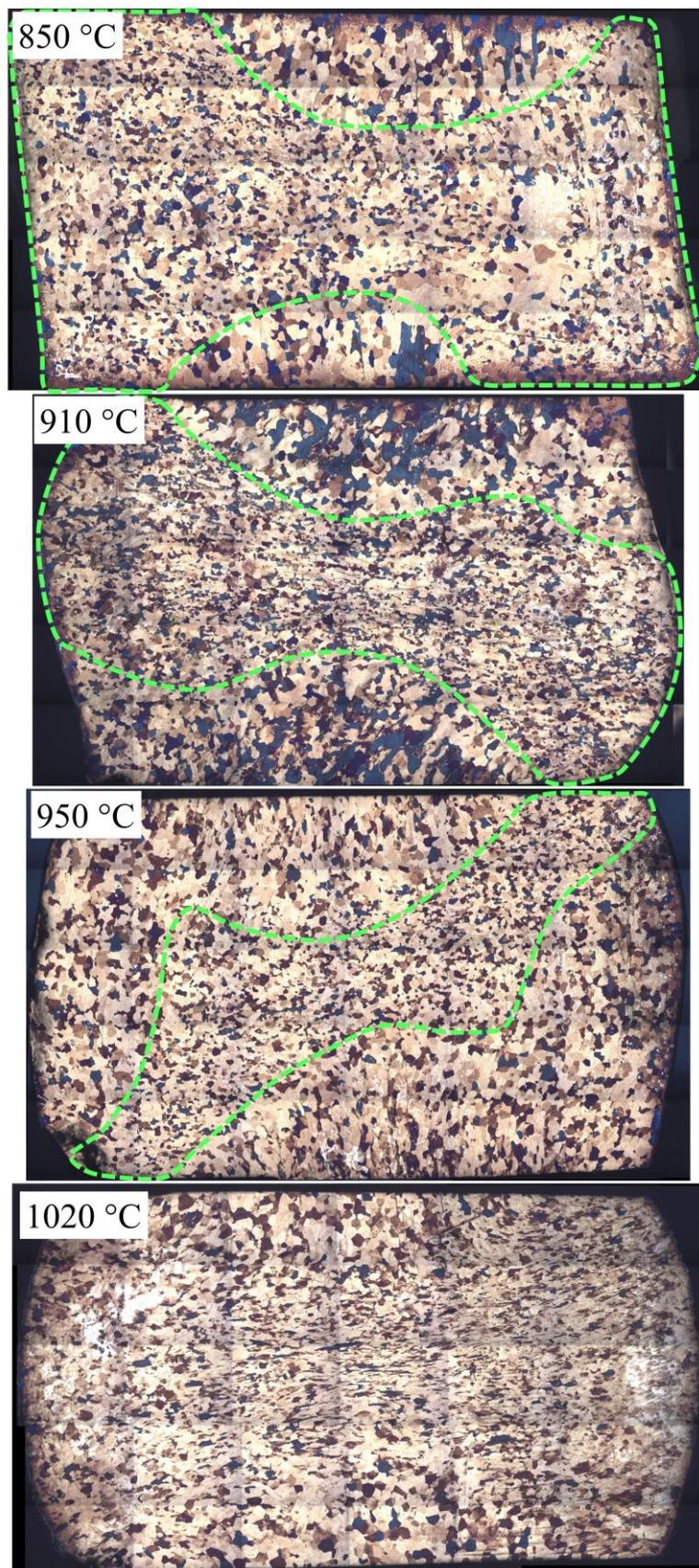


Рисунок 48 – Макроструктура образцов сплава ВТИ-4 после осадки на 50 % при различных температурах и отжига при 1010 °С в течение 30 мин. Контуром обведены области, в которых прошла рекристаллизация

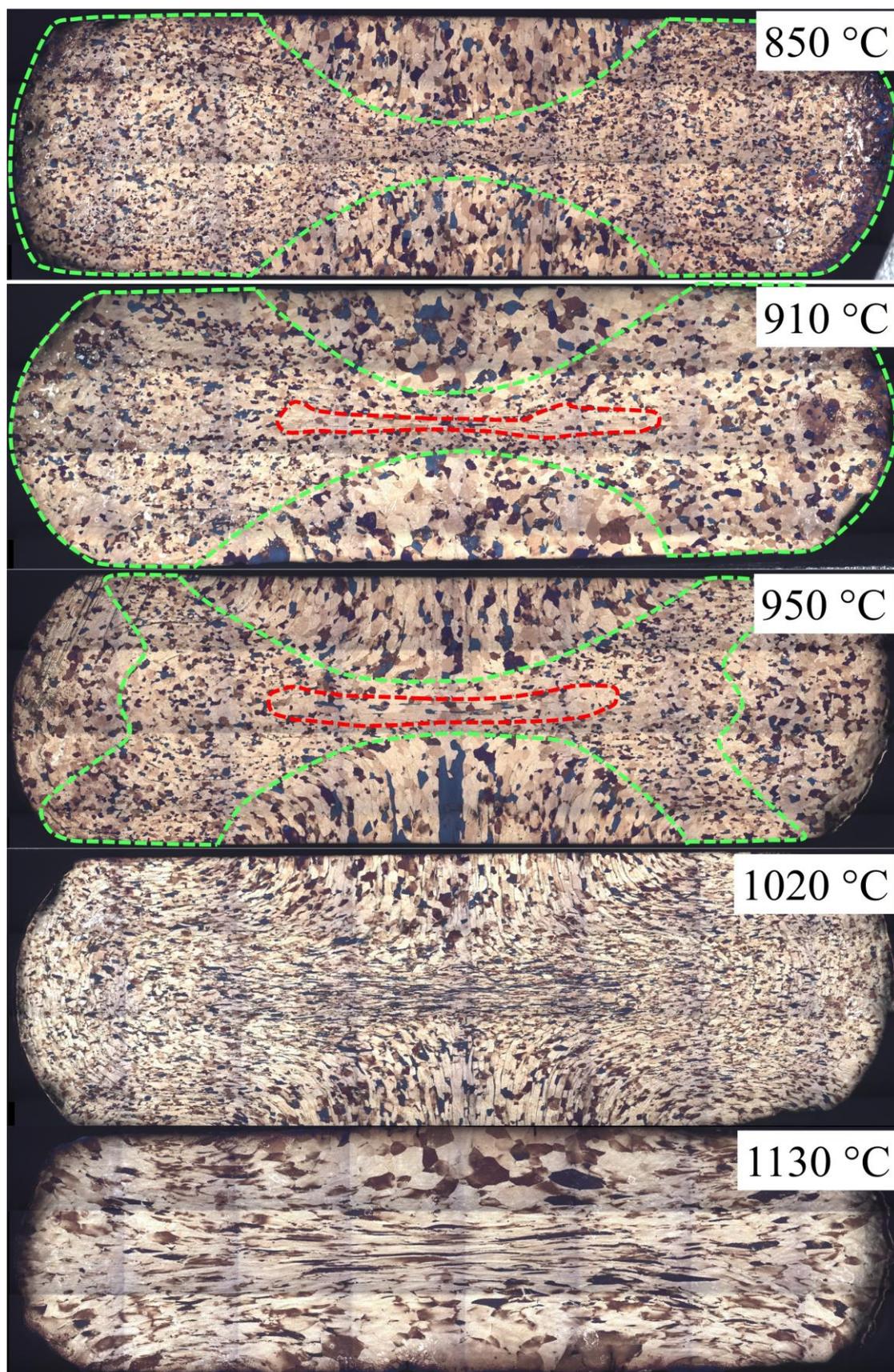


Рисунок 49 – Макроструктура образцов сплава ВТИ-4 после осадки на 70 % при различных температурах и отжига при 1010 °C в течение 30 мин. Контуры: зелёный: рекристаллизация прошла; красный – рекристаллизация не прошла

