

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

На правах рукописи

Омар Ахмед Омар Мослех

СВЕРХПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ С РАЗНОЙ
ИСХОДНОЙ МИКРОСТРУКТУРОЙ

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук,
доцент Михайловская Анастасия Владимировна

Москва, 2019

Содержание

Обозначения и сокращения	5
Введение	7
Цель работы	9
Глава 1. Литературный обзор	13
1.1 Сплавы на основе титана	13
1.2 Сверхпластичность	16
1.3 Сверхпластичность титановых сплавов	19
1.4 Механизмы сверхпластической деформации	37
1.5 Технологические карты	44
1.6 Энергия активации сверхпластической деформации	46
1.7 Окисление титановых сплавов при сверхпластической деформации	48
1.8 Уравнение связи напряжения и степени деформации для сверхпластичных титановых сплавов	48
1.9 Моделирование методом конечных элементов (МКЭ) процесса сверхпластической формовки	50
1.10 Заключение	52
Глава 2. Материалы и методики исследований	55
2.1 Объекты исследований	55
2.2 Отжиг	57
2.3 Испытания на одноосное растяжение	57
2.4 Анализ микроструктуры	59
2.5 Анализ Тагути	60
2.6 Моделирование сверхпластического течения	61

2.7	Имитационное моделирование методом конечных элементов	62
Глава 3. из исходной микроструктуры и показателей сверхпластичности		64
3.1	Исходная микроструктура листов	64
3.2	Анализ эволюции микроструктуры сплавов в зависимости от температуры отжига	66
3.3	Показатели сверхпластичности	70
3.4	Результаты испытаний на одноосное растяжение	72
3.5	Определение степени влияния параметров деформации с использованием метода Тагути	77
3.6	Выводы по главе 3	85
Глава 4. Эволюция микроструктуры при сверхпластической деформации		87
4.1	Исследование эволюции структуры сплав ВТ6 методом СЭМ	87
4.2	Исследование эволюции структуры сплава ОТ4-1	91
4.3	Исследование эволюции структуры сплава ВТ14	94
4.4	Сравнение скорости роста зерен в исследуемых сплавах	99
4.5	Анализ эволюции текстуры	102
4.6	Анализ остаточной пористости после сверхпластической деформации	105
4.7	Анализ эволюции микроструктуры при сверхпластической деформации методом просвечивающей электронной микроскопии	107
4.8	Анализ эволюции микроструктуры поверхности образцов с маркерными сетками	113
4.9	Технологические карты	119
4.10	Выводы по главе	124
Глава 5. Математическое моделирование связи напряжения с параметрами сверхпластической деформации		126

5.1 Классические уравнения связи основанные на уравнении Аррениуса (АСЕ)	126
5.2 Разработка искусственной нейронной сети	134
5.3 Перекрестная проверка моделей	139
5.4 Модель Джонсон-Кука (Johnson-Cook (S J-C))	144
5.5 Модифицированная модель Джонсон-Кука (М J-C)	147
5.6 Математическое моделирование связи напряжения течения со степенью и скоростью деформации учитывающее параметры микроструктуры	149
5.7 Выводы по главе	161
Глава 6: Моделирование процесса сверхпластической формовки (СПФ) методом конечных элементов (МКЭ) и получение деталей методом СПФ	163
6.1 Сверхпластическая формовка	163
6.2 Анализ микроструктуры после сверхпластической формовки	171
6.3 Влияние изменения давления при СПФ на микроструктуру листов ВТ14-СТ с исходной нерекристаллизованной микроструктурой	175
6.4 Оптимизация режима СПФ для листов сплава ВТ14-СТ	176
6.5 Выводы по главе 6	182
Глава 7. Исследование влияния добавок Fe и В на микроструктуру и показатели сверхпластичности сплава ВТ14	183
Выводы по главе 7	190
Выводы по работе	192

Обозначения и сокращения

ACE (УА) – (Arrhenius-type constitutive equation) уравнения типа Аррениус

ANN (ИНС) (Artificial neural network) – искусственная нейронная сеть;

CP-Ti (commercial pure titanium alloys) – титановые сплавы промышленной чистоты;

DGG (dynamic grain growth) – динамический рост зерна;

DRX (ДР) (dynamic recrystallization) – динамическая рекристаллизация;

EBSD (electron backscatter diffraction) – дифракция обратно-отражённых электронов;

ECAP – (Equal-channel angular pressing) равноканальное угловое прессование;

FIB (ФИП) (focused ion beam) – фокусируемый ионный пучок;

GBS (ЗГС) (grain boundary sliding) – зернограницное скольжение;

k – постоянная величина, константа;

m – коэффициент чувствительности напряжения течения к скорости деформации;

Q – эффективная энергия активации деформации (кДж/моль);

R – универсальная газовая постоянная ($8,314 \text{ кДж}\cdot\text{моль}^{-1}\cdot\text{К}^{-1}$);

SEM (СЭМ) – сканирующая электронная микроскопия;

SPD (ИПД) – интенсивная пластическая деформация;

S/N – Signal-to-Noise ratio (Отношение сигнал/шум)

TEM (ПЭМ) – просвечивающая электронная микроскопия;

T – температура деформации ($\text{К}/^\circ\text{C}$);

$T_{\text{пл}}$ – температура плавления ($\text{К}/^\circ\text{C}$);

Z – параметр Зинера-Холломона;

η – эффективность рассеивания мощности;

σ – напряжение течения, МПа;

$\dot{\epsilon}$ – скорость деформации (с^{-1});

$\xi_{(\epsilon)}$ – параметр неустойчивости;

ВДС – внутризеренное дислокационное скольжение/дислокационная ползучесть

г/к – горячекатаный;

ГПУ – гексагональная плотноупакованная решетка;

ГЦК – гранецентрированная кубическая решетка;

КДУ – коэффициент деформационного упрочнения

МЗ – микрозеренная (структура);

МКЭ – метод конечных элементов;

ОЦК – объемноцентрированная кубическая решетка;

СП – сверхпластичность;

СПФ – сверхпластическая формовка;

ТМО – термомеханическая обработка;

УМЗ – ультрамелкозернистая (структура);

Введение

Сплавы на основе титана находят широкое применение в аэрокосмической отрасли и биомедицине благодаря превосходным эксплуатационным свойствам [1–7]. Титановые сплавы обладают высоким уровнем прочности и удельной прочности, хорошей стойкостью к окислению и коррозии, в том числе, при повышенных температурах эксплуатации [8–15], образуют прочные соединения методом диффузионной сварки (ДС). Вместе с тем, титановые сплавы относятся к труднодеформируемым материалам, что затрудняет изготовление из них изделий сложной геометрии. В этой связи, метод сверхпластической формовки (СПФ) является оптимальным способом формообразования из листовых полуфабрикатов сплавов на основе титана, как изделий коробчатого типа со сложным рельефом, так и изделий с внутренними полостями, получаемым благодаря реализации методов СПФ/ДС. СПФ позволяет повысить коэффициент использования металла, получить качественную поверхность с минимальной конечной обработкой, повысить прочность и уменьшить конечный вес компонентов за счет уменьшения числа соединений, т.е. улучшить качество продукции при разумной себестоимости. [8,16–18]. Очень важным преимуществом метода СПФ является высокая точность воспроизведения гравюры матрицы и возможность получения деталей очень сложной формы с минимальными остаточными напряжениями. Задачи СПФ титановых сплавов сегодня заключаются в снижении температуры формообразования, что требуется для снижения окисления и альфирования поверхности, повышения ресурса и уменьшения стоимости штампов, сокращения цикла формовки и экономии энергоресурсов, но при этом необходимо сохранить удовлетворительные скорости сверхпластической деформации и обеспечить минимальную разнотолщинность получаемых изделий. Решение данной задачи возможно управлением микроструктурными параметрами путем изменения химического и фазового составов сплавов и/или технологии получения полуфабрикатов, а также оптимизацией режимов СПФ.

В процессе сверхпластической деформации, поведение материала контролируется различными механизмами и процессами, зависящими от микроструктуры и условий деформации [19–21]. Понимание поведения сплавов в процессе деформации при повышенных температурах позволит получить более полную информацию для разработки оптимальных режимов формообразования и получения деталей с минимальной разнотолщинностью. Процесс деформации при повышенных температурах определяется многими факторами. Математическое моделирование - метод, позволяющий описать и

предсказать свойства материала, в том числе при высокотемпературной деформации. Известные методы математического моделирования, например, уравнения типа Аррениуса, имеющие физические основы или искусственные нейронные сети, позволяющие с высокой точностью аппроксимировать данные без знаний о физике процесса или материала, позволяют оптимизировать процесс высокотемпературной деформации, что значительно снижает затраты путем минимизации количества испытаний [22–26]. В основном, для описания влияния степени, скорости и температуры деформации на напряжение течения при повышенной температуре используют классические модели связи напряжения течения с параметрами деформации. Характеристики микроструктуры (размер зерна и объемную долю фаз) учитывают не всегда, при этом, изменение указанных параметров, возникающие, в том числе, от партии к партии продукции при близких технологиях обработки могут значительно влиять на процесс СПФ.

Для оптимизации режимов СПФ деталей сложной формы является полезным применение имитационного моделирования, основанного на методе конечных элементов (МКЭ) с целью анализа потенциального изменения геометрии и напряжений при формовке, предсказания конечного результата. Использование МКЭ для изучения формообразования изделий сложной формы с большими степенями деформации, нелинейных форм и точек касания позволяет значительно сократить временные затраты, снизить расход материала и стоимость расходных материалов, в том числе избежать изготовления пробных оснасток [27–30]. Математические модели связи напряжения со степенью и скоростью высокотемпературной деформации позволяют достовернее учитывать свойства материала при имитационном моделировании, и получать наилучший результат при формовке. Таким образом, актуально использование совокупности современных методов микроструктурного анализа, исследования деформационного поведения сплавов с использованием методов математического моделирования и метода конечных элементов для выбора оптимальных условий формообразования в состоянии сверхпластичности и выявления ключевых факторов микроструктуры, влияющих на поведение сплавов при сверхпластической формовке и определения путей снижения температуры формообразования.

Данная работа рассматривает интегрированный подход для изучения деформации и формообразования титановых сплавов в сверхпластичном состоянии. Методы, используемые в исследовании, включают в себя: (1) анализ деформационного поведения материала при одноосном растяжении и эволюции микроструктуры и дислокационной структуры при

отжиге и сверхпластической деформации, включая эволюцию структуры поверхности образцов с нанесенными маркерными сетками; (2) математическое моделирование зависимости напряжения течения от степени деформации в сверхпластичном состоянии; (3) использование метода конечных элементов для оценки параметров и оптимизации процесса формовки; (4) анализ технологических стадий формообразования в условиях сверхпластичности; (5) анализ геометрии и микроструктуры модельных деталей, полученных по результатам формовки. Полученные экспериментальные данные использованы для разработки и проверки предложенных математических моделей, в т. ч. используемых как входные данные для выбора режимов формовки при имитационном моделировании. Ключевое внимание в работе уделено микроструктурному анализу, как при одноосном растяжении, так и при формовке в условиях двухосного растяжения. Целью предлагаемого подхода является объединение математических, имитационных и экспериментальных, в том числе микроструктурных, исследований для разработки моделей деформационного поведения в сверхпластичном состоянии, оптимизации режимов формообразования выбранных титановых сплавов и анализа действующих при сверхпластической деформации механизмов.

Цель работы

Цель работы – разработка температурно-скоростных режимов сверхпластической деформации листов двухфазных титановых сплавов ВТ14 и ОТ4-1, отличающихся соотношением и морфологией фаз.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

- 1) изучить влияние температурно-скоростных условий деформации на показатели сверхпластичности выбранных сплавов в сравнении со стандартным промышленным сплавом ВТ6;
- 2) провести анализ эволюции фазового состава, дислокационной и зеренной/субзеренной структуры в процессе сверхпластической деформации и отжигов;
- 3) проанализировать эволюцию микроструктуры на поверхности деформированных образцов для оценки вкладов действующих механизмов сверхпластической деформации;
- 4) разработать математические модели для прогнозирования напряжений течения исследуемых сплавов в условиях сверхпластичности, основываясь на полученных при постоянных скоростях деформации экспериментальных данных;

5) провести имитационное моделирование формообразования осесимметричных модельных деталей для определения параметров процесса (время и давление), и последующий анализ деформационного поведения и эволюции микроструктуры сплавов при сверхпластической формовке;

6) определить возможность снижения температуры сверхпластической деформации сплавов путем модифицирования химического состава.

Научная новизна

1. На начальной стадии сверхпластической деформации ($\epsilon=0.1-0.3$) сплава ВТ14 в оптимальных температурно-скоростных условиях выявлена повышенная плотность дислокаций и доминирующая роль дислокационных механизмов деформации, приводящих к появлению ступеней и полос сдвига на поверхности зерен α и β фаз. На стадии устойчивого течения ($\epsilon=0.69-1.12$) благодаря процессам динамической рекристаллизации, приводящим к увеличению в структуре доли высокоугловых границ, доминирует зернограничное скольжение с вкладом в общее удлинение более 40%, а внутризеренная деформация, обусловленная дислокационными механизмами, обеспечивает вклад в общее удлинение около 25%.

2. Установлено, что совместное легирование сплава ВТ14 0.1%В и 1.8%Fe обеспечивает формирование ультрамелкозернистой структуры при термомеханической обработке, снижение β -трансуса и температуры равенства объемных долей фаз при сверхпластической деформации и, как следствие, температуры проявления сверхпластичности минимум на 100° С при сохранении значений скорости деформации и повышении величины относительного удлинения.

