

ОТЗЫВ ОФИЦИАЛЬНОГО ОППОНЕНТА

Салищева Геннадия Алексеевича

на диссертационную работу Заводова Адриана Валентиновича
«Фазовые и структурные превращения в сплаве ВТИ-4 на основе интерметаллида Ti_2AlNb
при горячей деформации и последующей термической обработке», представленную на
соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. –
«Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Актуальность темы диссертации. Интерметаллидные титановые сплавы различных классов (на основе гамма (γ)-, альфа два (α_2)- и орторомбической (О) фаз) находят всё большее применение в авиационной и двигателестроительной отраслях благодаря уникальному сочетанию рабочих температур и удельного веса. Сплавы на основе α_2 - и О-фаз разработаны, как деформируемые, и занимают особое место с технологической точки зрения. Наличие обширной области существования β -фазы существенно облегчает их деформационную обработку. Однако необходимость регламентации структуры для получения требуемых эксплуатационных свойств переводит обработку в область присутствия малопластичных интерметаллидных фаз, что существенно сужает температурный интервал деформации и ограничивает допустимые до разрушения деформации. При этом принципиальным для интерметаллидных сплавов является использование таких режимов обработки, которые вели бы к формированию однородной микроструктуры, качественно влияющей на способность интерметаллидов к росту деформационного упрочнения и, следовательно, получению наиболее высоких значений прочности и пластичности. Также для реализации наиболее высокого уровня свойств в деформированных сплавах весьма важно установить влияние предварительной деформации на формирование структуры при термической обработке: закалке и старении. Вышесказанное, прежде всего, относится к сплавам на основе О-фазы, которые рассматриваются на сегодняшний момент в качестве материала для различных деталей газотурбинных двигателей. Следует отметить, что вопросы эволюции микроструктуры при горячей деформации, ее влияния на механические свойства, в том числе после термической обработки уже рассматривались в литературе. Однако полученные данные не позволяют дать в полной мере ответы на поставленные вопросы. В частности, остаются невыясненными особенности механизмов структурных и фазовых превращений, происходящих в процессе горячей деформации и термической обработки, факторы, влияющие на неоднородное распределение деформации.

Поэтому диссертационная работа Заводова А.В., посвященная исследованию эволюции структуры при горячей деформации и термической обработке, и установлению,

протекающих при этом структурных и фазовых превращений для разработки рекомендаций по изготовлению заготовок для раскатки колец из титанового ортосплава ВТИ-4 несомненно актуальна и представляет значительный научный и практический интерес.

Анализ содержания диссертации

Диссертационная работа изложена на 135 страницах, включая 56 рисунков, 9 таблиц. Диссертация состоит из введения, пяти глав, общих выводов и списка литературы из 96 наименований и 1 приложения.

Аннотация содержит краткое описание выполненной работы и основных результатов.

Во **введении** отображены основные этапы исследований и освоения интерметаллидных титановых орторомбических сплавов за период более 30 лет, обоснована актуальность и степень разработанности темы исследования, обозначены: цели, задачи работы, ее научная новизна, теоретическая и практическая значимость, методология и методы диссертационного исследования, основные положения, выносимые на защиту, степень достоверности диссертационного исследования, апробация его результатов, личный вклад соискателя, число публикаций по материалам работы.

В главе 1 «Обзор литературы» освещено состояние научных исследований по тематике диссертационной работы. Приведены характеристики интерметаллидных фаз В2, О и α_2 , реакции превращения их друг в друга; приведены данные по изменению структуры при термической обработке сплава и классификация типов структур. Отдельное внимание уделено процессу сфероидизации О-фазы при горячей деформации титановых ортосплавов, влиянию на него скорости и температуры деформации. Выполнен анализ результатов различных исследований по изменению морфологии частиц О-фазы в предварительно деформированных полуфабрикатах и при термической обработке. Сделан вывод о существенном влиянии деформации на формирование частиц глобулярной формы. Рассмотрено влияние различных структурных параметров на механические свойства титановых ортосплавов. Проанализировано деформационное поведение ортосплавов при различных скоростях и температурах нагружения.