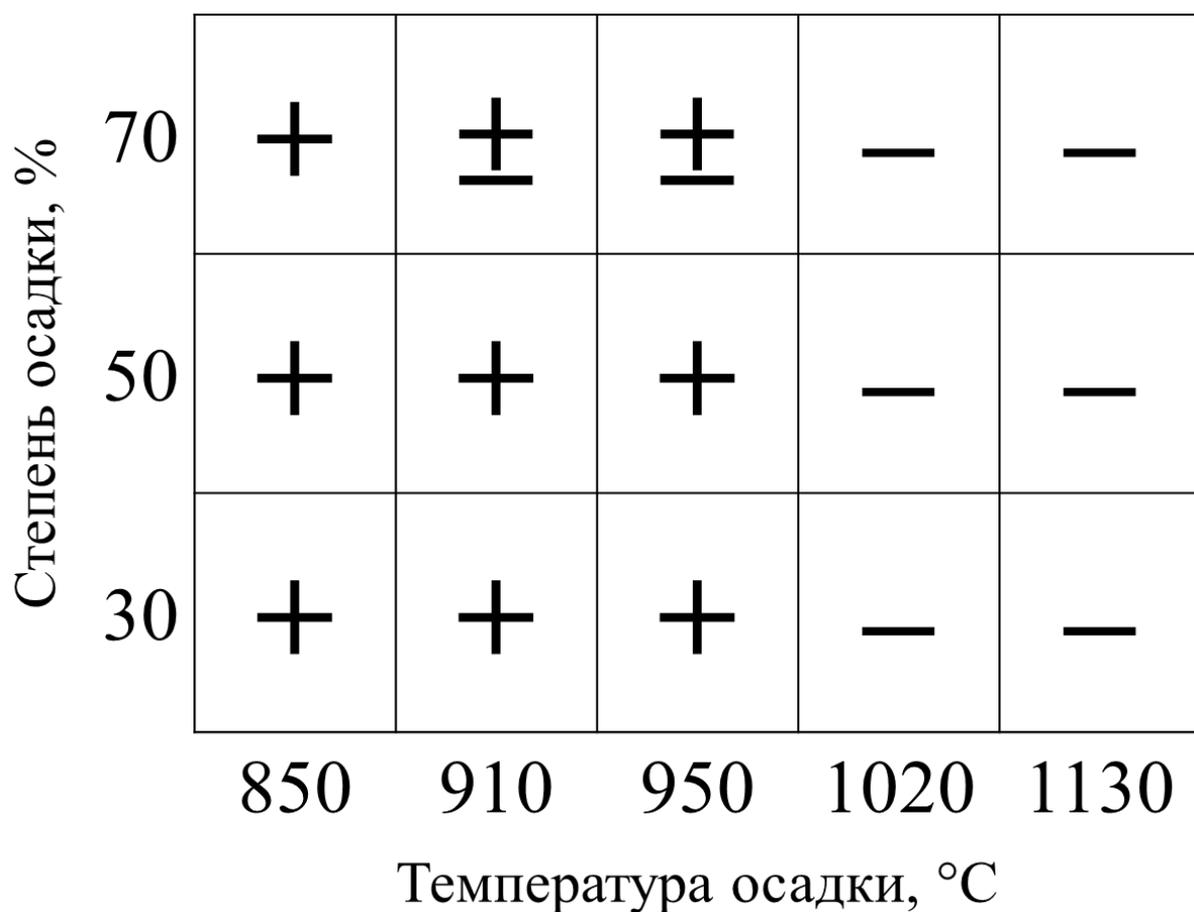


Рисунок 50 – Карта рекристаллизации для центральных областей локализованной деформации (зона II). Отжиг при 1010 °С, 30 мин.

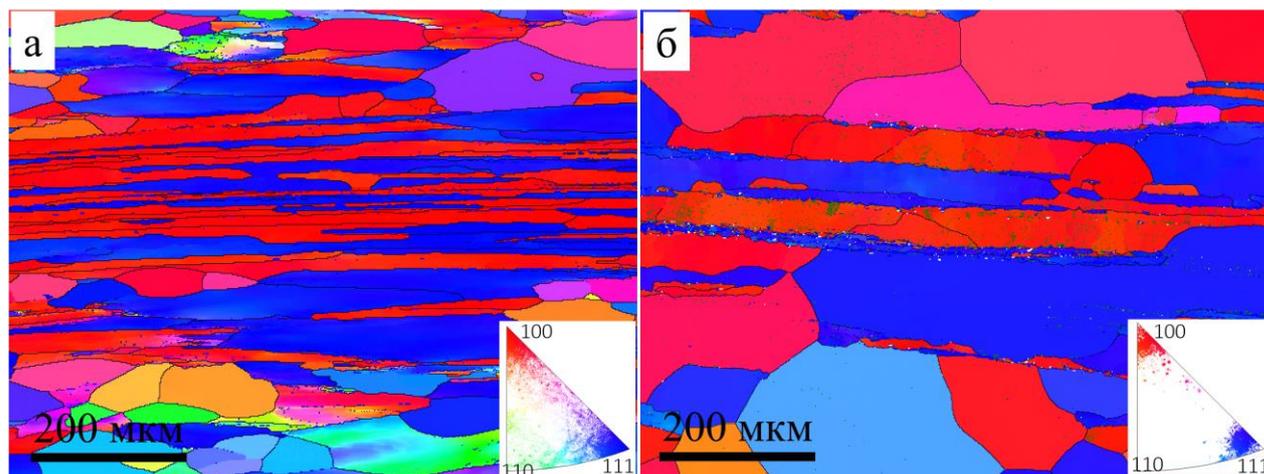


Рисунок 51– Карты EBSD центральной зоны образцов сплава ВТИ-4, осажённых при 1020 °С и отожжённых при 1020 °С в течение:  
а) 30 минут; б) 180 минут.

Рекристаллизация в центральной области образцов, осажённых при 910 °С и 950 °С до 70 %, происходит лишь частично. В центральной зоне

остаются нерекристаллизованные уплощённые зёрна (рис. 52). Интересно, что при меньшей степени осадки в 30% и 50 % при указанных температурах статическая рекристаллизация всё же происходит. На первый взгляд такой результат противоречит общеизвестным принципам, согласно которым большая степень деформации обеспечивает более интенсивный процесс образования новых зёрен при рекристаллизации. Однако, как уже было сказано, центральные области при горячей осадке подвергаются значительному деформационному разогреву и разупрочнению. Этого не происходит при осадке до 30 % и 50 % относительной деформации, так как при этих степенях осадки ещё не так значительна локализация деформации.

Таким образом результаты эксперимента показывают, что горячая осадка сплава ВТИ-4 при температурах 1020 °С и выше при любых степенях осадки не позволяет реализовать процесс статической рекристаллизации ввиду значительного термического разупрочнения материала и снижения необходимой дислокационной плотности в процессе осадки. Осадку при температурах 850 – 950 °С, напротив, позволяет при последующем отжиге при 1010 °С запустить процесс рекристаллизации, восстановить равноосную форму зёрен и устранить текстуру осадки.

Однако даже при этих температурах (за исключением 850 °С) осадка до предельных степеней деформации в 70 % приводит к формированию центральной зоны локализованной деформации, которая не может быть устранена последующим отжигом. Рекристаллизация в центральной зоне образцов, осаженных при 910 °С и 950 °С происходит лишь частично, сохраняется доля нерекристаллизованных уплощённых зёрен. При этом стоит отметить, что остальная часть деформированного материала, за исключением застойных зон, испытывает полную рекристаллизацию.