3. Показано, что при сверхпластической деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях на границах зерен/субзерен и в теле α -зерен формируются отростки/“усы” β -фазы, что указывает на действие механизма диффузионного массопереноса, обеспечивающего дополнительную аккомодацию зернограничного скольжения в исследуемых титановых сплавах.

Практическая значимость

1. Для сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14 разработаны математические модели, в т.ч. учитывающие параметры микроструктуры сплавов, позволяющие предсказывать значения напряжения течения при разных режимах сверхпластической деформации с ошибкой менее 10%.

2. Показано, что уменьшение доли пластинчатой структуры в состоянии после термомеханической обработки и перед началом сверхпластической деформации приводит к улучшению показателей сверхпластичности сплава ВТ14, что выражается в уменьшении значений напряжения течения, эффекта деформационного разупрочнения и увеличении коэффициента скоростной чувствительности, приводящих к повышению устойчивости течения и уменьшению разнотолщинности деталей при сверхпластической формовке.

3. Разработан режим сверхпластической формовки для листов сплава ВТ14 с повышенной долей пластинчатой структуры, обеспечивающий существенное уменьшение разнотолщинности по сечению осесимметричной модельной детали, состоящий из низкоскоростной первой стадии, необходимой для получения однородной микроструктуры, и второй стадии формовки с оптимальной скоростью деформации (зарегистрировано НОУ-ХАУ №08-013-2019 ОИС от 04.10.2019).

4. Предложен экспериментальный сплав состава $Ti-4.1Al-3.1Mo-1.1V-1.8Fe-0.1B$, листы которого, полученные термомеханической обработкой, имеют размер зерен обеих фаз менее 1 мкм и демонстрируют показатель скоростной чувствительности 0.45-0.50, относительное удлинение до 1000% при скоростях деформации $(1-5) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и температурах 675-775 °С, что как минимум на 100°С ниже, чем у промышленных аналогов.

Положения выносимые на защиту

1. Закономерности влияния микроструктурных параметров на показатели сверхпластичности исследуемых сплавов.
2. Математические модели связи напряжения с температурой, скоростью и степенью сверхпластической деформации.
3. Особенности эволюции зеренной/субзеренной и дислокационной микроструктуры и структуры поверхности, исследуемых сплавов при сверхпластическом течении.
4. Режимы сверхпластической деформации и сверхпластической формовки выбранных титановых сплавов.

Личный вклад автора состоит в непосредственном участии в разработке плана экспериментов, их проведении и анализе полученных результатов, интерпретации и оформлении результатов в виде научных статей и тезисов докладов. Автор благодарен д.т.н. проф. В.К. Портному за помощь в обсуждении результатов и консультации в процессе выполнения работы, к.т.н. В.С. Левченко за помощь с ПЭМ исследованиями и их

интерпретацией, к.т.н. А.Д. Котову за помощь при проведении сверхпластической формовки, к.т.н. О.В. Рофману за помощь с подготовкой русскоязычной версии рукописи.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, семи глав, выводов и списка литературы из 212 наименований, изложена на 207 страницах, содержит 134 рисунков и 27 таблиц

Глава 1. Литературный обзор

1.1 Сплавы на основе титана

Титан обладает аллотропией, то есть полиморфизмом. При комнатной температуре чистый Ti представлен α -фазой в виде гексагональной плотно упакованной решетки (ГП). При повышенных температурах титан трансформируется в β -фазу, и структура становится кубической (ОЦК). Температура полиморфного превращения составляет 882,5 °С. Нейтральные упрочнители, например, Sn и Zr не оказывают никакого влияния на температуру β -перехода [8–10]. При этом, остальные легирующие элементы, влияют на температуру β -перехода, понижая или повышая ее. Элементы известные как α -стабилизаторы (Al, O, N и C) расширяют область существования α -фазы, повышая температуру β -трансуса. β -стабилизирующие элементы (V, Mo, Fe, Mn и др) расширяют область β -фазы, понижая температуру β -трансуса.

β -стабилизаторы подразделяются на две подгруппы:

- β -изоморфные, среди которых наиболее важными являются Mo, V и Ta из-за их более высокой растворимости в Ti.
- β -эвтектоидные, эти элементы способствуют образованию интерметаллических соединений A_xB_y даже при очень низкой концентрации. Концентрация таких элементов обычно лимитирована из-за хрупкости интерметаллидов.

Титановые сплавы демонстрируют превосходную удельную прочность (предел текучести / плотность), в сравнении с другими конструкционными сплавами в широком диапазоне рабочих температур и обладают отличной коррозионной стойкостью и стойкостью к окислению до температуры 500 °С (превосходная стойкость к воздействию хлоридов, морской воды, кислотным средам).

Таблица 1.1 показывает схематическую взаимосвязь между влиянием легирующих элементов на структуру и выбранными характеристиками сплава [31].

Таблица 1.1 – Влияние легирования на структуру и некоторые свойства сплавов титана [31]

α сплавы	Нелегированный титан	-Более высокая плотность	
	Ti-5Al-2.5Sn	-Увеличение реакции на термообработку	
Псевдо-α сплавы	Ti-8Al-1Mo-1V	-Увеличение скорости деформации	↑
	Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	Чувствительность	
Двухфазные сплавы ($\alpha+\beta$)	Ti-6Al-4V	-Улучшение технологичности	↓
	Ti-6Al-2Sn-6V		
Псевдо-β сплавы	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo		-Повышение сопротивления ползучести
β сплавы	Ti-3Al-10V-2Fe		-Улучшение свариваемости
	Ti-13V-11Cr-3Al		
	Ti-8Mo-8V-2Fe-3Al		

Титановые сплавы, благодаря отличным эксплуатационным свойствам, нашли применение в таких областях, как аэрокосмическая промышленность, химическая промышленность, военная сфера, биомедицина, энергетика, морская промышленность и другие. Высокое соотношение значений прочности к весу в дополнение к высокой коррозионной стойкости при комнатной и повышенных температурах делает титановые сплавы весьма привлекательными для современной промышленности [32].

Уровень свойств позволяет применять титановые сплавы в различных областях: аэрокосмической, автомобильной и химической промышленности, использовать в медицине и для военного назначения (рисунок 1.1) [9,32–35]. Титановые сплавы также демонстрируют отличную усталостную прочность S-N и высокую вязкость разрушения в воздушной и хлоридной средах [31].

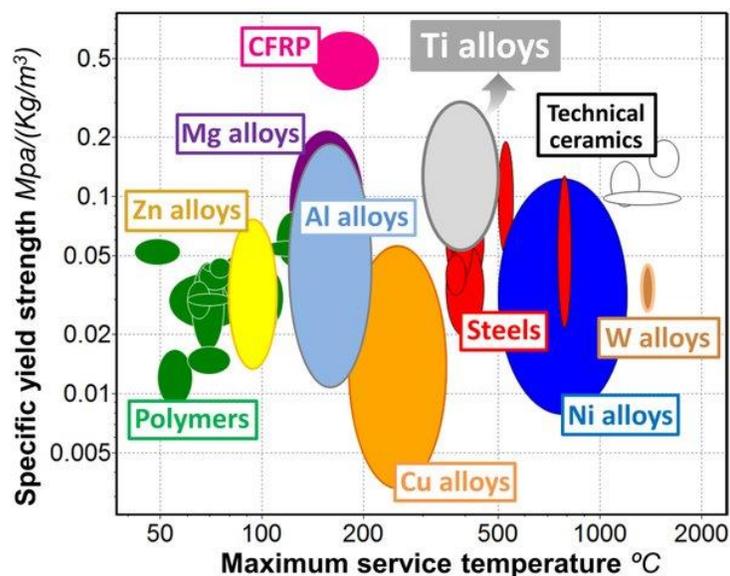


Рисунок 1.1 – Удельный предел текучести в зависимости от максимальной рабочей температуры для основных семейств конструкционных материалов [35]

Аэрокосмическая отрасль является основной областью применения титана, например, его содержание в элементах двигателей достигает 36%, а в корпусе 7%, при этом, данная цифра постоянно растет. [10,36]. Промышленно-чистый титан используется в изделиях, которые подвергаются агрессивному воздействию коррозии, при умеренных механических и термических требованиях, например, в кухонных изделиях. Для повышенных требований по механическим и тепловым свойствам в качестве компонентов двигателя используются высокопрочные и жаропрочные сплавы, например, Ti-6-4, Ti-6-2-4-2S, Ti-13V-11Cr-3Al, IMI 834 и другие. Кроме того, титан широко используется в военных целях, особенно при производстве истребителей [8,32,36]. Благодаря высокой коррозионной стойкости, прочности и низкой плотности титановые сплавы нашли применение в химической промышленности и паровых турбинах, что приводит к снижению частоты замены сломанных лопаток.

Титановые сплавы имеют низкий модуль упругости, хорошую биосовместимость, высокую удельную прочность и коррозионную стойкость, что делает их подходящим материалом для изготовления искусственных биоимплантатов и протезов [11,14,37]. Из-за низкой плотности титановые сплавы используют все больше и больше для медицинских изделий, где необходимы легкие материалы [38]. Сплавы CP-Ti и Ti-6Al-4V являются сертифицированным материалом медицинского назначения и считаются одними из лучших

биосовместимых металлических материалов. Однако в ряде случаев требуются титановые сплавы с большей износостойкостью или прочностью.

1.1.1 Деформация титановых сплавов

Как правило, сплавы на основе титана считаются более трудно-деформируемыми и часто имеют менее предсказуемые формовочные характеристики по сравнению с другими металлическими сплавами, такими как сталь и алюминий. Модуль упругости сплавов на основе Ti ниже, чем у стали на 50%, что приводит к значительному “отпружиниванию (springback)” изделия после формования. Гексагональная кристаллическая структура α -фазы обладает анизотропными характеристиками, которые влияют на упругие свойства материала [9,32]. Таким образом, сплавы на основе Ti формируются при повышенных температурах с избыточной геометрией инструмента и в несколько стадий с промежуточным отжигом или с применением второй операции “горячей калибровки”, кроме того калибровку часто проводят вручную. Формуемость титана и его сплавов относительно низкая. Горячая обработка давлением при температурах выше ~ 815 °C требует защитной атмосферы, чтобы избежать ухудшения механических свойств и альфирования [34].

При повышенных температурах двухфазные сплавы на основе Ti проявляют микрозернистую сверхпластичность, именно эти сплавы являются природно сверхпластичными, так как не требуют специальных технологий получения листа. Однако от партии к партии микроструктура, а значит и показатели сверхпластичности, могут отличаться, в том числе существенно ухудшатся, поэтому в промышленности производят листы из титановых сплавов с контролируемой ультрамелкозернистой микроструктурой, предназначенной именно для сверхпластической формовки. Формообразование в сверхпластичном состоянии позволяет в значительной степени нивелировать трудности, связанные с традиционной листовой штамповкой титановых сплавов, именно поэтому анализ деформационного поведения в состоянии сверхпластичности остается актуальным и востребованным современной промышленностью.

1.2 Сверхпластичность

Явление сверхпластичности металлических материалов определяется как способность материала проявлять большую степень деформации (обычно более 200-400 %) при низком уровне напряжения (единицы – десятки МПа) без образования шейки, благодаря высокой чувствительности напряжения течения к скорости деформации [17,39,40]. Это достигается

при определенных условиях: температура деформации обычно составляет более $0,5 T_{пл}$ ($T_{пл}$ – температура плавления материала), сформированная равноосная мелкозернистая структура с размером зерна менее 10 мкм и высокая стабильность размера зерна при температуре деформации с отсутствием или слабым ростом зерна [17,41].

Большие удлинения достигаются при сверхпластической деформации благодаря высокой стойкости к образованию шейки. Мерой способности материала проявлять устойчивость к образованию шейки является чувствительность напряжения к скорости деформации, т.е. коэффициент скоростной чувствительности m [42,43]. Уравнения (1.1-2), описывающие сверхпластическую деформацию, записываются в виде экспериментального уравнения полученного Бекоффеном:

$$\sigma = k\dot{\epsilon}^m \quad (1.1)$$

$$m = \frac{d \log \sigma}{d \log \dot{\epsilon}} \quad (1.2)$$

где σ – напряжение течения, k – постоянная величина, $\dot{\epsilon}$ – скорость деформации, а m – коэффициент чувствительности напряжения течения к скорости деформации. Материал традиционно считается сверхпластичным (СП), когда он имеет значение $m \geq 0,3$, при том, что обычные крупнозернистые сплавы могут иметь m от 0 до 0,2. В логарифмических координатах, СП материалы демонстрируют сигмоидальную зависимость напряжения течения от скорости деформации, как показано на верхней кривой (рисунок. 1.2), в то время как нижняя часть показывает, что значение m , которое проходит через максимум в области II принадлежащей области сверхпластичного состояния.