В целом глава дает достаточное представление о направлениях работы и накопленных на настоящий момент данных по ее тематике. Сформулированы цель и задачи исследования.

В главе 2 «Объекты и методы исследования» представлены материалы исследования, термические обработки и методики исследования, приведены сведения об исследуемом сплаве, методике проведения горячей осадки и методах исследования структурно-фазового состояния.

В качестве материала исследования был выбран горячекатаный ортосплав ВТИ-4. Образцы, вырезанные из плиты, были подвергнуты испытанию на одноосное сжатие в изотермических условиях при температурах 850 – 1130 °С и скорости деформации 2,5 с⁻¹.

Исследование структуры и фазового состава проводили методами оптической, сканирующей с построением карт разориентации (EBSD), просвечивающей электронной микроскопии с построением карт распределения элементов, рентгеноструктурного анализа, дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Глава дает необходимое представление об исследуемых материалах, режимах их обработки и методах исследования.

В третьей главе представлены результаты исследований фазовых и структурных превращений сплава ВТИ-4 при нагреве в диапазоне 700 – 1200 °С. Исследование проводилось с использованием ДСК и метода пробных закалок с последующим анализом образовавшихся структур металлографическим и рентгеноструктурным анализом. Были определены критические точки превращений и фазовые области, что позволяет соотнести их с результатами исследования микроструктуры и механических свойств сплава. Обнаружено, что на кривых ДСК присутствует эндотермический эффект, соответствующий растворению О-фазы по реакции $\beta + O \rightarrow \beta$, который во многих работах связывают с переходом сплава из двухфазной области в трёхфазную по реакции $\beta + O \rightarrow \beta + O + \alpha_2$. Между тем в диссертации высказано суждение, что трехфазная область отсутствует, а при повышении температуры нагрева формируется после фазовой области $\beta + O$ однофазная β область с последующим образованием α_2 -фазы из твердого раствора β -фазы. Диссертант полагает, что этот факт подтверждается данными рентгеноструктурного анализа, который не фиксирует в этом температурном диапазоне каких-либо других фаз, кроме β -фазы. Между тем внимательное изучение микроструктуры образца, закаленного из предполагаемого интервала температур существования однофазной β области, указывает, что по границам присутствуют частицы второй фазы, которые автором работы не идентифицированы. Также, при малой объемной доле частиц второй фазы рентгеноструктурным анализом они могут быть не выявлены. Необходимо применение специальных методик, а это не было выполнено. К тому же на рис. 20 в главе 4 при $T=910^\circ\text{C}$ отчетливо обнаруживаются малой объемной доли частицы α_2 -фазы. Игнорировать это обстоятельство автору не следовало, необходимо было бы более тщательно отнестись к полученным результатам. Таким образом образование однофазной β области является не вполне доказанным. Однако, очевидно, что с растворением О-фазы β область существенно расширяется. В конце главы на основе результатов исследования приводится последовательность фазовых превращений при нагреве сплава ВТИ-4.

В главе 4 рассмотрены изменения микроструктуры и фазового состава в сплаве ВТИ-4 при горячей осадке в диапазоне температур 850 – 1130 °С со скоростью деформирования 2,5 с⁻¹. Установлено, что макроструктура образцов после горячей осадки неоднородная из-за сдерживания течения металла в торцах образца и формированием типичных зон: затрудненной

деформации, наиболее интенсивного течения и прилегающей к боковой поверхности, где наблюдается средняя по величине деформация. Увеличение температуры осадки ведет к повышению однородности проработки структуры и уменьшению размера зон затрудненной деформации. Исследована эволюция структуры в указанном интервале температур. Автор обращает внимание на ранее не упоминавшийся в литературе элемент структуры - «языки» деформации. Под ними понимаются сильно вытянутые в направлении деформации исходные зерна. К сожалению, в работе не объяснено, почему введен такой термин. Показано, что они имеют две предпочтительные кристаллографические ориентации $\langle 100 \rangle \beta$ и $\langle 111 \rangle \beta$.