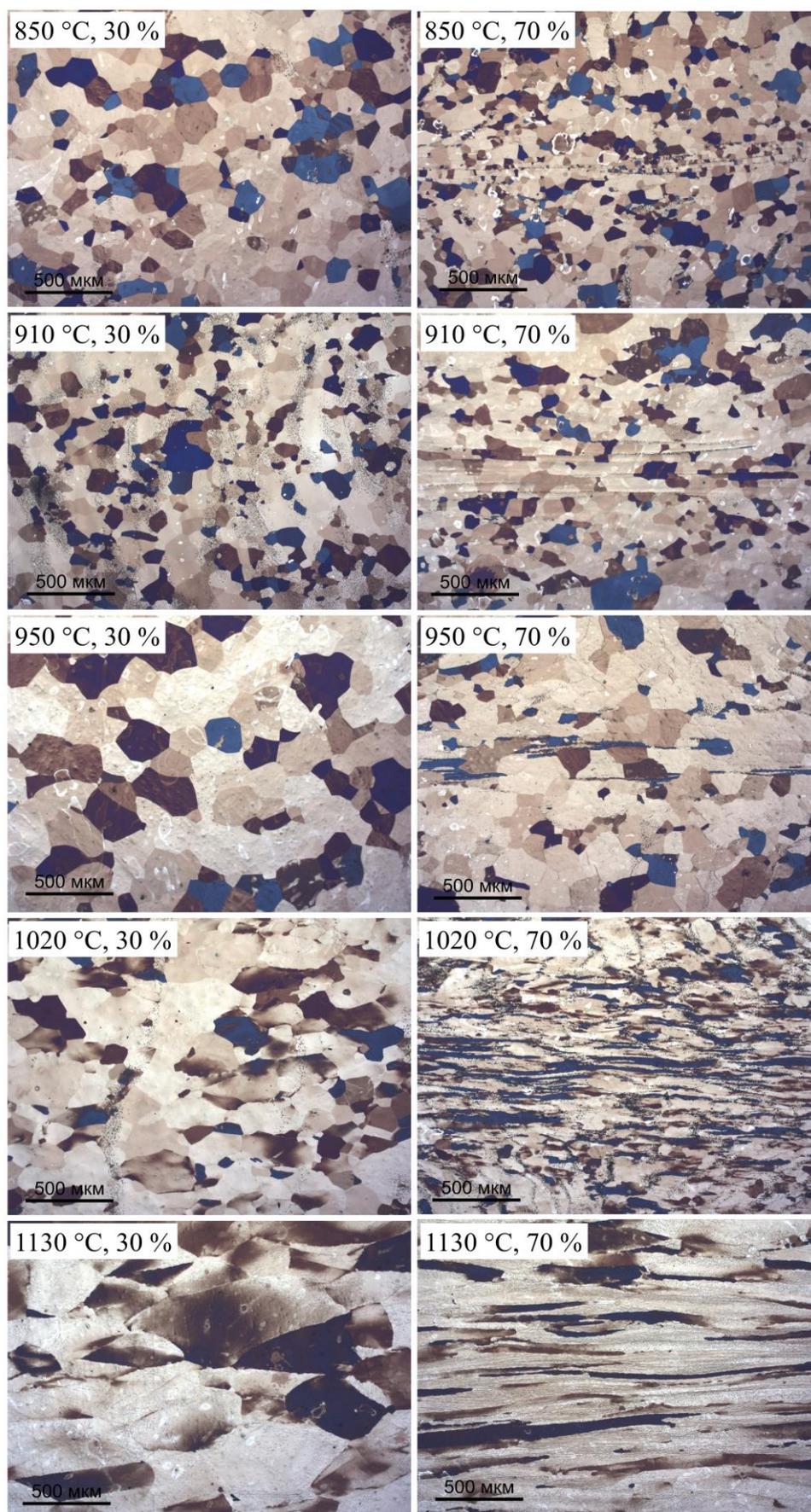


Рисунок 52 – Структура центральных зон образцов сплава ВТИ-4 после осадки при различных температурах и отжига при 1010 °C в течение 30 мин.

## 5.2 Оптимизация режима горячей осадки

Горячая осадка кованного слитка в плиту – необходимая предварительная операция при получении листовых изделий различной толщины. Именно на этом этапе формируется самая значительная неоднородность с образованием застойных зон, зон локализации деформации или даже трещин в полуфабрикate. Горячая осадка может быть не только промежуточной, но и конечной операцией формообразования, например, для дисковых изделий. Наличие в готовых изделиях или полуфабрикатах структурных неоднородностей не только приводит к разбросу механических свойств по сечению изделий, но также может являться причиной усталостных разрушений [94].

Как было сказано выше, получение осаженного полуфабриката с однородной структурой можно осуществить путём двух походов: минимизации неоднородного распределения в процессе осадки и исправления в процессе последующей термообработки. На основе данных, представленных в предыдущем разделе можно сформулировать следующие *рекомендации к проведению горячей осадки 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 невозстанавливаемой 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.

На основе приведённых рекомендаций был разработан и успешно опробован на экспериментальных образцах следующий ступенчатый *режим горячей осадки сплава ВТИ-4*:

- нагрев до 950 °С, выдержка 30 минут
- осадка на 45 % со скоростью деформации 0,1 с<sup>-1</sup>
- 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)

На рисунке 53 представлена диаграмма предложенного режима.

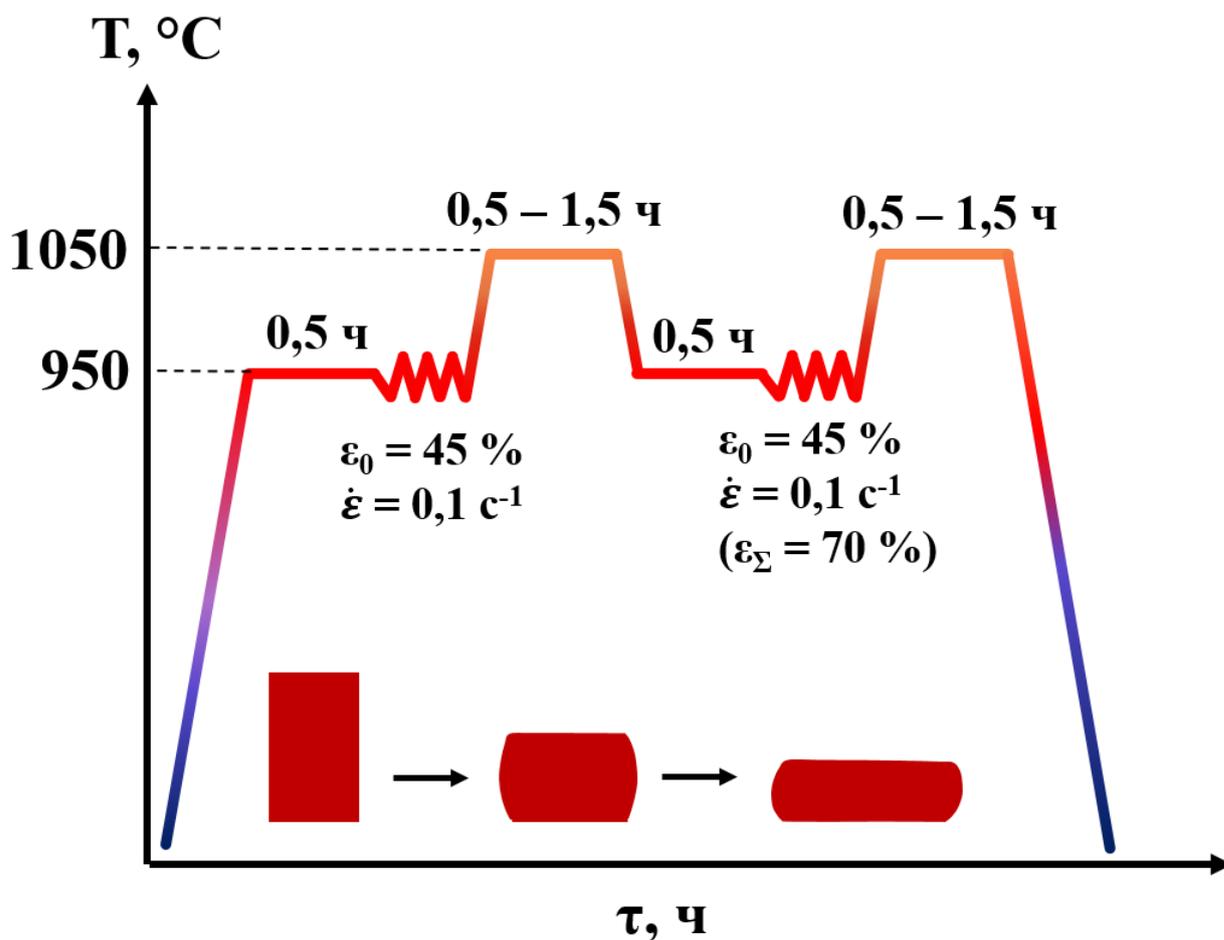


Рисунок 53 – Схема двухступенчатого режима горячей осадки с промежуточными выдержками при повышенной температуре

Макроструктура образца, осаженого по такому режиму до степени осадки в 70 %, не содержит зон локализованной деформации, весь объём деформированного материала подвергается рекристаллизации, зерно во всем объёме деформированного металла имеет одинаковый размер (рис. 54 а, б). Для сравнения приведена структура центральной зоны образца, осаженого при той же температуре 950 °С за одну ступень с последующим рекристаллизационным отжигом (рис. 54 в).