Для сверхпластичных материалов, кривые можно разделить на 3 участка:

- I. Участок 1: низкие скорости деформации, скоростной диапазон ползучести (значения m в диапазоне 0,1–0,3)
- II. Участок 2: сверхпластичность (значение $m > 0,3$)
- III. Участок 3: высокая скорость деформации, при этом деформация определяется в основном движением дислокаций (значения m находится в диапазоне 0,1–0,3)

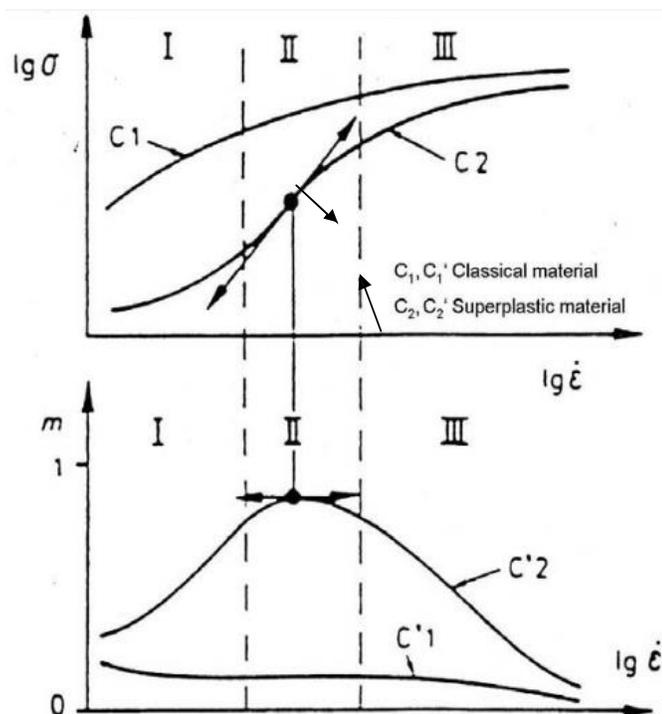


Рисунок 1.2 – Логарифмическая зависимость напряжения течения и коэффициента чувствительности m от скорости деформации для материалов, обладающих и не обладающих сверхпластичными свойствами [44]

Явление сверхпластичности проявляется во II области, где коэффициент чувствительности напряжения течения к скорости деформации m имеет высокие значения при умеренных скоростях деформации, а деформируемый материал характеризуется значительными удлинениями. Типичные значения m и доминирующие механизмы приведены в Таблице 1.2. Процесс деформации в области II не до конца объяснен и на сегодняшний день, нет единого представления о роли действующих механизмов, которые могли бы описать деформацию в этой области. Общепринято, что зернограничное скольжение, сопровождается диффузионным массопереносом и/или дислокационным скольжением и переполнением, являются механизмами сверхпластической деформации, т.е. по сути все действующие при ползучести механизмы работают и при сверхпластической деформации. В области II кристаллографическая текстура становится менее интенсивной из-за ограниченной дислокационной активности внутри зерна. В III области в механизмах деформации преобладает традиционное дислокационное скольжение/переползание дислокаций. Деформация в этой области приводит к возникновению линий скольжения и развитию

высокой плотности дислокаций внутри зерен. Считается, что есть некоторая корреляция между доминирующим механизмом деформации и коэффициентом скоростной чувствительности.

Таблица 1.2. Значения коэффициента m и механизмы сверхпластичности [17]

Значения m	Доминирующий механизм	Примечание
< 0,3	Диффузионный массоперенос+ удлинение зерна (участок 3+1)	Не обеспечивается получение значительных удлинений при деформации и отсутствует шейки
0,3 – 0,4	Дислокационная ползучесть / скольжение дислокаций с атмосферами	Происходит удлинение материала, процесс контролируется возвратом, что не очень желательно, так как устойчивость течения низкая
0,5 – 0,9	Зернограничное скольжение (участок 2)	Более высокие значения m и высокие показатели сверхпластичности

1.3 Сверхпластичность титановых сплавов

Первое детальное исследование сверхпластичности в титановых сплавах провели Lee and Backofen [45], которые наблюдали большие удлинения при растяжении, достигающие 1000 %, а также высокие значения коэффициента $m = 0,8$ при 900 ° С (0,65 Тм) с размерами зерен от 6 мкм. Термин «сверхпластичность» был введен в Советском Союзе в публикации А.А Бочвара и Свидерской, посвященной исследованиям сплава Zn-22Al [46]. После данной публикации начались интенсивные работы по изучению явления сверхпластичности во всем мире.

Сплав ВТ6 считается наиболее известным, сертифицированным для разных областей применений, более 50 % производства титановых сплавов сосредоточено именно на нем [47]. Это объясняет, что изучение его механических свойств находится в центре постоянного внимания исследователей [28,48–50]. Ряд ученых разработали математические модели для прогнозирования деформационного поведения титановых сплавов [48,51–60]. Некоторые работы были направлены на оптимизацию процесса сверхпластической формовки титановых сплавов с использованием методов конечных элементов. [27,61–65]. Ряд исследований были направлены на улучшение показателей сверхпластичности титановых сплавов через изменение параметров термомеханической обработки и изменение состава сплавов[66–70]. Считается, что улучшение возможно путем добавления легирующих элементов:

1) снижающих температуру трансуса; 2) имеющих повышенный коэффициент диффузии в титане [67,71–75]; 3) путем уменьшения размера зерен/частиц фаз [76–78]. Авторы [38,79] обнаружили улучшение свойств благодаря применению обработки поверхности образцов. Сплавы с микроdupлексной структурой, состоящие из двух фаз с большой протяженностью межфазных границ демонстрируют повышенные показатели сверхпластичности, благодаря стабилизации роста зерен на межфазных границах. Свойства некоторых из этих α - β титановых сплавов приведены в *Таблице 1.3*.

Таблица 1.3 *Характеристики сверхпластичности титановых сплавов* [18]

Наименование сплава	Фазовый состав	Удлинение δ [%]	Средний размер зерна [мкм]	Температура [°C]	Скорость деформации $\dot{\epsilon}$ [с ⁻¹]
Ti-4Al-4Mo-2Sn-0.5Si (<i>IMI550</i>)	$\alpha + \beta$	2000	4	885	5×10^{-4}
Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Fe (<i>SP-700</i>)	$\alpha + \beta$	2500	2-3	750	10^{-3}
Ti-5Al-2Sn-4Zr-4Mo-2Cr-1Fe (β - <i>CEZ</i>)	$\alpha + \beta$	1100	2-3	720	2×10^{-4}
Ti-6Al-4V	$\alpha + \beta$	2100	2	850	10^{-2}
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo	$\alpha + \beta$	2700	1-2	900	10^{-2}
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	$\alpha + \beta$	2200	1-2	750	10^{-2}
Ti-6Al-7Nb (<i>IMI367</i>)	$\alpha + \beta$	300	6	900	3×10^{-4}
Ti-6.5Al-3.7Mo-1,5Zr	$\alpha + \beta$	640	6-7	600	10^{-4}
Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-2Cr-0,15Si	$\alpha + \beta$	2000	4	885	5×10^{-4}

Как показано в таблице 1.3 максимальное удлинение, оптимальная температура деформации и скорость деформации зависят от исходного размера зерна и химического состава исследуемого сплава. Сплав Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo со средним размером зерна 1-2 мкм проявляет максимальное удлинение 2700 % при 900 °C и скорости деформации 10^{-2} с⁻¹. Увеличение Mo до 6 % приводит к снижению температуры деформации до 750 °C. Низкотемпературной сверхпластичностью при 720 °C также обладает сплав легированный дополнительно Cr и Fe.

Одним из способов получения более мелкозернистого состояния является водородная технология [80–83]. Структура титановых сплавов контролируется методом обратимого

наводораживания, благодаря которому крупнозернистая пластинчатая структура может быть преобразована в тонко-пластинчатую с размерами α -частиц от нескольких нанометров до микрометров [84].

1.3.1 Влияние температуры на сверхпластичность титановых сплавов

Температура считается важным параметром, влияющим на сверхпластичность, и принято считать, что она должна составлять не менее $\sim 0,5$ от температуры плавления сплава. В случае двухфазных сплавов с дуплексным типом микроструктуры важной температурой становится не только температура плавления, но и температура перехода из двухфазной в однофазную область, то есть температура β -трансуса. Сверхпластичность листов с микрозернистой структурой достигается при температурах от 800 °С до 1030 °С, которые составляют приблизительно 0,47 и 0,61 от температуры плавления [85,86]. Использование повышенной температуры вызвано необходимостью обеспечить протекание диффузии, необходимой для получения эффекта сверхпластичности. При температурах ниже 0,3 от температуры плавления, скорость диффузии низкая, и деформация в основном происходит за счет дислокационных механизмов ползучести, что отражается небольшим значением скоростного коэффициента чувствительности $< 0,3$. Влияние температуры на кинетику диффузии титановых сплавов, возможно, является более сложным, чем в других системах сплавов из-за наличия двух фаз с разными решетками и их разной диффузионной проницаемостью. В зависимости от сплава и температуры в процессе деформации могут существовать α , β или $\alpha + \beta$ фазы. Поскольку коэффициент самодиффузии β титана приблизительно в два раза выше, чем у α -титана, то увеличение доли β фазы с повышением температуры должно приводить к улучшению показателей сверхпластичности, однако, повышение температуры ускоряет рост зерен, что, наоборот, снижает показатели сверхпластичности, таким образом температурная зависимость показателей сверхпластичности в этих сплавах сложная.

Зависимость удлинения от температуры деформации для сплава ВТ6 с МЗ структурой показана на *рисунке 1.3*. Как видно из рисунка, существует ограниченный температурный диапазон, в котором наблюдается повышенная пластичность, характерная для сверхпластичных титановых сплавов, хотя этот диапазон может варьироваться в зависимости от сплава. Влияние температуры на сплавы Ti-6Al-4V и Ti-5Al-2,5Sn впервые была оценено в работе Lee и Vaskofen [45]. Они обнаружили, что сверхпластическое поведение для сплава ВТ6 было ограничено диапазоном температур приблизительно 815-980°С; а для сплава Ti-

5Al-2.5 Sn в пределах 1000-1030 °С. В случае этих сплавов верхний предел сверхпластичности приблизительно соответствовал преобразованию в β фазу (температура β перехода) – температура, выше которой, как известно, наблюдается очень быстрый рост зерна.

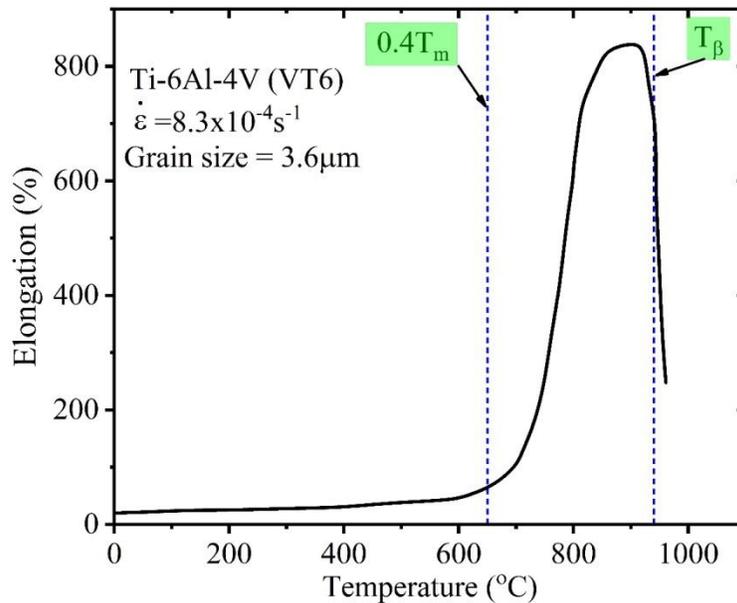


Рисунок 1.3. Пластичность при растяжении в зависимости от температуры для сплава Ti-6Al-4V (VT6) [85]

Снижение СП свойств при понижении температур можно ожидать как за счет естественного замедления диффузионно-регулируемых процессов, так и за счет увеличения доли α -фазы, в которой диффузия происходит значительно медленнее, чем в β -фазе [87]. Другим фактором, который может способствовать уменьшению степени деформации, является потенциальная склонность материала к росту зерна при заметном уменьшении доли β -фазы и уменьшения протяженности межфазных границ [88].

Liu и другие [89] изучали сверхпластичность сплава Ti-5Al-4Sn-2Zr-1Mo-0.25Si-1Nd (Ti55) при температурах в диапазоне от 885 °С до 935 °С и скоростях деформации $8,3 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ – $1,33 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$. Авторы показали, что пиковое напряжение монотонно уменьшается с увеличением температуры деформации и уменьшением скорости деформации (рисунок 1.4).

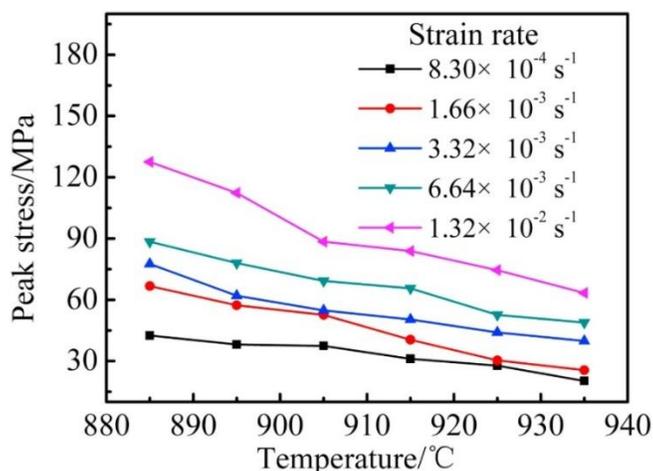


Рисунок 1.4. Влияние температуры деформации на пиковое напряжение [89]

1.3.2 Влияние скорости деформации на сверхпластичность титановых сплавов

Коэффициент чувствительности напряжения течения к скорости деформации (m) является важным показателем в теории сверхпластичности. Высокие значения m соответствуют повышенной чувствительности деформационного поведения материала к скорости деформации, а значит устойчивому течению. Такая чувствительность сверхпластичности к скорости деформации объясняется с точки зрения механизмов деформации. Зернограничное скольжение, считается основным механизмом сверхпластической деформации. Обычно дислокационная и диффузионная ползучесть являются аккомодационными механизмами. Все действующие механизмы контролируются диффузией и требуют низкой скорости деформации, чтобы скольжение границ зерен могло протекать без существенной пористости, являющейся закономерным следствием ЗГС. Диффузионные процессы также легче протекают при более высокой температуре, что позволяет повысить скорость деформации.