Горячая деформация ведет к образованию субзерен в зернах, которые, чем выше температура, тем больше в размерах. При этом диссертант полагает, что обе текстурные компоненты в результате горячей осадки сохраняются. Анализ данных изменений микроструктуры тем не менее показывает, что по крайней мере вплоть до температуры 950°C обнаруживаются новые зерна, отличающиеся ориентацией от двух основных кристаллографических ориентаций (рис. 20).

Два основных процесса контролируют пластическое течение в указанном интервале температур: упрочнения и разупрочнения. Их баланс в свою очередь контролирует установившуюся стадию течения, которая, тем протяженнее, чем выше температура. Как было отмечено, в интервале температур 850-950°C в микроструктуре обнаруживаются признаки образования зерен. Зерна содержат повышенную плотность дислокаций, что может свидетельствовать о их образовании в ходе деформации. Поэтому разупрочнение в этом интервале температур происходит благодаря развитию динамической рекристаллизации и динамического возврата, с увеличением вклада последнего с ростом температуры. Соответствующему увеличению вклада динамической рекристаллизации, как справедливо отмечает диссертант, способствует повышение доли частиц О-фазы и более активному ее протеканию при пониженных температурах. Автор дает верное объяснение процессу формированию зерен в микроструктуре при пониженных температурах. Действительно процессы возврата заторможены в условиях высоких скоростей деформации и пониженных температур и блокирования их скольжения частицами, способствуя быстрому накоплению дислокаций и активации дислокаций вторичных систем. В результате это приводит к активному протеканию непрерывной динамической рекристаллизации, связанной в условиях быстрого накопления дислокаций, с трансформацией малоугловых границ в высокоугловые.

Один из важных вопросов развитие фазовых превращений в ходе деформации в этом сплаве. Из данных работы остается не ясным насколько равновесной является структура, полученная после прокатки, а затем и после осадки. Автор связывает наблюдаемое растворение частиц О-фазы с деформационным разогревом в ходе деформации. Однако, можно

предположить также и их растворение вследствие перерезания частиц дислокациями и, соответственно, растаскивание материала частиц по матрице. Маловероятно, что уменьшение объемной доли частиц происходит в ходе деформации при таких высоких скоростях вследствие их неустойчивости при данных температурах. Однако и данных о возможном изменении их объемной доли, например, при отжиге также не представлено, хотя на взгляд рецензента - это позволило бы более четко обосновать существование однофазной β -области, тем более автор подчеркивает, что накопление дефектов ускоряет растворение и отмечено присутствие химической неоднородности.

С целью сопоставления наблюдаемых структурных изменений распределению полей напряжений и деформаций было проведено конечно-элементное моделирование процесса горячей осадки сплава ВТИ-4. Получены типичные эпюры распределения полей, что несомненно является ценным для разработки режимов получения однородной структуры в штамповках из этого сплава.

Пятая глава посвящена разработке режимов обработки сплава ВТИ-4, позволяющие сформировать однородную структуру в штамповках. Для этого исследовано влияние рекристаллизационного отжига на структуру деформированных на разные степени образцов. Показано, что наиболее существенное влияние на структуру оказывают отжиги образцов, осажденных при относительно низких температурах: 850 – 950 °С. В этом случае формируется в заготовках наиболее однородная микроструктура. На основе результатов исследований составлена карта рекристаллизации деформированного при разных температурах сплава. Карта позволяет установить температурные диапазоны и степени осадки, при которых последующий отжиг позволяет устранить структурную неоднородность, вызванную локализацией деформации в центре осаживаемых образцов. Разработаны рекомендации для проведения горячей осадки сплава ВТИ-4 и рекристаллизационного отжига. На основе приведенных рекомендаций был разработан и успешно опробован на экспериментальных образцах ступенчатый режим горячей осадки сплава ВТИ-4.

Последний раздел главы посвящен влиянию горячей деформации на протекание старения в сплаве. Показано, что старение деформированного материала приводит к образованию более дисперсной интерметаллидной О-фазы по сравнению с недеформированным материалом. Выявлено, что основным сдерживающим фактором для роста частиц О-фазы является развитая субзеренная структура, максимальные размеры пластинчатой фазы не превышают размеров субзерен.