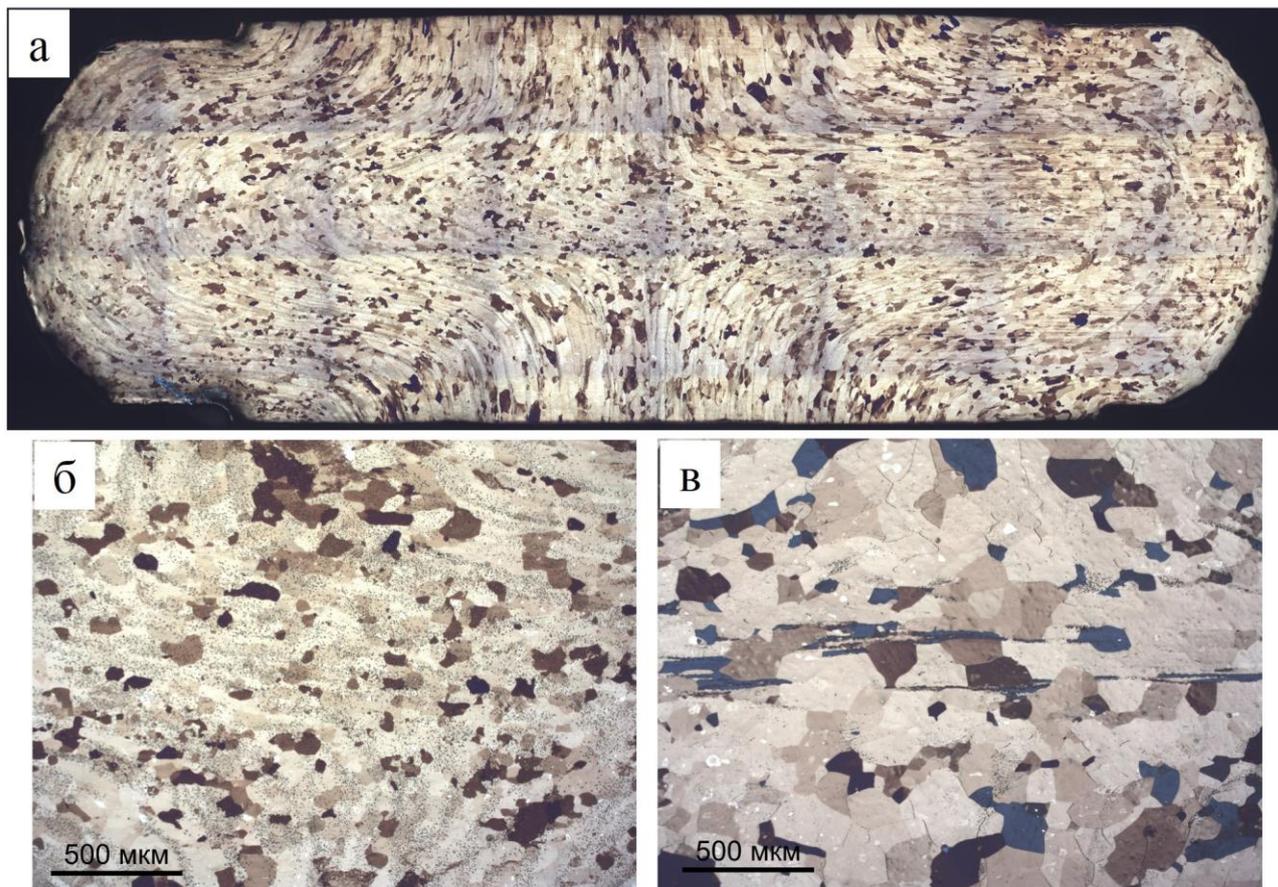


Рисунок 54 – Макро и микроструктура сплава ВТИ-4 после осадки по режиму: а), б) двухступенчатый режим с промежуточными выдержками (макро и центр); в) центр образца после осадки при 950 °С до 70 % и выдержки 1010 °С, 30 мин.

Режим двухступенчатой осадки с промежуточным отжигами позволяет избавиться от центральной зоны локализованной деформации, обладающей острой текстурой. Рекристаллизации при этом не подвергаются застойные зоны, однако это не является проблемой по двум причинам. Во-первых, зерно осаживаемого полуфабриката должно измельчаться до необходимого размера на предыдущих стадиях всестороннейковки. Осадка при

этом не преследует цель измельчения зерна, а только лишь формообразования. Во-вторых, зерна деформированных областей можно дорастить до размеров зёрен застойной зоны, изменяя длительность выдержки при рекристаллизационном отжиге. Как показали эксперименты, размеры зёрен в застойных зонах при температурах 1020 – 1050 °С значительно не увеличиваются.

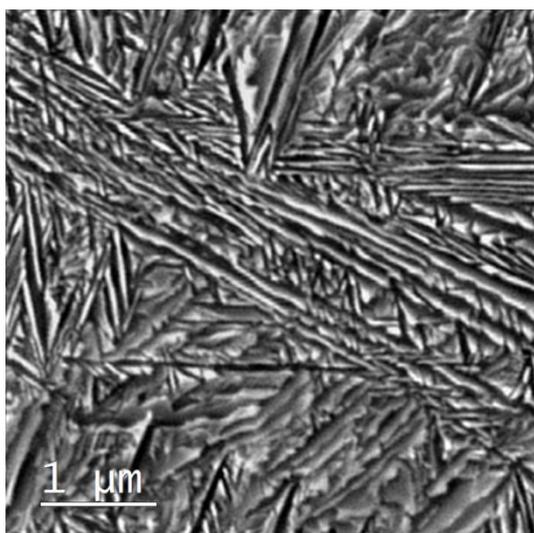
Эффективность рекомендаций по проведению горячей осадки сплава ВТИ-4, приведённых на странице 114, была проверена в условиях предприятия ПАО «Русполимет» (г. Кулебаки) в рамках проведения опытно-технологических работ по корректировке режима горячей осадки заготовок для раскатных колец, используемых для изготовления деталей КВД. По результатам металлографического контроля полученных заготовок было выявлено повышение макроструктурной однородности, что свидетельствует о потенциальной применимости предлагаемых рекомендаций в заводских условиях. По результатам работы был получен Акт об использовании результатов диссертационной работы (Приложение 1).

Несмотря на эффективность в получении однородного полуфабриката, у режима есть некоторые особенности с технологической точки зрения. Для осуществления осадки по предложенному режиму необходимо использование двух печей: одна, нагретая на температуру осадки (950 °С), вторая – на температуру отжига (1030 – 1050 °С). Также перед второй ступенью осадки требуется нетипичная операция охлаждения с 1050 °С до 950 °С с достижением равномерного распределения температуры перед осадкой. Однако, указанные особенности не являются проблемой в условиях современного производства и могут быть учтены при выполнении опытно-технологических работ.

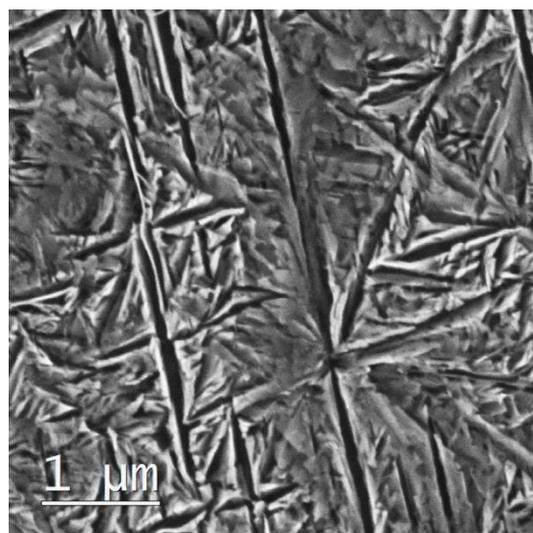
### 5.3 Влияние деформации на рост О-фазы при старении

После осадки сплава ВТИ-4 при 1010 °С до степеней деформации 30 % и 70 % было проведено старение при температуре 700 °С. Такое же старение было проведено на недеформированных образцах после выдержки при 1010 °С с последующей закалкой в воду и охлаждением на воздухе. Время выдержки при старении для каждого исходного состояния составило 0,5, 1,5 и 4,5 часа.

На рисунке 55 представлены структуры сплава после старения в течение 4,5 часов. Наблюдается значительное различие в размерах пластин О-фазы между образцами после деформации и не подвергшимися деформации. Наименьший размер в 1,3 мкм по длинной стороне соответствует старению после деформации до 30 % (рис. 55 г). Размер пластин после закалки в воду и 4,5 часов старения достигает 6,5 мкм. Изменение размеров со временем выдержки при 700 °С показано на рисунке 56 а. Наибольшую стабильность структуры при старении проявляет материал после осадки до 70 %, в котором уже после 30 мин старения не происходит роста О-фазы. Структура, образующаяся при старении после закалки в воду или охлаждения на воздухе без предварительной деформации, склонна к более выраженному росту О-фазы даже после 1,5 часов выдержки.