На *рисунке 1.5* показаны механические свойства сплава ВТ6 с УМЗ структурой в зависимости от температуры и скорости деформации. Увеличение температуры деформации приводит к увеличению пластичности сплава и заметному снижению напряжений течения (*рисунк 1.5а*). Влияние скорости деформации на механическое поведение при 550 °С также было характерно для сверхпластической деформации – удлинения снижались при увеличении скорости деформации (*рисунк 1.5б*). Оптимальные параметры сверхпластической деформации для ультрамелкозернистого сплава составляли $\delta = 1000\%$ и $m = 0,47$ при скорости деформации $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$.

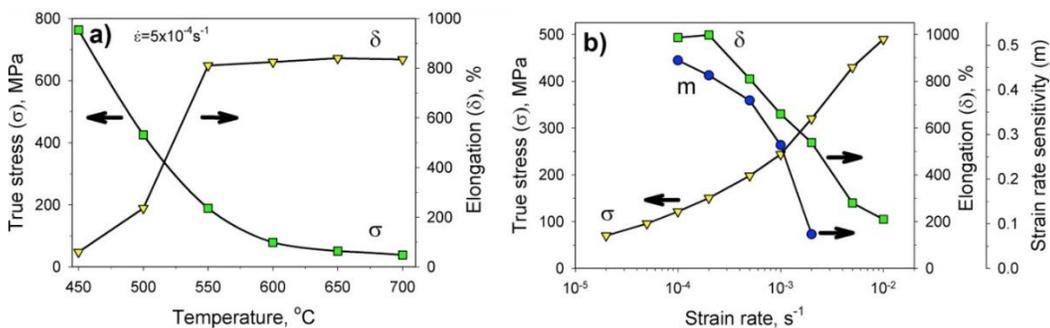


Рисунок 1.5. Механические свойства ультрамелкозернистого сплава ВТ6 в зависимости от температуры деформации (а) для $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ и (б) скорости деформации для $T = 550^{\circ}\text{C}$.

Уровень напряжения определяли при $\epsilon \sim 0,2$. [88]

1.3.3 Влияние микроструктурных параметров на сверхпластичность титановых сплавов

Сверхпластичность титановых сплавов зависит от размера зерен и объемной доли α и β фаз и состава сплавов. Размер зерна определяет напряжения в диапазоне сверхпластичности, и мелкое зерно необходимо для получения высоких значений m , в том числе и для титановых сплавов [77,90–99]. Лучшие сверхпластические свойства двухфазных $\alpha+\beta$ титановых сплавов достигаются при объемной доле β фазы 20-50% [100] в зависимости от химического состава сплава. При этом традиционно соотношение фаз 50/50 считается оптимальным с точки зрения наиболее устойчивого течения. Отдельно стоит отметить морфологию фаз, выполненные исследования показали, что с точки зрения однородного развития динамической рекристаллизации наиболее благоприятной исходной перед деформацией микроструктурой в двухфазных титановых сплавах является тонкопластинчатая ($\alpha+\beta$)-структура [101,102]. Такая структура создается в результате термической обработки, состоящей из закалки на мартенсит из β -области и последующей горячей/теплой деформации в двухфазной области [39,103]. Процесс формирования структуры и трансформации пластинчатой структуры в глобулярную с измельчением до УМЗ-уровня в ходе горячей/теплой деформации титановых сплавов описан в работах [101,102,104,105]. В основном сплавы приобретают глобулярную рекристаллизованную структуру при нагреве до температуры сверхпластической деформации, как например исследуемый в данной работе сплав [39], или на начальных стадиях сверхпластической деформации.

1.3.3.1 Влияние химического состава

Влияние химического состава на сверхпластичность обусловлено [17]:

- I. эффектом легированности твердого раствора: чем легированнее твердый раствор, тем значительнее наклеп при деформации и более мелкое зерно формируется при нагреве, кроме того, тем стабильнее размер зерна при деформации.
- II. влиянием легирующих элементов на температуру β -перехода и объемные доли составляющих фаз.
- III. влиянием легирующих элементов на скорость диффузии.

При высоких температурах и низких скоростях деформации, характерных для сверхпластической формовки титановых сплавов, роль состава твердого раствора в напряжении течения считается не столь значительной, хотя легирующие элементы и влияют на значения напряжению течения [17,40]. Легирующие добавки, такие как алюминий, углерод, азот и кислород, являются стабилизаторами α -фазы и повышают температуру β -перехода в титановых сплавах, тогда как ванадий, молибден, хром и железо стабилизируют кристаллическую решетку β -фазы и понижают температуру β -перехода. Таким образом, изменения концентраций легирующих элементов в составе титановых сплавов приводят к изменению соотношения α - и β -фаз при высоких температурах и влияют на показатели сверхпластичности. В зависимости от относительных размеров атомов и кристаллических структур растворяемых и растворяющих металлов, скорости диффузии либо увеличиваются, либо снижаются. Поскольку сверхпластическая деформация происходит преимущественно благодаря диффузионным процессам, повышенные скорости диффузии способствуют более высоким скоростям деформации. Вместе с тем, ускорение процессов диффузии приводит к более интенсивному росту зерна, и оптимальная скорость деформации может снижаться при увеличении степени деформации т.е. и в процессе формоизменения.

1.3.3.2 Размер зерна

Размер зерна – основная переменная, характеризующая материал, которая оказывает ярко выраженное влияние на сверхпластичность титановых сплавов. Сверхпластичное состояние обычно наблюдается при размерах зерна < 10 мкм. Для повышения показателей сверхпластичности требуется более мелкое зерно, так как с его уменьшением напряжение течения материала также снижается, а коэффициент чувствительности m повышается.

Снижение напряжения течения при уменьшении размера зерна противоположно зависимости Холла-Петча, характерной для низких температур, где деформация определяется преимущественно скольжением дислокаций и границы зерен являются стопором для этого скольжения. При любом заданном приложенном напряжении в сверхпластической области, меньший размер зерна приводит к увеличению скорости деформации из-за ускорения диффузионных процессов и потенциального роста вклада в общую деформацию зернограничного скольжения.

В процессе сверхпластической формовки использование низкой температуры деформации является предпочтительней с точки зрения экономии энергии, уменьшения окисления поверхности листа, уменьшения времени операций, применения менее дорогостоящих материалов для изготовления матрицы и увеличения срока ее службы [67]. Хорошо известно, что измельчение зерна может эффективно снизить температуру сверхпластической деформации всех сплавов. Результаты ранее проведенных исследований сверхпластичности титановых сплавов показаны в *Таблице 1.4*, которая показывает, что параметры сверхпластической деформации сплава ВТ6 очень чувствительны к размеру зерна. С увеличением исходного размера зерна, показатели сверхпластичности значительно ухудшаются.

Zang и другие [94] приводят результаты исследований по разработке листового материала из титанового сплава ВТ6, для которого получен размер зерна 1–2 мкм необходимый для пониженной температуры сверхпластической формовки. Авторы работы показывают, что мелкозернистый сплав ВТ6 обладает превосходной сверхпластичностью. Удлинение достигает 862 % при 800 °С со значением $m \sim 0,6$, а при 700 °С удлинение 516 %. Ghosh и др. [96] изучали влияние параметров микроструктуры на процесс сверхпластической формовки.

Таблица 1.4. Показатели сверхпластичности различных титановых сплавов при различных температурах

Состав сплава	ТМО	Исходный размер зерна, мкм	Температура деформации, °С	Удлинение, %	Источник
ВТ6	г/к	~ 1	700	400	[106]
Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si	г/к	2.2	750	468	[107]
ВТ6+0.1В	г/к	5-6	850	493	[70]
ВТ6+0.85Wt% Н	г/к	5-10	820	373	[108]
ВТ6	SPD	0.1-0.2	650	575	[109]
ВТ6	ЕСАР	0.3	700	~ 510	[110]

Данные σ - $\dot{\epsilon}$ для сплава ВТ6 в диапазоне температур сверхпластичного состояния представлены на *рисунке 1.6*.

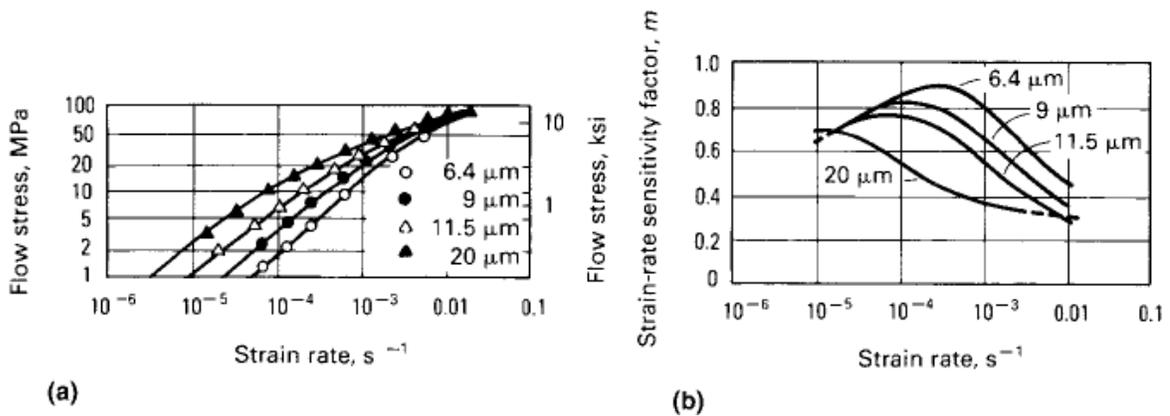


Рисунок 1.6. (а) напряжение течения и (б) значения коэффициента чувствительности, m , в зависимости от скорости деформации для материалов ВТ6 с четырьмя различными размерами зерен. Температура испытания: 927 $^{\circ}\text{C}$ [96].

Nakahigashi и др. [111] исследовали характеристики и сверхпластичности ультрамелкозернистого (УМЗ) $\alpha+\beta$ типа ВТ6 титанового сплава. УМЗ (0,3-0,5 мкм) материал обладает значительным удлинением, достигающим более 9000 % при 850 $^{\circ}\text{C}$ с начальной скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. Наблюдаемое удлинение в металлическом материале (*рисунке 1.7*), считается одним из наиболее высоких значений, о которых сообщается на сегодняшний день. При этом авторы использовали образцы с достаточно короткой рабочей частью и начальные скорости деформации (т.е. скорость деформации непрерывно уменьшалась с увеличением длины образца), но, несмотря на это значение относительного удлинения все равно значительны. В результате изучения образца после разрушения, изготовленного из УМЗ материала, было установлено, что образец удлинялся до тех пор, пока его диаметр не сузился до размера одного зерна.

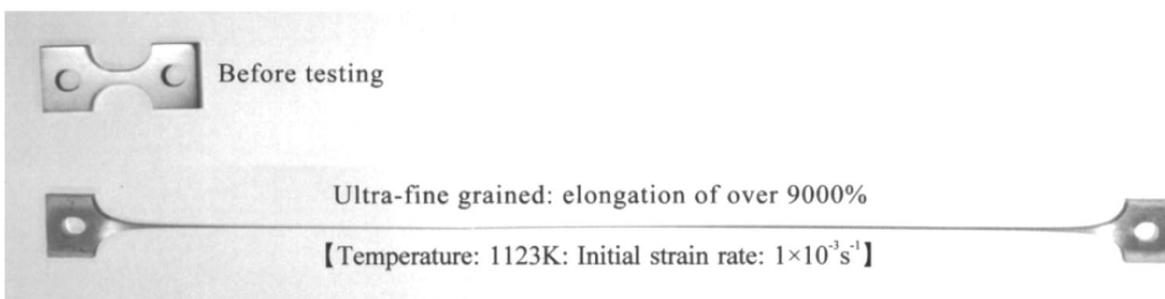


Рисунок 1.7. Образец для испытаний на растяжение после удлинения более 9000% при 1123K при начальной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ [111].

Влияние температуры на относительное удлинение показано на *рисунке 1.8*. Удлинение увеличивается с ростом температуры до максимального значения, а затем уменьшается. Удлинение, полученное в случае использования ультрамелкозернистой структуры в 4 раза больше, чем в случае микроструктуры с более крупными зернами.