В целом в главе представлено достаточно подробное исследование с полным и наглядным представлением полученных экспериментальных и расчетных данных.

В **заключении** приведены основные выводы по диссертационной работе.

В целом, полученные в диссертации Заводова А.В. результаты исследования эволюции структуры при горячей деформации и термической обработке, и установлению, протекающих при этом структурных и фазовых превращений для разработки рекомендаций по изготовлению заготовок для раскатки колец из титанового ортосплава ВТИ-4 позволяют говорить об их значимости, как в научном, так и практическом аспекте.

Научная новизна диссертационной работы:

Полученные результаты в работе позволили выделить в качестве научной новизны:

1. Установлено существование в сплаве ВТИ-4 низкотемпературной однофазной β -области в диапазоне 930 – 950 °С, разделяющей две двухфазные области β +О и β + α_2 . В целом результаты исследования поддерживают этот пункт новизны, однако с оговоркой, что скорее существует температурный интервал между указанными двухфазными областями с наибольшей объемной долей β -фазы, чем просто однофазная область. Некорректно формулировать, что существование такой области обусловлено последовательными, не пересекающимися во времени процессами растворения О-фазы и выделения α_2 -фазы из твёрдого раствора, ведь именно кинетика и не исследовалась!

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 β -зерно на микрообъёмы, в каждом из которых формируются различные условия деформации, что приводит к различной переориентации микрообъёмов при горячей осадке.

3. Установлен механизм сдерживания роста 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 результатов работы.

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

Достоверность научных результатов и обоснованность выводов определяется использованием современных сертифицированных комплексов проведения исследований и анализа их результатов, включающих высокоточное оборудование и программное обеспечение с широкими возможностями анализа данных. Исследования и испытания проводились в соответствии с требованиями научно-технической документации, действующей на территории Российской Федерации (ГОСТ), достоверность результатов подтверждается хорошим совпадением экспериментальных данных и теоретических расчетов, использованием методов математической статистики при обработке результатов.

Использование взаимодополняющих методов исследований и отсутствие противоречий в экспериментальных данных способствует формулированию научных положений.

Замечания.

- 1) В тексте работы несколько раз (стр. 24, 54, 105) акцентируется внимание на том, что деформационная обработка задаёт морфологию интерметаллидной фазы при дальнейшей термической обработке. Между тем экспериментальные данные подтверждающие эти данные не приведены.
- 2) Форма двойной линии β -фазы на рентгеновском спектре, снятом после выдержки при 940 °C (стр. 46, рис. 12) визуально отличается от тех же линий β -фазы при других температурах. Однако в тексте отсутствуют какие-либо пояснения к наблюдаемым отличиям.
- 3) Стр. 63. Текст диссертации:Действительно, «динамический возврат» основан на скольжении дислокаций и их взаимной аннигиляции. По сути, автор не дал определения этому механизму!
- 4) Стр. 64. Текст диссертации:Не встречая препятствий в виде межфазных границ O/β или α_2/β , малоугловые границы свободно перемещаются вплоть до высокоугловых границ «языков» деформации. Какие-либо доказательства перемещения малоугловых границ не приведены!
- 5) Стр. 66. Текст диссертации:В общем случае, горячая деформация включает два конкурирующих процесса – процесс накопления деформации и процесс разупрочнения. Автору следует пояснить данное утверждение: процесс разупрочнения тоже сопровождается накоплением деформации!

- 6) Стр. 68. Текст диссертации: ...Процесс возврата проявляется в снижении плотности дислокаций за счёт их скольжения. Это не понятное утверждение: скольжение ведет ведь к накоплению дислокаций?
- 7) Стр. 76. Текст диссертации: ...деформация и температура являются движущей силой процесса растворения и сфероидизации O и α_2 -фазы в зоне интенсивной деформации. Неверное утверждение, автор, вероятно, совершил ошибку. Деформация и температура – факторы, способствующие растворению и сфероидизации, но никак не являются движущими силами!
- 8) Стр. 77. Текст диссертации: Стадия I заключается в накоплении дефектов кристаллической решётки O - и α_2 -фаз, таких как линии скольжения. Линии скольжения разве относятся к дефектам кристаллического строения?
- 9) На графиках изменения периодов кристаллической решётки β -фазы и интерметаллидных O и α_2 -фаз (рис. 34 и 36) не указаны погрешности измерений, что не позволяет оценить в полной мере значимость описываемых изменений.
- 10) В разделе 4.3.4 описан механизм формирования мелкозернистой структуры с преимущественной ориентацией. Однако для полноты и большей убедительности представленного объяснения не хватает изображений и анализа структуры в промежуточных состояниях подобно тому, как это было сделано при обсуждении механизма сфероидизации на рисунке 31.