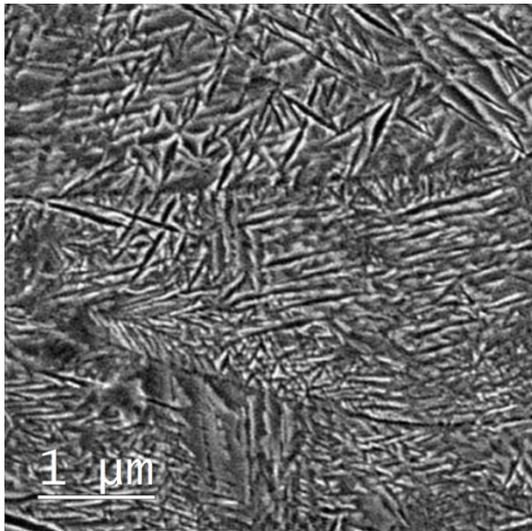


а

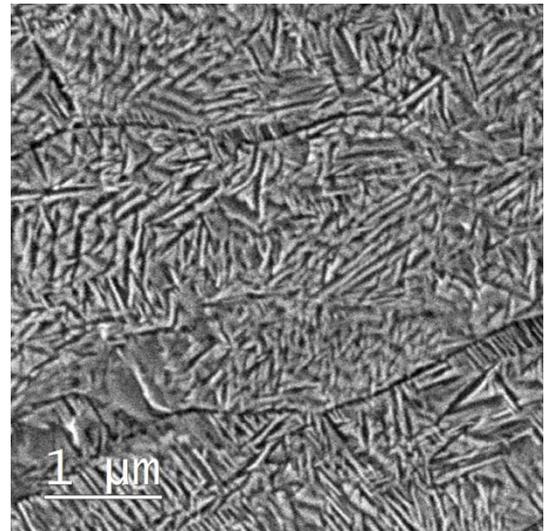


б

Рисунок 55 – Структура сплава после старения 700 °С, 4,5 часа при различной предварительной ТМО: а) 1010 °С, 90 мин, вода; б) 1010 °С, 90 мин, воздух;



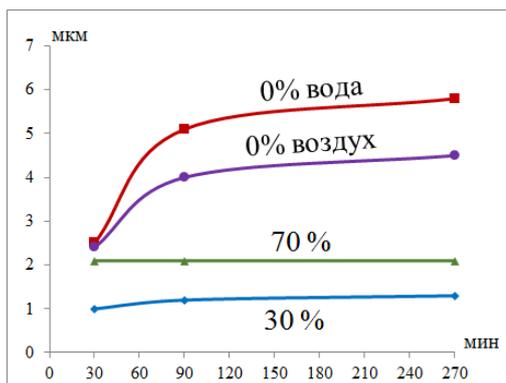
В



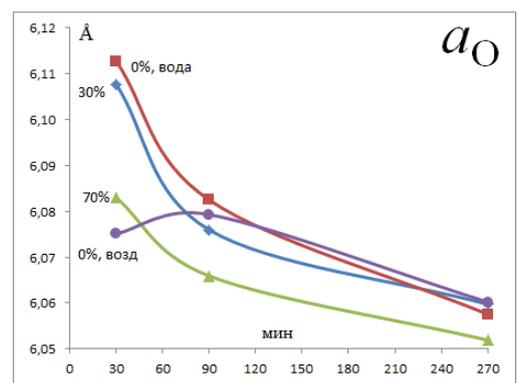
Г

Рисунок 55 (продолжение) – Структура сплава после старения 700 °С, 4,5 часа при различной предварительной ТМО:

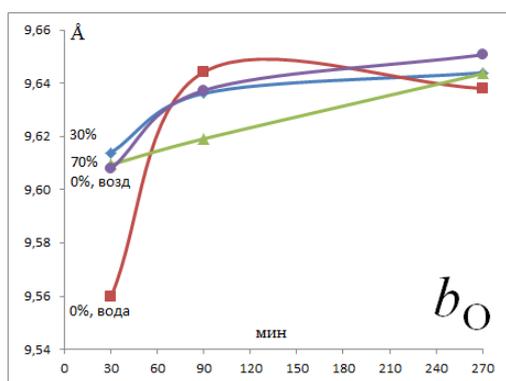
в) осадка 1010 °С, 70 %, 2,5 с<sup>-1</sup>, вода; г) осадка 1010 °С, 30 %, 2,5 с<sup>-1</sup>, вода



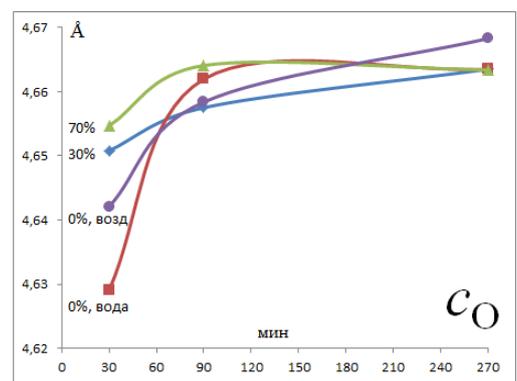
а



б



в



г

Рисунок 56 – Количественные параметры структуры сплава ВТИ-4 после старения при 700 °С: а) размеры пластин О-фазы; б) – г) параметры кристаллической решётки О-фазы

Размеры пластин О-фазы после старения при 700 °С деформированного сплава ВТИ-4 значительно меньше размеров пластин в недеформированном состоянии. Сдерживание роста пластин О-фазы обусловлено наличием в деформированном материале большого количества малоугловых границ, сформированных в процессе динамического и статического возврата после горячей осадки. Пластина О-фазы прерывает свой рост в том случае, если её границы доходят до мало- или высокоугловых границ или межфазной границы с другой пластиной О-фазы. Единичные краевые дислокации, как области повышенной скорости диффузии, могут лишь служить центрами зародышеобразования, но не препятствием для роста, т.к. отдельная дислокация не создаёт значительной разориентировки ( $> 1^\circ$ ) кристаллической решётки.

Средний размер субзёрен после деформации при 1010 °С до 70 % составил 2,5 мкм. Это значение соотносится с максимальным размером длины пластин О-фазы в 2 мкм после старения при 700 °С (рис. 56 а). Отсутствие роста после 30 мин обусловлено именно размерами субзёрен, сформированных во время горячей деформации. При переходе фронта роста через субграницу, пластина О-фазы претерпевает разворот и воспринимается на изображении как отдельная пластина.

В недеформированном закалённом материале рост пластин при увеличении времени старения не останавливается, т.к. в этом состоянии отсутствует развитая субзёрённая структура. Единственными препятствиями для роста О-фазы служат высокоугловые границы зёрен размером 140 мкм и межфазные границы соседних пластин.

Через 4,5 часа старения параметр  $a$  О-фазы во всех состояниях уменьшается до примерно одинакового значения 6,06 Å (рис. 56 б). В то же время параметры  $b$  и  $c$ , наоборот, возрастают до схожих во всех состояниях значений, 9,64 Å и 4,66 Å соответственно (рис. 56 в, г).

Изменение параметров кристаллической решётки О-фазы является чувствительным показателем интенсивности процесса старения. Диффузионные потоки ниобия, титана и алюминия идущие обеспечивают

движение межфазной границы и рост интерметаллидной О-фазы. Постепенное перераспределение Nb, Ti и Al приводит к изменению параметров кристаллической решётки О-фазы в сторону равновесного состояния, соответствующего полному упорядочению атомов. По этой причине через достаточное время выдержки О-фаза имеет одни и те же параметры вне зависимости от исходного состояния твердого раствора.

Таким образом, процесс старения в значительной степени зависит от состояния сплава, зафиксированного после горячей деформации. Наличие большого количества малоугловых границ, образованных в результате динамического возврата, оказывает сдерживающее влияние на рост О-фазы при старении. Состояние твердого раствора после деформации, в том числе дислокационная плотность могут оказывать влияние на параметры решётки О-фазы на начальной стадии старения. Однако при достаточном времени выдержки разница в параметрах нивелируется, как результат достижения равновесного состояния фазы.

## **ВЫВОДЫ ПО ГЛАВЕ 5**

Температура горячей осадки оказывает значительное влияние как на поведение материала в процессе деформации, так и при последующей термической обработке. На примере сплава ВТИ-4 было показано следующее:

1. Рекристаллизационный отжиг при 1010 °С с зарождением и ростом новых зёрен в сплаве ВТИ-4 происходит только после осадки при относительно низких температурах: 850 °С, 910 °С и 950 °С. Повышение температуры осадки не позволяет при последующем отжиге реализовать механизм первичной рекристаллизации. После осадки при 1020 °С и выше последующий отжиг не приводит к восстановлению равноосной формы зерна и бестекстурному состоянию.
2. Деформация до относительной степени осадки в 70 % при температурах 910 °С и 950 °С приводит к образованию зон локализации деформации,

которые не могут быть устранены при последующем отжиге. Основная причина заключается в чрезмерном разупрочнении центральных зон в процессе горячей осадки.

3. Старение деформированного материала приводит к образованию более дисперсной интерметаллидной О-фазы по сравнению с недеформированным материалом. Основным сдерживающим фактором является развитая субзеренная структура деформированного материала. Максимальные размеры пластинчатой фазы не превышают размеров сформированных субзерен.

На основе проведённых исследований была составлена карта рекристаллизации центральной зоны локализованной деформации и разработан режим двухступенчатой горячей осадки сплава ВТИ-4 до относительной деформации в 70%. Предложенный режим горячей осадки при 950 °С с промежуточными подогревами до 1050 °С позволяет получить однородную структуру с одинаковым размером зерна и избежать образования центральных зон локализованной деформации.

## ВЫВОДЫ ПО РАБОТЕ

В настоящей работе была поставлена цель установить механизмы процессов, происходящих во время горячей деформации и последующей термической обработки интерметаллидного титанового сплава ВТИ-4. Важность понимания механизмов изменения структуры и фазового состава в процессе деформации и термообработки обусловлена существующим технологическим процессом изготовления изделий из сплава ВТИ-4, а также его аналогов.