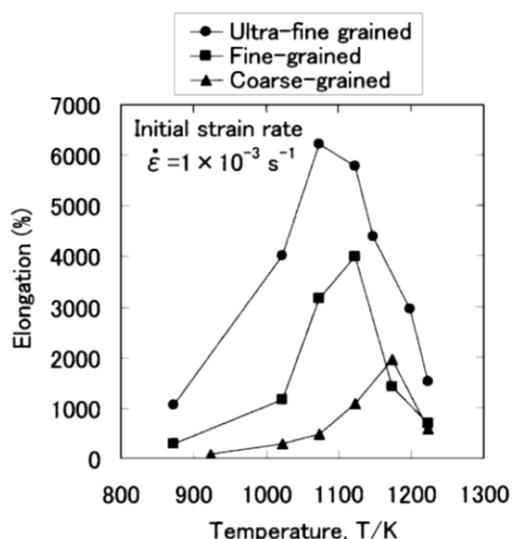
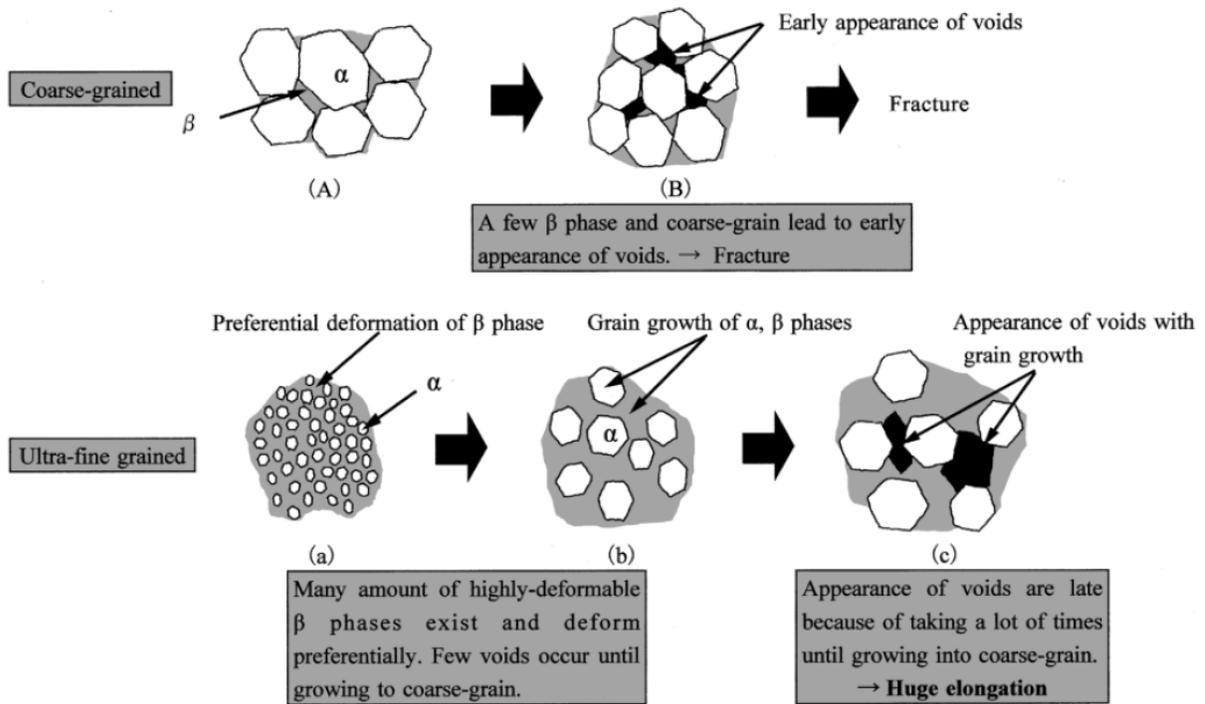
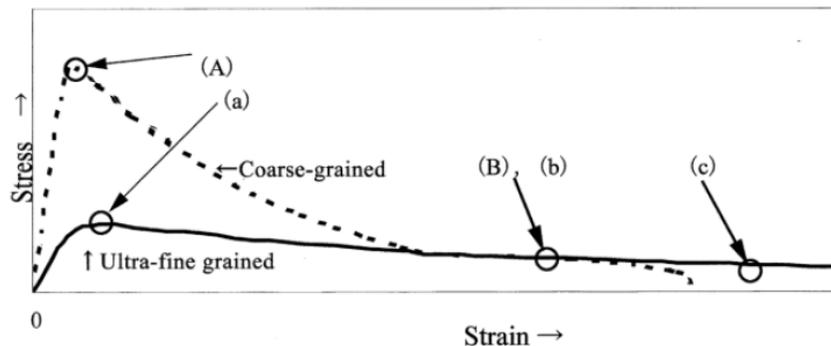


Рисунок 1.8. Зависимость относительного удлинения образцов с крупным (15-20 мкм) и мелким (1-3 мкм) зерном, а также с ультрамелкозернистой структурой (0,3-0,5 мкм) от температуры испытаний [111]

Модель сверхпластической деформации крупнозернистого материала и УМЗ материала, предложенная авторами [65] схематически показана на *рисунке 1.9*. Авторы предполагают, что процесс динамического роста зерна обеспечивает необходимое время для получения заданных удлинений и пока микроструктура трансформируется из УМЗ в МЗ и пористость не образуется, в то время как в крупнозернистых материалах сразу начинается порообразование, приводящее к разрушению образца.



【Superplastic deformation of coarse- and ultra-fine grained materials】



【Superplastic-schematic stress-strain curves】

Рисунок 1.9. Принципиальная схема сверхпластической деформации крупнозернистого (15-20 мкм) и ультра мелкозернистого (0,3-0,5 мкм) материала и схематические кривые напряжения-деформации при испытании на растяжение при сверхпластичности [111]

Xifeng и др. [90] изучали влияние размера зерна на сверхпластические свойства при растяжении в титановом сплаве Ti-55 со структурой в которой при комнатной температуре доминирует α -фаза. Авторы исследовали образцы с тремя исходными микроструктурами с размером зерна: крупное зерно (20 мкм), микронное (5-10 мкм) и ультрамелкое зерно (~1 мкм). Удлинения достигли 157%, 555% и 720% для крупной, микронной, и ультрамелкозернистой структуры при $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и 850 °C. Инженерные кривые в координатах напряжение-деформация для представленных структур сплава Ti-55, деформированного при $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и

850°C показаны на рисунке 1.10. Крупнозернистый сплав демонстрирует самое высокое напряжение и самое низкое относительное удлинение до разрушения. Ультрамелкозернистый сплав, напротив, демонстрирует самое низкое напряжение, что компенсируется большим относительным удлинением до разрушения при одинаковых условиях деформации.

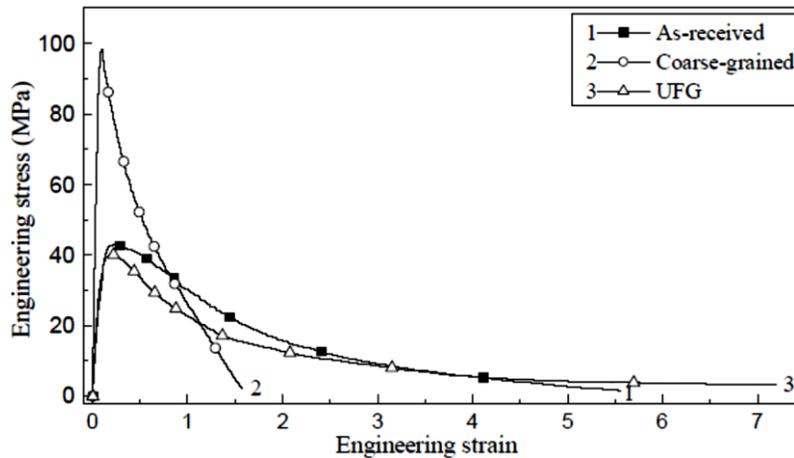


Рисунок 1.10. Деформационные кривые в координатах напряжение-деформация для исходной микроструктуры (as-received), крупнозернистой (coarse grained) и ультрамелкозернистой (UFG) структуры сплава Ti-55, деформированного при 850 °C и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ [90]

Hiroaki Matsumoto и др. [100] исследовали сверхпластичность метастабильного ультрамелкозернистого сплава Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si. Авторы изучили пять материалов с различной исходной микроструктурой; Образец УМ31 (имеющий равноосную морфологию зерен с $d_\alpha = 0,78 \text{ мкм}$ и $V_\beta = 2,8\%$), образец УМ32 (имеющий равноосную морфологию зерен с $d_\alpha = 0,99 \text{ мкм}$ и $V_\beta = 24,2\%$), образец М31 (имеющий равноосную морфологию зерен с $d_\alpha = 2,65 \text{ мкм}$ и $V_\beta = 11,2\%$), образец М32 (имеющий равноосную морфологию зерен с $d_\alpha = 4,12 \text{ мкм}$ и $V_\beta = 11,0\%$) и образец STQ (с игольчатой α' мартенситной структурой). Авторы обнаружили, что в образцах УМ3, испытанных при 700 и 800 °C, образец УМ32 с большей долей β -фазы демонстрирует более высокое относительное удлинение при более высокой скорости деформации ($1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$), в то время как УМ31 образца, характеризуется более высоким удлинением при более низкой скорости деформации ($1 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$) рисунок 1.11 .

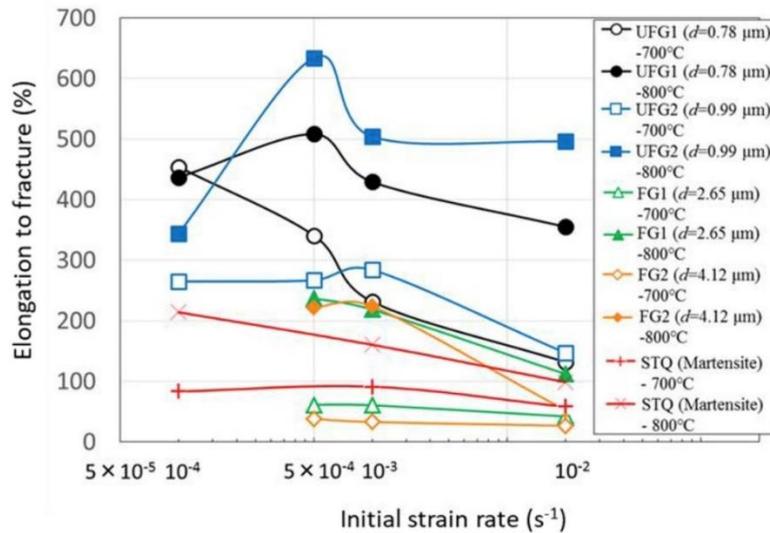


Рисунок 1.11. Относительное удлинение до разрушения сплава Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo 0.1Si в зависимости от скорости деформации при 700 и 800 °С и исходной структуры [100]

1.3.3.3 Соотношение фаз и их распределение

Считается, что для проявления сверхпластичности необходимо наличие двухфазной микроструктуры с примерно равным количеством фаз. Большое количество межфазных границ выгодно замедляет роста зерна, так как для него необходима диффузионная перестройка структуры на межфазной границе, так как кристаллические решетки двух фаз разные. Сверхпластичность титановых сплавов обнаружена в матричных однофазных сплавах благодаря включениям стабильных мелкодисперсных частиц второй фазы замедляющих рост зерна [112,113], по аналогии с сплавами на основе магния и алюминия. Сверхпластичность существенно зависит от природы границ зерен. Когда два зерна одной и той же фазы скользят относительно одно другого, локальное упрочнение в сильно напряженных пограничных областях может уменьшаться за счет миграции границы зерна, что создает области, свободные от деформации, в которых скольжение может продолжаться. Отметим, что появление таких “свежих” областей возможно и благодаря действию механизма диффузионного массопереноса. Упрочненные области, созданные скольжением на границах раздела между химически разнородными фазами, не могут быть устранены простой миграцией границ зерен без диффузионного перераспределения растворенных атомов.

Устойчивость двухфазной структуры при сверхпластической деформации подробно обсуждается Эдингтоном [114]. Большая объемная доля и дисперсность одной фазы желательны для высокой стабильности (низкой тенденции роста зерна) другой фазы. При

относительно низких температурах в сплаве ВТ6 присутствует большая объемная доля α -фазы и низкая объемная доля β -фазы. Однако, поскольку температура недостаточно высокая, рост зерна будет незначительным. С возрастанием температуры, объемная доля β -фазы будет увеличиваться, но в этом случае, температуры будет достаточно, чтобы происходил интенсивный рост зерна. Незначительный рост α -фазы связан с большой долей объема, занимаемого β -фазой и большой протяженностью межфазных границ. Тем не менее, наблюдается быстрый рост зерна β -фазы, т. к. α -фазы недостаточно для сдерживания миграции границ зерен ускоренно диффундирующей β -фазы. Согласно Ghosh и др. [115], увеличение объемной доли β -фазы приводит к увеличению размера ее зерна; следовательно, положительного эффекта β -диффузии не возникает, а, скорее, доминирует рост зерна β -фазы.

Максимальные значения удлинения и коэффициента m как функции объемной доли β -фазы приведены на *рисунке 1.2*.