Однако, сделанные замечания не изменяют общей безусловно положительной оценки результатов диссертационной работы и не снижают ее научной и практической ценности. Диссертация Заводова А.В. представляет собой законченное исследование, которое характеризуется обоснованностью вынесенных на защиту научных положений, а также выводов и предложений по практическому использованию.

Соответствие диссертационной работы указанной специальности.

Диссертационная работа Заводова Адриана Валентиновича по содержанию и полноте изложенного материала соответствует паспорту специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов: пункту 2 – «Теоретические и экспериментальные исследования фазовых и структурных превращений в металлах и сплавах, происходящих при различных внешних воздействиях, включая технологические воздействия и влияние сварочного цикла на металлы зоны термического влияния, их моделирование и прогнозирование», пункту 3 – «Теоретические и экспериментальные исследования влияния разнородных структур, в том числе кооперативного, на физические, химические, механические, технологические и эксплуатационные свойства металлов и сплавов, их моделирование и прогнозирование», пункту 4 – «Теоретические и экспериментальные исследования термических, термоупругих,

термопластических, термохимических, термоманитных, радиационных, акустических и других воздействий на изменение структуры и свойств металлов и сплавов, их моделирование и прогнозирование», пункту 6 – «Разработка новых и совершенствование существующих технологических процессов объемной и поверхностной термической, химико-термической, термомеханической и других видов обработок, связанных с термическим или термомеханическим воздействием, цифровизация и автоматизация процессов, а также разработка информационных технологий систем сквозного управления технологическим циклом, специализированного оборудования».

Заключение.

Диссертация выполнена на высоком уровне с привлечением современных методов исследования. Получен ряд новых результатов важных как для фундаментальной, так и прикладной науки. Автореферат и публикации в полной мере отражают результаты, представленные в диссертации. Результаты проведенных исследований опубликованы в 7 печатных работ в журналах, входящих в перечень ВАК, в том числе 4 статьи в изданиях, рецензируемых в Scopus, и 1 статья в журнале первого квартиля (Q1).

Диссертационная работа соответствует требованиям п. 9 – 14 «Положения о присуждении ученых степеней» постановления Правительства Российской Федерации от 24.09.2013 г. № 842 (в редакциях от 21.04.2016 № 335 и 12.10.18 № 1168), а ее автор Заводов Адриан Валентинович достоин присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1. Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов.

Официальный оппонент,

профессор кафедры «Материаловедение
и нанотехнологии» Федерального
государственного автономного образовательного
учреждения высшего образования «Белгородский
государственный национальный исследовательский
университет»,
доктор технических наук (05.16.01 – Металловедение
и термическая обработка
металлов и сплавов),

профессор

«10» 02 2023 г.

Геннадий Алексеевич Салищев

Личную подпись
удостоверяю
Ведущий специалист
по кадрам управления
по развитию
персонала и
кадровой работе

Салищев Г.А.
«10» февраля 2023 г.

Сведения об оппоненте:

Салищев Геннадий Алексеевич, д.т.н., профессор, заведующий лаборатории объемных наноструктурных материалов ФГАОУ ВО «Белгородский государственный национальный университет»

Почтовый адрес: 308033, г. Белгород, ул. Королёва, 2а, корп. 4;

e-mail: salishchev_g@bsu.edu.ru

Подпись Салищева Геннадия Алексеевича удостоверяю

308015, г. Белгород, ул. Победы, 85, НИУ «БелГУ»

Тел: (4722) 30-12-11. E-mail: Info@bsu.edu.ru