Результаты, полученные в настоящей работе, свидетельствуют о необходимости правильного выбора температурного диапазона деформации и количества ступеней, при которых достигается равномерная проработка всего объёма материала. Не менее важно организовать оптимальный режим последующей термической обработки, при котором возможно устранение сформировавшихся структурных неоднородностей. Задачи, решённые в этой работе, могут помочь технологам и разработчикам интерметаллидных титановых сплавов решить ряд вопросов, возникающих при термомеханической обработке. Так в работе были рассмотрены и решены следующие проблемы:

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 O-фазы и переходом в промежуточную однофазную  $\beta$ -область. Доказано, что реакции растворения O-фазы ( $\beta + O \rightarrow \beta$ ) и выделения  $\alpha_2$ -фазы ( $\beta \rightarrow \beta + \alpha_2$ ) происходят в неперекрывающихся температурных диапазонах, разделённых узкой однофазной  $\beta$ -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  $\beta$ -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  $\beta$ -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.

- б. Разработан и опробован режим горячей двухступенчатой осадки сплава ВТИ-4 при 950 °С, включающий промежуточные нагревы до 1050 °С для восстановления зёрновой структуры и бестекстурного состояния. Предложенный режим позволяет производить осадку до 70 %, получая однородную структуру по сечению образца без текстурных неоднородностей.

Полученные результаты имеют как научное значение с точки зрения понимания механизмов изменения структурно-фазового состояния, так и прикладное значение. Понимание процессов, происходящих в сплаве, позволит скорректировать уже имеющиеся технологические процессы обработки интерметаллидных титановых сплавов, а также выработать новые подходы к разработке технологических режимов на основе анализа структурных изменений.

## СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Banerjee D., Nandy T.K., Gogia A.K. Site occupation in the ordered beta phase of ternary Ti-Al-Nb alloys // Scripta Metal. 1987. Vol. 21. P. 597-600 .
2. Tretyachenko L. Al-Nb-Ti Ternary Phase Diagram Evaluation / Landolt-Bornstein New Series IV. Vol 11A3. G. Effenberg and S. Ilyenko, Ed., 2005. P. 334-379 .
3. Bendersky L.A., Boettinger W.J., Roytburd A. Coherent precipitates in the B.C.C./orthorhombic two-phase field of the Ti-Al-Nb system // Acta Metallurgica et Materialia. 1991. Vol. 39. No. 8. P. 1959-1969 .
4. Bendersky L.A., Roytburd A., Boettinger W.J. Transformation of BCC and B2 high temperature phase to HCP and orthorhombic structure in the Ti-Al-Nb system. Part I: Microstructural prediction based on subgroup relation between phases // Journal of research of the National Institute of Standards and Technology. 1993. Vol. 98. No. 5. P. 561-583.
5. Bendersky L.A., Roytburd A., Boettinger W.J. Phase transformations in the (Ti, Al)<sub>3</sub>Nb section of the Ti-Al-Nb system. I. Microstructural predictions based on a subgroup relations between phases // Acta Metallurgica et Materialia. 1994. Vol. 42. № 7. P. 2323-2335.
6. Kumpfert J. Intermetallic alloys based on orthorhombic titanium aluminide // Advanced engineering materials. 2001. 3. No. 11. P. 851-864 .
7. Boehlert C.J., Majumdar B.S., Seetharaman V., Miracle D.B. Part I. The Microstructural Evolution in Ti-Al-Nb O + Bcc Orthorhombic Alloys // Metallurgical and materials Transactions A. 1999. Vol. 30A. P. 3 – 22 .
8. Boehlert C.J. Part II. The creep behavior of Ti-Al-Nb O + Bcc Orthorhombic alloys. //Metallurgical and Materials Transaction A. 1999. Vol. 30. P. 2349-2367 .
9. Boehlert C.J. Part III. The tensile behavior of Ti-Al-Nb O + Bcc Orthorhombic alloys // Metallurgical and Materials Transaction A. 2001. Vol. 32A. P. 1977-1988 .
10. Lasamonie A. Intermetallics: Why is it so difficult to introduce them in gas turbine engines? // Intermetallics. 2006. 14. P. 1123 – 1129 .

11. Sun Y., Feng X., Hu L., Zhang L., Zhang H. Characterization on hot deformation behavior of Ti-22Al-25Nb alloy using a combination of 3D processing maps and finite element simulation method // *Journal of Alloys and Compounds*. 2018. Vol. 753. P. 256-271 .
12. Sun Y., Zeng W., Ma X., Xu B., Liang X., Zhang J. A hybrid approach for processing parameters optimization of Ti-22Al-25Nb alloy during hot deformation using artificial neural network and genetic algorithm // *Intermetallics*. 2011. Vol. 19. P. 1014-1019 .
13. Zhang Y., Feng A., Qu S., Shen J., Chen D. Microstructure and low cycle fatigue of a Ti<sub>2</sub>AlNb-based lightweight alloy // *Journal of Materials Science and Technology*. 2020. Vol. 44. P.140-147 .
14. Li M., Cai Q., Liu Y., Ma Z., Wang Z., Huang Y., Yu J. Dual structure O + B<sub>2</sub> for enhancement of hardness in furnace-cooled Ti<sub>2</sub>AlNb-based alloys by powder metallurgy // *Advanced Powder Technology*. 2017. Is. 7. P. 1719 – 1726 .
15. Lu Z.H., Wu J., Guo R.P., Xu L., Yang R. Hot deformation mechanism and ring rolling behavior of powder metallurgy Ti<sub>2</sub>AlNb intermetallics // *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. 2017. Vol. 30. No. 7. P. 621-269 .
16. Zhang Y., Liu Y., Yu L., Liang H., Huang Y., Ma Z. Microstructures and tensile properties of Ti<sub>2</sub>AlNb and Mo-modified Ti<sub>2</sub>AlNb alloys fabricated by hot isostatic pressing // *Materials Science & Engineering A*. 2020. Vol. 776. Art. 139043 .
17. Zhang H., Yan N., Liang H., Liu Y. Phase transformation and microstructure control of Ti<sub>2</sub>AlNb-based alloys: a review // *Journal of Materials Science and Technology*. 2021. Vol. 80. P. P. 203-216 .
18. Pathak A., Singh A.K. A first principles study of Ti<sub>2</sub>AlNb intermetallic // *Solid State Communication*. 2015. 204. P. 9-15 .
19. Huang Y., Liu Y., Li C., Ma Z., Yu L., Li H. Microstructure evolution and phase transformations in Ti-22Al-25Nb alloys tailored by super-transus solution treatment // *Vacuum*. 2019. Vol. 161. P. 209-219 .
20. Raghavan V. Al-Nb-Ti (Aluminium-Niobium-Titanium) // *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 2005. Vol. 26. P. 360 – 368 .

21. Kestner-Weykamp H.T., Ward C.H., Broderick, Kaufman M.J. Microstructure and phase relationships in the Ti<sub>3</sub>Al+Nb system // Scripta Metallurgica. 1989. Vol. 23. P. 1697-1702 .
22. Казанцева Н.В., Сазонова В.А., Лыжина Г.А. Исследование влияния температуры отжига на дальний порядок В2-фазы в сплаве Ti-Al-Nb(Zr, Mo) // Физика металлов и металловедение. 2006. Т. 102. №3. С. 310-315 .
23. Esin V.A., Mallick R., Dade M., Denand B., Delfosse J., Sallot P. Combined synchrotron X-ray diffraction, dilatometry and electrical resistivity in situ study of phase transformations in a Ti<sub>2</sub>AlNb alloy // Materials Characterization. 2020. Vol. 169. Art. 110654.
24. Bendersky L.A., Roytburd A., Boettinger W.J. Phase transformations in the (Ti, Al)<sub>3</sub>Nb section of the Ti-Al-Nb system. II. Experimental TEM study of microstructures // Acta Metallurgica et Materiala. 1994. Vol. 42. № 7. P. 2337-2352 .
25. Ren X., Hagiwara M. Displacive precursor phenomena in Ti-22Al-27Nb intermetallic compound prior to diffusional transformation // Acta Mater. 2001. Vol. 49. P. 3971-3980 .
26. Попов А.А., Илларионов А.Г., Гриб С.В., Демаков С.Л., Карабаналов М.С., Елкина О.А. Фазовые и структурные превращения в сплаве на основе орторомбического алюминиды титана // Физика металлов и металловедение. 2008. Т. 106. №4. С. 414-425 .
27. Wang W., Zeng W., Li D., Zhu B., Zheng Y., Liang X. Microstructural evolution and tensile behavior of Ti<sub>2</sub>AlNb alloys based  $\alpha_2$ -phase decomposition // Material Science&Engineering A. 2016. Vol. 662. P. 120-128 .
28. Konitzer D.G., Jones I.P., Fraser H.L. Site occupancy in solid solution of Nb in the Intermetallic compound TiAl and Ti<sub>3</sub>Al // Scripta Metallurgica. 1986. Vol. 20. P. 265-268 .
29. Yang S.J., Nam S.W., Hagiwara M. Phase identification and effect of W on the microstructure and micro-hardness of Ti AlNb-based intermetallic alloys // Journal of Alloys and Compounds. 2003. Vol. 350. P. 280-287 .