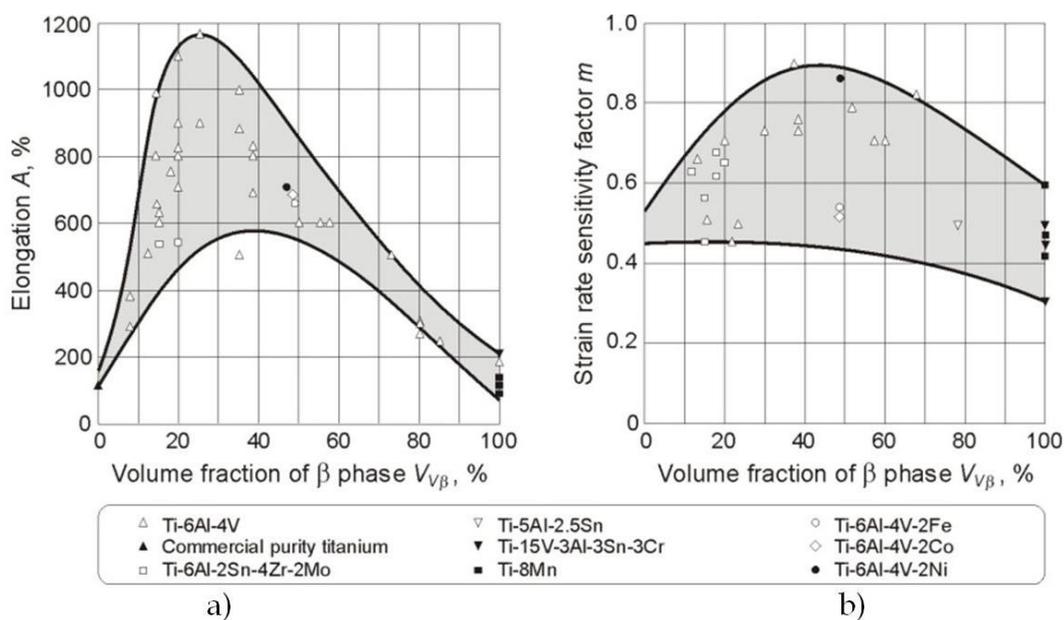


Рисунок 1.12. Влияние объемной доли β -фазы на удлинение (а) и коэффициент скоростной чувствительности m (б) для выбранных титановых сплавов [17]

Увеличение объема β -фазы приводит к улучшению показателей сверхпластичности титановых сплавов. Наибольшие удлинения двухфазных титановых сплавов $\alpha+\beta$ наблюдали при 20-30 % β -фазы, а наибольшие значения скоростной чувствительности достигаются при 40÷50 % объемной доли β -фазы [17]. В работе Kaibyshev [116], оптимальная температура сверхпластичности титановых сплавов близка к температуре, которая обеспечивает

соотношение $\alpha/\beta = 50/50$. Для сплава ВТ6 при оптимальной температуре пропорции α и β фаз близки к 3:2 [116].

1.3.4 Понятие рекристаллизации и роста зерна

В процессе пластической деформации металла растет плотность дислокаций. Если затем материал нагреть, то для уменьшения накопленной энергии, происходят процессы возврата и/или рекристаллизации. Возврат происходит путем миграции дислокаций, приводящей к аннигиляции дислокаций противоположного знака и реорганизации дислокаций в ячеистых структурах в стенки, т.е. формируется структура, состоящая из субзерен, разделенных малоугловыми границами. Рекристаллизацию можно рассматривать как результат двух процессов: зарождения и роста новых зерен с совершенной структурой. Зарождение новых зерен обычно происходит в местах неоднородностей, таких как границы зерен включая тройные стыки зерен, слабдеформируемые частицы вторых фаз, деформационные полосы из-за повышенной плотности дислокации в этих местах [117–120]. Существует множество факторов, которые влияют на поведение металла при рекристаллизации, включая различные параметры термомеханической обработки, такие как: степень, скорость и температура деформации, температура отжига, а также химический состав сплава. Этапы термомеханической обработки, которые проходит сплав, определяют тип рекристаллизации материала. Отжиг при высоких температурах после деформации при комнатной температуре приведет к статической рекристаллизации, во время которой новые зерна зарождаются и растут. Деформация материала при высоких температурах может сопровождаться динамической рекристаллизацией, в процессе которой идет непрерывный процесс накопления плотности дислокаций в критических местах и образование новых зерен и их рост.

Температура и скорость деформации во время процессов горячей деформации оказывают влияние на кинетику как статической, так и динамической рекристаллизации. Более высокая скорость деформации требует меньше времени для формирования зародышей рекристаллизации. Деформация новых зерен увеличивает в них плотность дислокаций и запасенную энергию, вызывая снижение движущей силы роста и, следовательно, препятствует динамическому росту зерна и увеличению напряжения течения [121–124]. Температура деформации оказывает противоположное влияние на напряжение течения из-за снижения напряжения с ростом температуры [124,125]. Повышенная температура

деформации увеличивает движущую силу для движения дислокаций и миграции границ зерен и, следовательно, обеспечит более высокую степень динамического возврата и рекристаллизации во время высокотемпературной деформации. Это приводит к уменьшению движущей силы для любой последующей статической рекристаллизации во время отжига горячедеформированного материала [126].

Рост зерна. Как только рекристаллизованные зерна заменили все деформированные области и плотность дислокаций по обе стороны от границ зерен одинакова, то движущая сила для продолжения рекристаллизации исчезает. Из-за наличия неравновесных границ зерен значительно кривизны и связанной с ними потерей энергии, микроструктура все еще не находится в устойчивом состоянии. При продолжительном отжиге уменьшение общей площади границы зерна и, следовательно, общей энергии действует как движущая сила для роста зерна. В иностранной литературе этот процесс называют “grain growth или рост зерен”, в российской – собирательная рекристаллизация. Поскольку рост зерна является диффузионным процессом, температура отжига будет оказывать существенное влияние на его кинетику. Повышенная температура отжига ускорит диффузионные процессы и, следовательно, приведет к ускорению роста зерна [120].

1.3.5 Влияние температуры на микроструктуру титановых сплавов

Упрочнение материала связано с динамическим ростом зерен в сплаве ВТ6. Динамический рост зерен сильно зависит от скорости деформации и в меньшей степени определяется температурой испытания [127]. Эволюция роста зерна наблюдается в случае динамических испытаний при 870 °С и нескольких скоростях деформации [128]. Guo и др. [129] изучали поведение сверхпластической деформации и эволюцию структуры сплава ВТ6 в диапазоне температур 850-950 °С при постоянной скорости растяжения. Авторы обнаружили, что размеры зерен α и β фаз постепенно увеличиваются с повышением температуры. Рост зерна происходит не только за счет статического роста зерна, но также деформации, ускоряющей рост зерна. Кроме того, объемная доля α -фазы уменьшается, и образуется большой объем зерен β -фазы, что приводит к их росту (*рисунок 1.13*). Более высокая температура обеспечивает больше энергии для миграции границ раздела фаз, что ускоряет со стороны β -фазы поглощение мелких зерен и приводит к увеличению ее размера с ростом температуры.

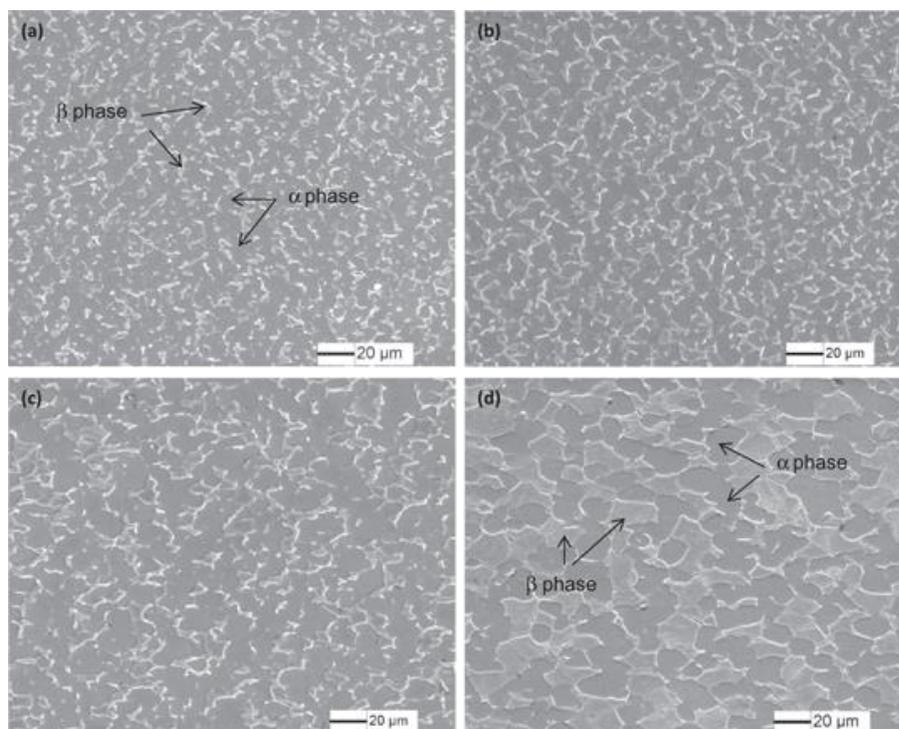


Рисунок 1.13. Микроструктуры образцов, деформированных при скорости 0,6 мм/мин в диапазоне температур 850–950 °С [129] (a) 850 °С, (b) 880 °С, (c) 900 °С, (d) 950 °С

Авторы также обнаружили, что при большой скорости растяжения (3,0 мм/мин и 1,2 мм/мин), зерна фаз относительно более мелкие, чем исходные, что может быть следствием процессов динамической рекристаллизации. В случае низкой скорости деформации (0,3–0,6 мм/мин), зерна становятся более крупными, очевидно, из-за доминирования динамического роста зерна (рисунок 1.14.). Чем больше скорость деформации, тем больше движущая сила рекристаллизации и меньше времени отводится для роста зерен. Таким образом, при более высокой скорости динамическая рекристаллизация протекает, а за короткое время динамический рост зерна не столь интенсивен, что в совокупности приводит к более мелкозернистой структуре.

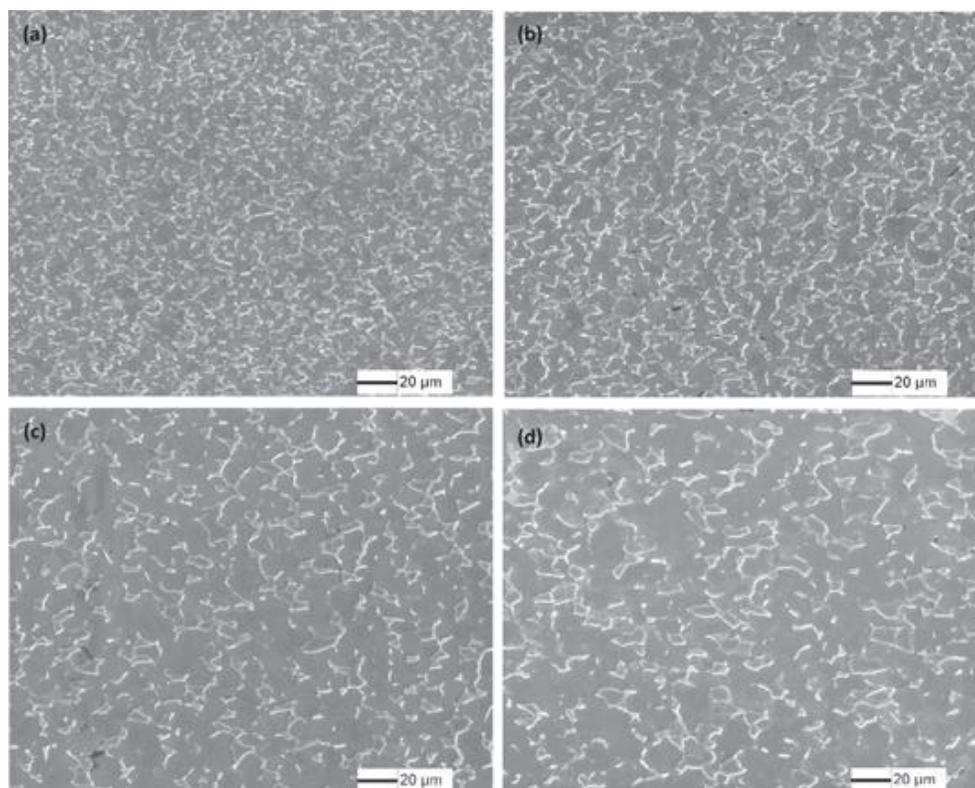


Рисунок 1.14. Микроструктуры сплава ВТ6 вблизи области разрушения после испытаний на растяжение при 900 °С и различных скоростях деформации [129]. (а) 3,0 мм/мин, (б) 1,2 мм/мин, (в) 0,6 мм/мин, (г) 0,3 мм/мин

Чжан и др. [63] исследовали сверхпластичность ультрамелкозернистого сплава ВТ6 в диапазоне температур 700-850 °С и скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . Они обнаружили, что при 700 и 750 °С (рисунок 1.15а-д.) на границах α/α - и α/β -зерен присутствует большое количество дислокаций. Это указывает на то, что движение границ зерен затруднено в изучаемом диапазоне температур. Образовавшиеся дислокации, а также субграницы внутри α -зерен, указывают на то, что динамический возврат может быть важным механизмом, влияющим на микроструктуру материала. При 800 и 850°С (рисунок 1.15е-н) граница между α -зернами становится ровной с небольшим количеством дислокаций, в то время как на границе зерен α/β и внутри β зерен имеется много дислокаций. Границы зерен β -фазы также неидеальны.