30. Shao B., Zong Y., Wen D., Tian Y., Shan D. Investigation of the phase transformations in Ti-22Al-25Nb alloy // *Materials Characterization*. 2016. Vol. 114. P. 75-78 .
31. Emura S., Araoka A., Hagiwara M. B2 grain size refinement and its effect on room temperature tensile properties of a Ti-22Al-27Nb orthorhombic intermetallic alloy // *Scripta Materialia*. 2003. Vol. 48. P. 629-634 .
32. Xue C., Zeng W., Xu B., Liang X., Zhang J., Li S. B2 grain growth and particle pinning effect of Ti-22Al-25Nb orthorhombic intermetallic alloy during heating process // *Intermetallics*. 2012. Vol. 29. P. 41-47 .
33. Jia J., Lu C., Yang Z., Sun W., Xu Y., Liu H., Yang Y. Microstructure evolution, B2 grain size uniformity and performance of a powder metallurgy Ti-22Al-25Nb alloy during solution treatment // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2019. Vol. 28. P. 7364-7378.
34. Muraleedharan K., Nandy T. K., Banerjee D., Lele S. Phase stability and ordering behavior phase in Ti-Al-Nb alloys // *Intermetallics*. 1995. Vol. 3. P. 187-199 .
35. Wu Y., Yang D. Z., Song G. M. The formation mechanism of the O phase in a Ti3Al-Nb alloy // *Intermetallics*. 2000. Vol. 8. P. 629-632 .
36. Wang W., Zeng W., Xue C., Liang X., Zhang J. Quantitative analysis of the effect of heat treatment on microstructural evolution and microhardness of an isothermally forged Ti-22Al-25Nb (at.%) orthorhombic alloy // *Intermetallics*. 2014. Vol. 45. P. 29
37. Wen Y. H., Wang Y., Bendersky L. A., Chen L. Q. Microstructural evolution during the  $\alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + O$  transformation in Ti-Al-Nb alloys: phase-field simulation and experimental validation // *Acta Materialia*. 2000. Vol. 48. P. 4125-4135 .
38. Shao Z.J., Li Y., Zhou B., He X.C., Zhang S.Z., Xu L. Effect of phase transition caused by different treatment process on mechanical properties of powder metallurgy Ti-22Al-24Nb-0.5Mo (at.%) alloys // *Materials Characterization*. 2020. Vol. 159. Art. 110022.
39. Banerjee D., Gogia A.K., Nandi T.K., Joshi V.A. A new ordered orthorhombic phase in a Ti3Al-Nb alloy // *Acta Metallurgica*. 1988. Vol. 36. No. 4. P. 871-882 .

40. Wang W., Zeng W., Liu Y., Xie G., Liang X. Microstructural evolution and mechanical properties of Ti-22Al-25Nb (At.%) orthorhombic alloy with three typical microstructures // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2018. Vol. 27. P. 293-303 .
41. Хаджиева О.Г., Илларионов А.Г., Попов А.А. Влияние старения на структуру и свойства закалённого сплава на основе орторомбического алюминиды титана (Ti<sub>2</sub>AlNb) // *Физика металлов и металловедение*. 2014 Т. 115. № 1. С. 14 – 22 .
42. Mozer B., Bendersky L.A., Boettinger W.J. Neutron powder diffraction study of the orthorhombic Ti<sub>2</sub>AlNb phase // *Scripta Metallurgica et Materialia*. 1990. Vol. 24. P. 2363-2368 .
43. Wang W., Zeng W., Xue C., Liang X., Zhang J. Microstructure control and mechanical properties from isothermal forging and heat treatment of Ti-22Al-25Nb (at.%) orthorhombic alloy // *Intermetallics*. 2015. Vol. 56. P. 79-86 .
44. Zhang H., Li C., Ma Z., Huang Y., Yu L., Liu Y. Static coarsening behavior of a pre-deformed Ti<sub>2</sub>AlNb-based alloy during heat treatment // *Vacuum*. 2019. Vol. 169. Art. 108934 .
45. Yang J., Cai Q., Ma Z., Huang Y., Yu L., Li H., Liu Y. Effect of W addition on phase transformation and microstructure of powder metallurgic Ti-22Al-25Nb alloys during quenching and furnace cooling // *Chinese Journal of Aeronautics*. 2019. Vol. 32. P. 1343-1351.
46. Zhang Y., Cai Q., Liu Y. Formation of diverse B<sub>2</sub>+O structure and hardness of Mo-modified Ti-22Al-25Nb alloys upon cooling // *Vacuum*. 2019. Vol. 165. P. 199-206 .
47. Zhao X.H., Liu Y.T., Ye C., Zhang Y.Z. Effects of heat treatment on microstructure and microhardness of laser melting deposited Ti-22Al-25Nb alloy // *Materials Research Innovations*. 2015. Vol. 19. P. 823-829 .
48. Chen W., Chen Z.Y., Wu C.C., Li J.W., Tang Z.Y., Wang Q.J. The effect of annealing on microstructure and tensile properties of Ti-22Al-25Nb electron beam weld joint // *Intermetallics*. 2016. Vol. 75. P. 8-14 .

49. Физическое металловедение. Том 2: Фазовые превращения в металлах и сплавах и сплавы с особыми физическими свойствами. / Кан Р.У., Хаазен П., М.: Металлургия, 1987, 624 с. .
50. Александров В.К., Аношкин Н.Ф., Бочвар Г.А. и др. Полуфабрикаты из титановых сплавов. 1979. М. "Металлургия". 512 с .
51. Dey S.R., Suwas S., Fundenberger J.J., Ray R.K. Evolution of crystallographic texture and microstructure in the orthorhombic phase of a two-phase alloy Ti-22Al-25Nb // *Intermetallics*. 2009. Vol. 17. P. 622-633 .
52. Yang J., Wang G., Jiao X., Li Y., Zhang K. Dynamic spheroidisation behaviour of the lamellar Ti-22Al-25Nb alloy during hot compression // *Materials Science and Technology*. 2018. Vol. 34. Is. 8. P. 961-967 .
53. Zhang H.Y., Li C., Ma Z.Q., Yu L.M., Li H.J., Liu Y.C. Morphology and quantitative analysis of O phase during heat treatment of hot-deformed Ti<sub>2</sub>AlNb-based alloy // *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*. 2018. Vol. 25. No. 10. P. 1191-1200.
54. Zhang H., Li H., Guo Q., Liu Y., Yu L. Hot deformation behavior of Ti-22Al-25Nb alloy by processing maps and kinetic analysis // *Journal of Materials Research*. 2016. Vol. 31. Is. 12. P. 1764-1772 .
55. Jia J., Zhang K., Lu Z. Dynamic globularization kinetics of a powder metallurgy Ti-22Al-25Nb alloy with initial lamellar microstructure during hot compression // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 617. P. 429-436 .
56. Lin P., He Z., Yuan S., Shen J., Huang Y., Liang X. Instability of the O-phase in Ti-22Al-25Nb alloy during elevated-temperature deformation // *Journal of Alloys and Compounds*. 2013. Vol. 578. P. 96-102 .
57. Tang F., Emura S., Hagiwara M. Tensile properties of tungsten-modified Orthorhombic Ti-22Al-20Nb-2W alloy // *Scripta Materialia*. 2001. Vol. 44. P. 671-676 .
58. Chen X., Xie F.Q., Ma T.J., Li W.Y., Wu X.Q. Microstructure evolution and mechanical properties of linear friction welded Ti<sub>2</sub>AlNb alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2015. 646. P. 490-496 .

59. Wang W., Zeng W., Sun Y., Zhou H., Liang X. Microstructure, tensile, and creep behaviors of Ti-22Al-25Nb (at.%) orthorhombic alloy with equiaxed microstructure // *Materials*. 2018. Vol. 11. Art. 1244 .
60. Boehlert C.J. The effect of forging and rolling on microstructure in O+BCC TiAlNb alloys // *Materials science and Engineering: A*. 2000. Vol. 279(1). P. 118-129
61. Peng J., Mao Y., Li S., Sun X. Microstructure controlling by heat treatment and complex processing for Ti<sub>2</sub>AlNb based alloys // *Materials Science and Engineering A*. 2001. Vol. 299. P. 75–80 .
62. Ma X., Zeng W., Xu B., Sun Y., Xue C., Han Y. Characterization of the hot deformation behavior of a Ti<sub>22</sub>Al<sub>25</sub>Nb alloy using processing maps based on the Murty criterion // *Intermetallics*. 2012. Vol. 20. P. 1-7 .
63. Рекристаллизация металлов и сплавов. / Горелик С.С., Добаткин С.В., Капуткина Л.М., М.: МИСиС, 2005, 432 с. .
64. Yang J., Wang G., Jiao X., Li Y., Liu Q. High-temperature deformation behavior of the extruded Ti-22Al-25Nb alloy fabricated by powder metallurgy // *Materials Characterization*. 2018. Vol. 137. P. 170-179 .
65. Jia J., Zhang K., Liu L., Wu F. Hot deformation behavior and processing map of a powder metallurgy Ti–22Al–25Nb alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2014. Vol. 600. P. 215-221 .
66. Zhang Q.C., Chen M.H., Wang H., Wang N., Ouyang J.D., Li X.X. Thermal deformation behavior and mechanism of intermetallic alloy Ti<sub>2</sub>AlNb // *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*. 2016. Vol. 26. P. 722 – 728 .
67. Jia J., Yang Y., Xu Y., Xu B., Luo J., Zhang K. Microstructure evolution and dynamic recrystallization behavior of a powder metallurgy Ti-22Al-25Nb alloy during hot compression // *Materials Characterization*. 2017. Vol. 123. P. 198-206 .
68. Кондратьев Н.С., Трусов П.В. Механизмы образования зародышей рекристаллизации в металлах при термомеханической обработке // *Вестник ПНИПУ. Механика*. 2016. № 4. С. 151 - 174 .

69. Wu Y., Kou H., Wu Z., Tang B., Li J. Dynamic recrystallization and texture evolution of Ti-22Al-25Nb alloy during plane-strain compression // *Journal of Alloys and Compounds*. 2018. Vol. 749. P. 844-852.
70. Zhang H., Zhang Y., Liang H., Yu L., Liu Y. Effect of the primary O phase on thermal deformation behavior of a Ti<sub>2</sub>AlNb-based alloy // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 846. Art. 156458.
71. Zheng Y., Zeng W., Zhao Q., Li D., Ma X., Liang X., Zhang J. Deformation and microstructure evolution above the B2 transus of Ti-22Al-25Nb (at.%) orthorhombic alloy // *Materials Science & Engineering A*. 2018. Vol. 710. P. 164-171 .
72. Kong B., Liu G., Wang D., Wang D., Wang K., Yuan S. Microstructural investigations for laser welded joints of Ti-22Al-25Nb alloy sheets upon large deformation at elevated temperature // *Materials and Design*. 2016. Vol. 90. P. 723-732 .
73. Gourdet S., Montheillet F. An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminium // *Materials Science and Engineering A*. 2000. Vol. 283. P. 274-288 .
74. Lin P., He Z., Yuan S., Shen J. Tensile deformation behavior of Ti-22Al-25Nb alloy at elevated temperatures // *Material Science and Engineering A*. 2012. Vol. 556. P. 617-624 .
75. Новиков И.И. Теория термической обработки металлов / Учебник для вузов. 4-е изд. 1986. Металлография. 480 с.
76. Bobbili R., Madhu V. Physically-based constitutive model for flow behavior of a Ti-22Al-25Nb alloy at high strain rates // *Journal of Alloys and Compounds*. 2018. Vol. 762. P. 842-848 .
77. Zhang Y., Cai Q., Ma Z., Li C., Yu L., Liu Y. Solution treatment for enhanced hardness in Mo-modified Ti<sub>2</sub>AlNb-based alloys // *Journal of Alloys and Compounds*. 2019. Vol. 805. P. 1184-1190 .
78. Диаграммы состояния двойных и тройных систем. Учебное пособие для вузов. / Захаров А.М., М.: Металлургия, 1990, 240 с .

79. Горелик С.С. Рекристаллизация металлов и сплавов. 2-е изд. М., «Металлургия», 1978. 568 с .
80. Физическое металловедение. Том 3. Физико-механические свойства металлов и сплавов. / Кан Р.У. Хаазен П. М.: Metallurgiya, 1987, 661 с.
81. Zhao Q., Lv M., Cui Z. Investigation on transformation-related recrystallization behavior of Ti<sub>2</sub>AlNb-based alloy // *Intermetallics*. 2021. Vol. 138. Art. 107302 .
82. Zhang H., Yang M., Xu Y. Sun C., Chen G., Han F. Constitutive behavior and hot workability of a hot isostatic pressed Ti-22Al-25Nb alloy during hot compression // *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2019. Vol. 28(11). P. 6816 – 6826 .
83. Cao Y., Ni S., Liao X., Song M., Zhu Y. Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation // *Materials Science and Engineering R*. 2018. Vol. 133. P. 1 – 59 .
84. Казанцева Н.В., Демаков С.Л., Попов А.А. Микроструктура и пластическая деформация орторомбических алюминидов титана Ti<sub>2</sub>AlNb. III. Образование двойников превращения при фазовом переходе B2→O // *Физика металлов и металловедение*. 2007. т. 103. №4. С. 395-405 .
85. Aaron Н.В., Kotler G.R. Second phase dissolution // *Metallurgical Transactions*. 1971. Vol. 2. P. 393 - 408 .
86. Каблов Е.Н., Оспенникова О.Г., Кучеряев В.В., Розененкова В.А., Миронова Н.А., Капитаненко Д.В. Термомеханическое поведение интерметаллидных сплавов систем Ni-Al-Co и Ti-Al-Nb при изотермической деформации // *Письма о материалах*. 2016. №6. С.189-194. .
87. Prasad Y.V.R.K., Gegel H.L., Doraivelu S.M., Malas J.C., Morgan J.T., Lark K.A., Barker D.R. Modeling of dynamic behavior in hot deformation: forging of Ti-6242 // *Metallurgical Transaction A*. 1984. Vol. 15A. P. 1883 – 1892 .
88. Уравнения и краевые задачи теории пластичности и ползучести. Справочное пособие. / Писаренко Г.С., Можаровский Н.С. Киев.: Наук. думка, 1981, 496 с .

89. Lewandowski J.J., Lowhaphandu P. Effects of hydrostatic pressure on mechanical behaviour and deformation processing of materials // *International Materials Reviews*. 1998. Vol. 43. No. 5. P. 145 – 187 .
90. Высокотемпературная пластичность кристаллических тел. / Пуарье Ж.П., М.: Металлургия, 1982, 272 с. .
91. Физические основы пластической деформации. Учебное пособие для вузов. / Полухин П.И., Горелик С.С., Воронцов В.К. М.: Металлургия, 1982, 584 с. .
92. Сопротивление материалов: Учебник для вузов. / Александров А.В., Потапов В.Д., Державин Б.П. М.: Высш. шк., 2003, 560 с .
93. 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 .
94. Fernández D.S., Wynne B.P., Crawforth P., Fox K., Jackson M. The effect of forging texture and machining parameters on the fatigue performance of titanium alloy disc components // *International Journal of Fatigue*. 2021. Vol. 142. Art. 105949 .

УТВЕРЖДАЮ

Технический директор  
ПАО «РУСПОЛИМЕТ»



05 2022 г.

**АКТ**

о внедрении (использовании) результатов  
диссертационной работы Заводова Адриана Валентиновича  
на тему «Фазовые и структурные превращения в сплаве ВТИ-4 на основе  
интерметаллида  $Ti_2AlNb$  при горячей деформации и последующей  
термической обработке»

Диссертация Заводова А.В. на соискание ученой степени кандидата технических наук посвящена исследованиям внутренних превращений в интерметаллидной титановом сплаве ВТИ-4 в процессе горячей осадки. Отдельное внимание в работе уделено процессам локализации деформации при горячей осадке. При производстве крупногабаритных объёмных штамповок из интерметаллидных титановых сплавов на последних стадиях горячей осадки наблюдается проблема неравномерного распределения деформации, что приводит к структурной неоднородности и, как следствие, к разбросу механических свойств в высотном сечении. В работе приведены актуальные рекомендации по проведению операции горячей осадки сплава ВТИ-4 для снижения деформационной и структурной неоднородности. Предложенные в работе Заводова А.В. рекомендации позволили скорректировать режим горячей осадки заготовок для раскатных колец, используемых для изготовления деталей КВД.

Проведённые металлографический контроль и испытания механических свойств макротемпелетов выявили существенное уменьшение деформационной неоднородности и снижение разброса значений прочностных свойств в высотном сечении.

Начальник отдела НИОКР

A handwritten signature in blue ink, likely belonging to K.A. Minokov.

К.А. Минков