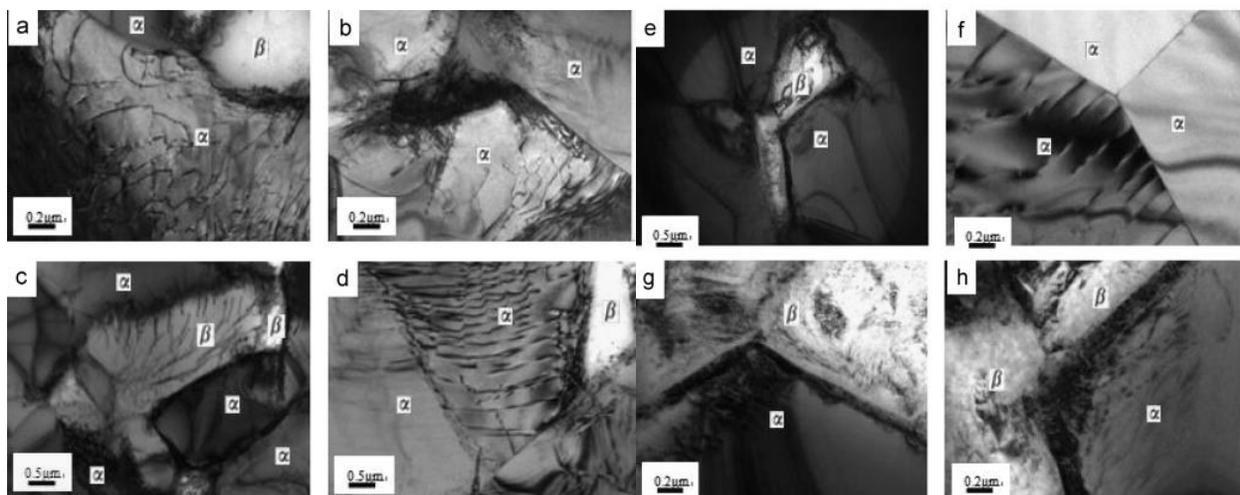


Рисунок 1.15. ПЭМ изображения сплава после испытаний на растяжение при различных температурах [94] (a и b) 700 °С, (c и d) 750 °С, (e и f) 800 °С, (g и h), 850 °С

Таким образом, аккомодационный механизм деформации осуществлялся в основном за счет деформации β -фазы. Исследователи пришли к выводу, что при температуре ниже 800 °С механизм деформации в этом диапазоне температур - это, в основном, движение дислокаций, включая динамический возврат и образование границ субзерен. При температуре выше 800 °С зернограничное скольжение становится основным механизмом с аккомодацией дислокационным скольжением, сопровождаемым динамической рекристаллизацией. При этом, авторы не отмечают, что повышенная плотность дислокаций может возникать и в результате объёмных изменений при полиморфном или мартенситном превращениях в процессе охлаждения образца.

1.4 Механизмы сверхпластической деформации

Механизмы сверхпластической деформации до сих пор окончательно не определены. Поведение материалов при сверхпластической деформации отличается от состояния при пластической деформации или же при ползучести. Эти механизмы предполагают деформацию зерен в направлении наибольшего главного напряжения, тогда как сверхпластически деформированный материал имеет микроструктуру по форме зерен близкую к недеформированному материалу (рисунок 1.16).

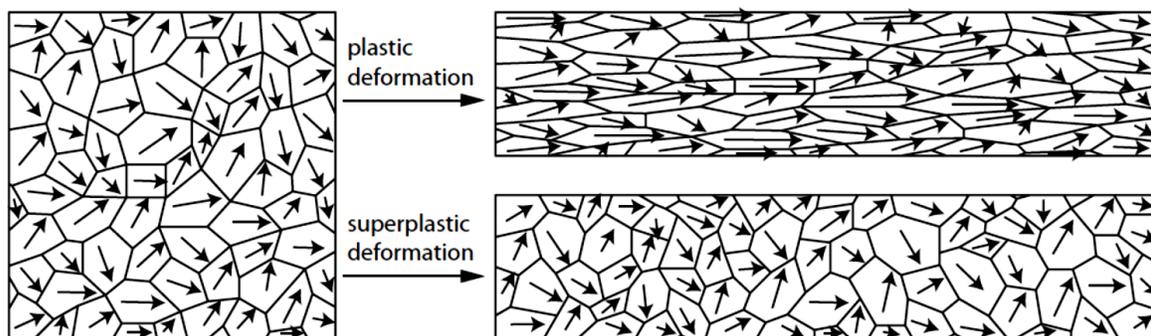


Рисунок 1.16. Разница между пластической и сверхпластической деформацией в масштабе микрочастиц; стрелки указывают на ориентацию кристалла.

Как показано на *рисунке 1.16* при сверхпластической деформации в большинстве своем коэффициент формы зерен практически не изменяется [56]. Согласно [50] это поведение обусловлено следующими факторами: во-первых, материал менее подвержен анизотропии при пластической деформации, а во-вторых, сверхпластичные материалы в целом проявляют меньшее упрочнение, чем обычные материалы.

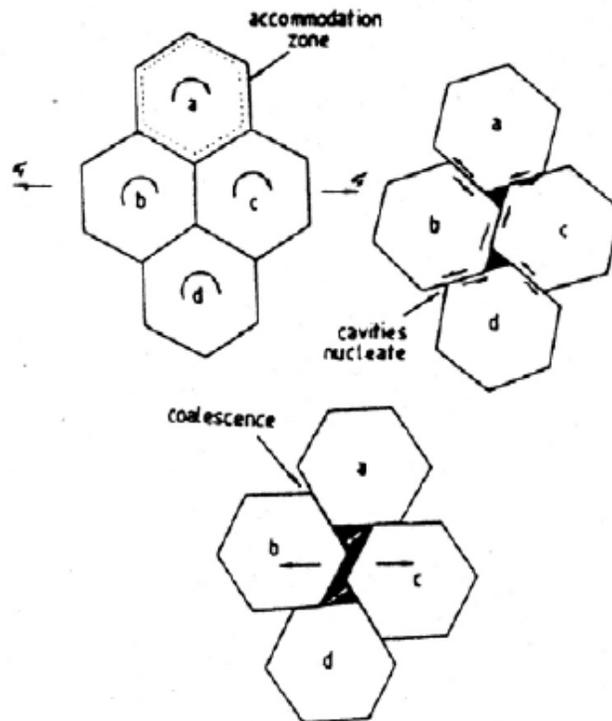
1.4.1 Зернограничное скольжение как основной механизм (ЗГС)

ЗГС наблюдается при равноосной форме зерен. Зерна остаются равноосными во время деформации или, если они не были равноосными до деформации, они становятся таковыми после прохождения динамической рекристаллизации на начальном этапе деформации. Наблюдается смена оседей зерен и появление на поверхности новых зерен. Маршрут движения отдельных зерен является функцией нормальных и сдвиговых напряжений, действующих на их границах, а также формы и ориентировки зерна относительно оси деформации. Таким образом, движение и вращение являются случайными по своей природе, происходящими в разных направлениях и с разной длиной пути. В результате этого механизма текстура ослабляется с увеличением деформации, в то время как при дислокационном скольжении обычно наблюдается противоположное явление – усиление текстуры.

В частности, исследователи наблюдали прямые доказательства зернограничного скольжения которое аккомодируется другими механизмами, (i) диффузионным, (ii)

дислокационным, (iii) сочетание обоих аккомодационных механизмов. Некоторые исследователи наблюдали признаки кооперативного зернограничного скольжения [130].

Если зерна считать абсолютно жесткими, то зернограничное скольжение в такой системе приводит к образованию пустот в микроструктуре *рисунок 1.17*.



;

Рисунок 1.17 Образование и рост пор, являющееся неотъемлемой частью зернограничного скольжения [131]

Однако микроструктурные исследования на многих сверхпластичных материалах не выявили существенной пористости. Даже если некоторые поры наблюдаются, их распределение неоднородно и далеко от того, что следует ожидать в случае зернограничного скольжения с жесткими зёрнами. Увеличение скорости деформации и снижение температуры способствует аккомодации за счет движения дислокаций, тогда как уменьшение скорости деформации и повышение температуры способствует аккомодации за счет диффузии. Оба механизма обеспечивают сниженную пористость. Представление пустотного зародышеобразования, роста и коалесценции из-за несмещенного скольжения границ зёрн.

Padmanabhan et al.[132] постулировали, что наблюдаемая аннигиляция текстуры при сверхпластическом течении обусловлена случайным вращением зёрн при

сверхпластической деформации, а образование случайных ориентаций после случайного вращения зерен с последующим проскальзыванием показаны на *рисунке 1.18* [133]

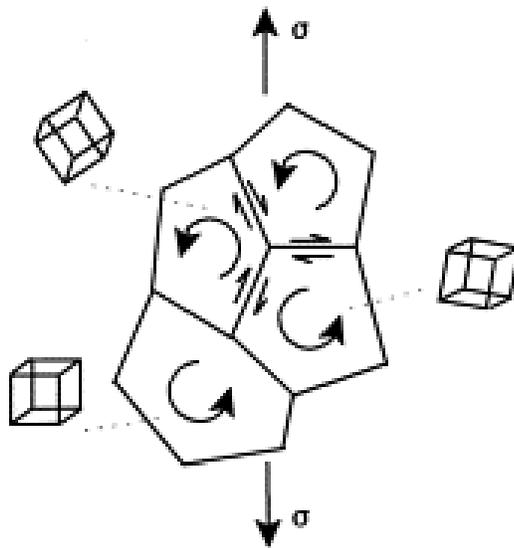


Рисунок 1.18 Схема зернограничного скольжения с разворотом зерен [133]

Alabort с соавторами [130] изучали механизмы сверхпластической деформации в ВТ6 с помощью *in-situ* наблюдений изменений на поверхности. При более низкой температуре $650\text{ }^{\circ}\text{C}$ и 10^{-3}c^{-1} сверхпластичность отсутствует. Микрофотографии SEM в двух различных точках времени / деформации представлены на *рисунке 1.19* (А) и (Б), показывающие микроструктуру при 0 и 30 % деформации соответственно. Удлинение зерна ясно наблюдается. Внутриверенная пластическая деформация (в виде полос скольжения) наблюдается при отсутствии признаков ЗГС. *Рисунок 1.19* показывает, что границы зерен А-В-С-Д остаются неизменными.

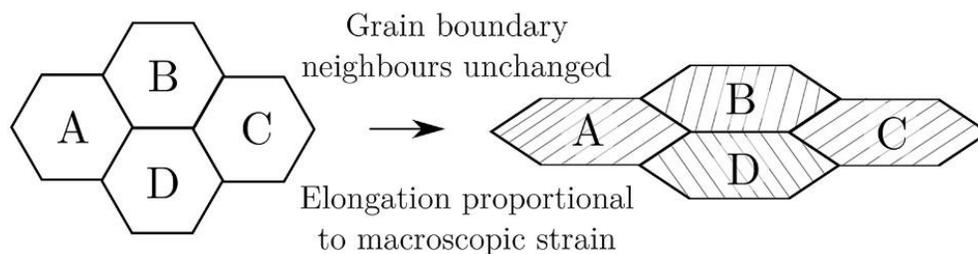
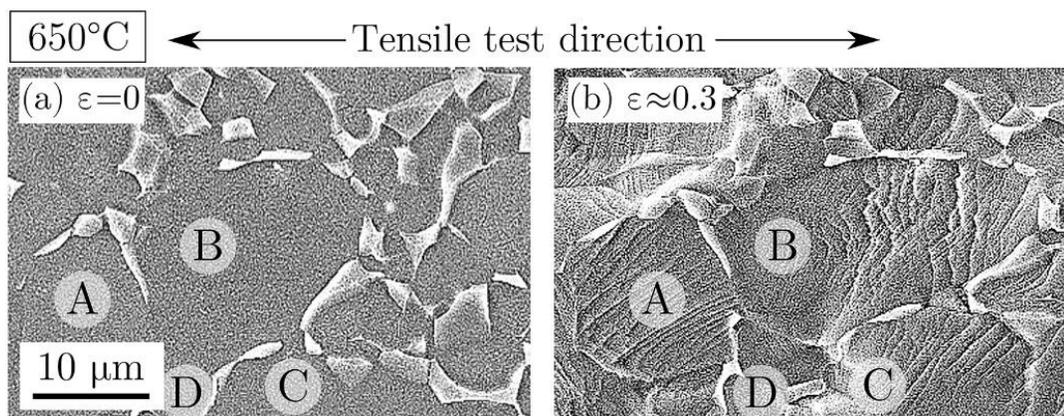


Рисунок 1.19. Микроструктура поверхности сплава ВТ6 после деформации при 650 °С и 10^{-3}c^{-1} (а) и при >30% деформации (б) [130]

Микроструктуры при 700 °С и скоростях деформации 3×10^{-3} и $2 \times 10^{-4}\text{c}^{-1}$ показаны на *рисунке 1.20*. При этом зернограничное скольжение наблюдается. При этой температуре присутствует мало фазы β , и это, по-видимому, облегчает ЗГС, как показано на *рисунке 1.20* (б). При скорости деформации $3 \times 10^{-3}\text{c}^{-1}$ движение зерен сопровождается внутризеренной деформацией; полосы скольжения формируются и наблюдается удлинение зерен вдоль направления растяжения. Для более низкой скорости $2 \times 10^{-4}\text{c}^{-1}$, структура отличается и полосы скольжения не обнаруживаются.

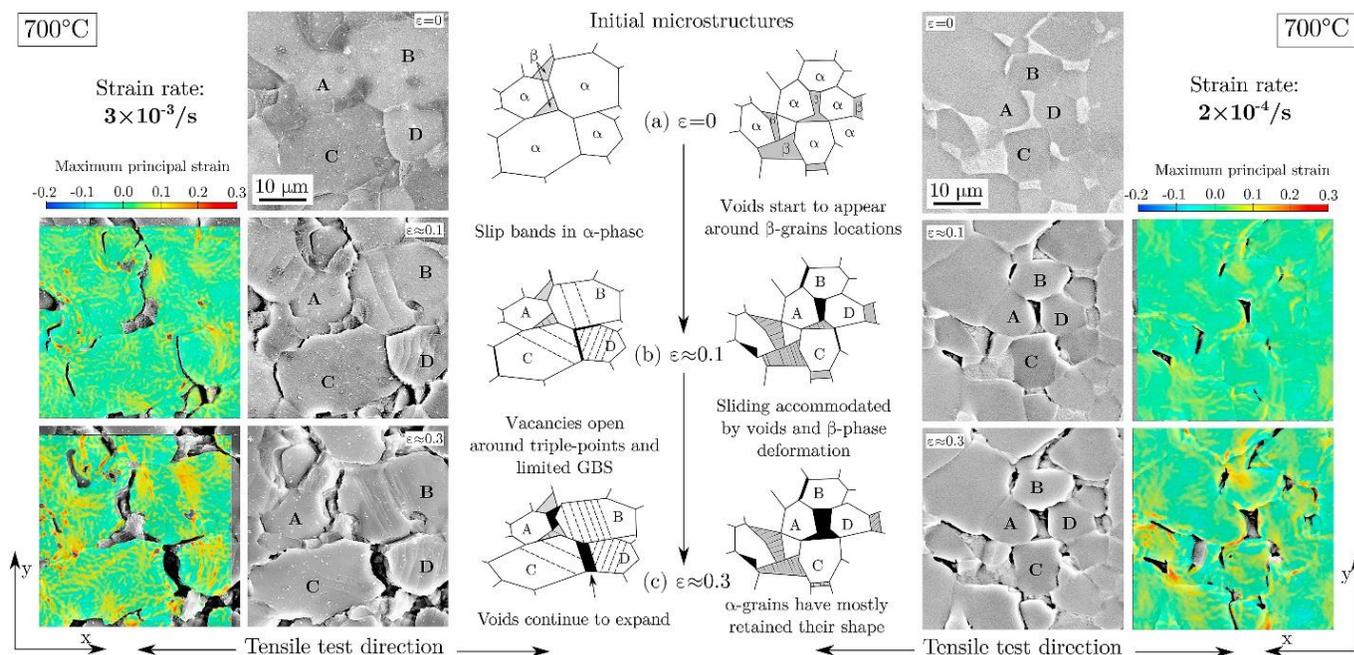


Рисунок 1.20. Микроструктура образца ВТ6, испытанного при 700 °С при скоростях деформации 3×10^{-3} и $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, и приостановлены для уровней деформации: (а) исходного состояния; (б) 10% деформации; (в) 30% деформации. Оценка максимальной нормальной деформации, определенная с использованием корреляции цифрового изображения, предоставляется рядом с каждым соответствующим микрографом SEM [130]

Кроме того, авторы пришли к выводу, что в процессе деформации ВТ6 доминирующим процессом является зернограничное скольжение по Рейчингеру (GBS), поэтому размер субзерна λ имеет большое значение. ЗГС по Рейчингеру наблюдается когда размер субзерен λ больше среднего размера зерна, d . Если λ меньше d , то дислокации накапливаются в λ , образуя границы субзерен, что в конечном итоге приводит к динамической рекристаллизации рисунок 1.21. Это изменение механизма подтверждается наблюдениями за структурой на поверхности, экспериментальным измерением параметра m и аналитическим моделированием деформационного поведения.

1.5 Технологические карты

Известно, что материалы, подвергающиеся горячей деформации, рассеивают накопленную энергию нелинейно [134]. Коэффициент скоростной чувствительности m является фактором, который распределяет приложенную энергию между выделением тепла и эволюцией микроструктуры. Эффективность рассеивания энергии η и параметр неустойчивости $\xi_{(\dot{\epsilon})}$, которые связаны с работой горячей деформации, могут быть выражены чувствительностью скорости деформации m следующим образом (уравнение 1-3-5) [95,135–140]:

$$\eta = \frac{2m}{m+1} \quad (1.3)$$

$$m = \left(\frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} \right)_{T, \dot{\epsilon}} \quad (1.4)$$

$$\xi_{(\dot{\epsilon})} = \frac{\partial \left(\frac{m}{m+1} \right)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} + m < 0 \quad (1.5)$$

где значения η and $\xi_{(\dot{\epsilon})}$ с различными температурами и скоростями деформации могут быть представлены в виде трехмерного графика, который называется «технологическая карта». В целом, технологические карты помогают определить надлежащий диапазон температур скоростей горячей деформации, в котором протекают микроструктурно-«безопасные» механизмы, например, такие как динамическая рекристаллизация, и избежать режимов неустойчивости течения [135,141,142]. Более высокие значения η характерны для лучших условий горячей деформации [95,137].

Mathieu [143] представил деформационную карту для сплава ВТ6 (рисунки 1.22). Он отмечает, что для температур ниже 650°C и всех скоростей деформации, деформация за счет движения дислокаций является основным механизмом. В этой области удлинение зерен основное микроструктурное изменение. При более высокой температуре и скоростях деформации ниже $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ деформация регулируется скольжением и вращением равноосных зерен с их аккомодацией диффузионным и дислокационным скольжением для обеспечения целостности материала. Выше 750 °C и для скоростей деформации, превышающих $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, деформация за счет движения дислокаций снова становится основным механизмом. Выше 950 °C и при скорости деформации, ниже $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, динамический рост зерна обеспечивает появление зерен, слишком больших для ЗГС.

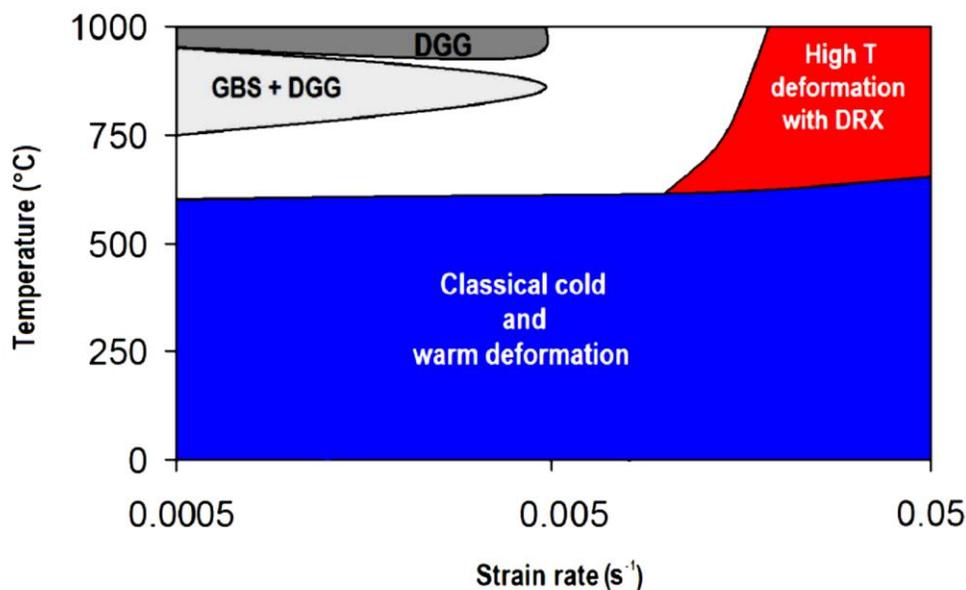


Рисунок 1.22. Карта деформации для интервала температур от комнатной до 1000 °C и скоростей деформации от $5 \times 10^{-4} \text{c}^{-1}$ до $5 \times 10^{-2} \text{c}^{-1}$ (DGG: динамический рост зерна; ЗГС: зернограничное скольжение; DRX: динамическая рекристаллизация) [143].

Niu и другие [144] представили деформационную карту для оценки эффективности процессаковки титанового сплава Ti600, с псевдо α -структурой, и для определения нестабильных режимов (рисунок 1.23). Они обнаружили, что высокие значения эффективности рассеивания мощности, более 55% наблюдали в условиях скорости деформации ниже $0,01 \text{ c}^{-1}$ и температуры около $920 \text{ }^\circ\text{C}$, что соответствует условиям сверхпластической деформации в этой области. Кроме того, нестабильность деформации наблюдали в режиме скорости деформации выше 1 c^{-1} и во всем изучаемом интервале температур.

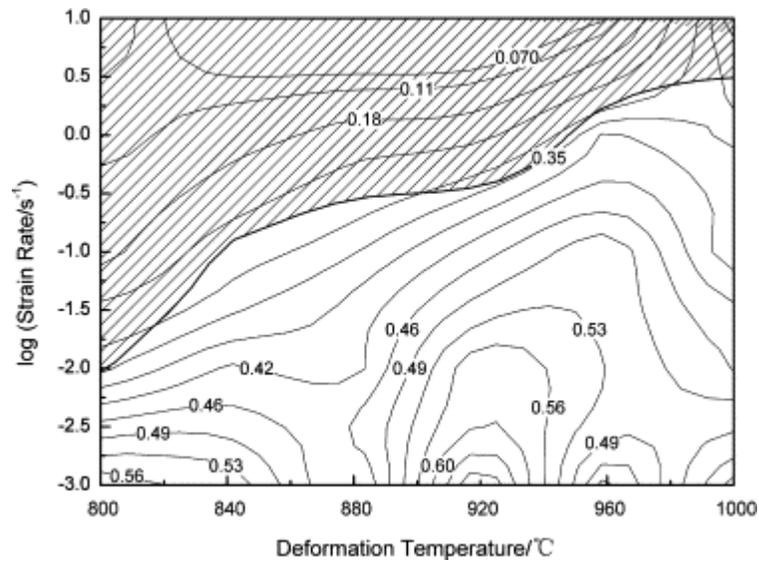


Рисунок 1.23. Карта деформации титанового сплава Ti600 для степени деформации 0,5 [144]

Применение таких карт – важный аппарат для анализа полученных экспериментальных данных, позволяющий выбирать наиболее оптимальные условия формообразования.

1.8 Эффективная энергия активации сверхпластической деформации

Влияние скорости деформации и температуры на деформационное поведение может быть выражено через параметр Зинера-Холломона (Z) в форме экспоненциального уравнения (уравнение 1.6-9) [145–147]:

$$z = \dot{\epsilon} e^{\left(\frac{Q}{RT}\right)} = f(\sigma) \quad (1.6)$$

где $\dot{\epsilon}$ – значение скорости деформации (с^{-1}); T – температура деформации (К); Q – эффективная энергия активации деформации (кДж/моль); и R – универсальная газовая постоянная ($8,314 \text{ кДж} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{К}^{-1}$).

Соотношение между Z и напряжением течения (σ) может быть выражено различными эмпирическими уравнениями: степенным уравнением (уравнение 1.7), экспоненциальным уравнением (уравнение 1.8), и уравнением гиперболической функции синуса (уравнение 1.9) [148].

$$f(\sigma) = A_1 \sigma^{n_1} \quad (1.7)$$

$$f(\sigma) = A_2 \exp(\beta \sigma) \quad (1.8)$$

$$f(\sigma) = A_3 [\text{Sinh}(\alpha \beta)]^{n_2} \quad (1.9)$$

Где $A_1, A_2, A_3, n_1, n_2, \beta$ и α - постоянные материала, α - множитель напряжения и постоянная, которая корректирует прогнозируемые значения в нужном диапазоне; α можно описать как уравнение 1.10.

$$\alpha \approx \frac{\beta}{n_1} \quad (1.10)$$

Значения констант в уравнениях (1.6) - (1.9) находят путем построения зависимости $\ln(Z)$ от $\ln(\sigma)$ и $\ln(Z)$ от σ , соответственно. Значения α определяют с использованием уравнения (1.10) и значения неизвестных постоянных в уравнении (1.9) определяют путем построения зависимостей $\ln(Z)$ от $\ln(\text{Sinh}(\alpha\beta))$. Согласно [149], уравнение (1.7) дает более точные результаты для более низких напряжений, чем уравнению (1.8), а уравнение (1.9) применимо для всех значений напряжений. Энергия активации (Q) отражает сложность атомных перестроек, участвующих в контролируемом скоростью механизме [150]. Несколько авторов определили значение Q в различных титановых сплавах, и найденные значения ясно показывают, что эффективная энергия активации сверхпластической деформации зависит от исходной микроструктуры и чувствительна к небольшим изменениям химического состава [151–158]. В таблице 1.5 приведены некоторые значения энергии активации для нескольких титановых сплавов с разным типом микроструктуры, деформированных в диапазоне существования ($\alpha + \beta$) фаз.

Таблица 1.5. Эффективная энергия активации свехпластической деформации титановых сплавов с различной структурой

Сплав / фаза	Интервал температур, (°C)	Эффективная энергия активации (Q_D) (kJ mol^{-1})	Литературные источники
α - Ti	Самодиффузия* (690-850)	150	[151,159]
β -Ti	Самодиффузия* (740-857)	153	[152,159]
Ti-0.06Fe-0.01C-0.11O-0.01H (CP-2)	750-875	242	[153]
Ti-0.05Fe-0.04C-0.16O-0.03N-0.01H (CP-2)	800-875	346	[154]
Ti-6Al-5Zr-0.5 Mo-0. 25Si (псевдо- α)	775-975	243	[155]
Ti-5.8Al-4Sn-4Zr-1Nb-0.5Mo-0.35Si (псевдо- α)	900-1020	142-310	[156]
Ti-5Al-2.5Sn (α)	800-900	204-358	[157]
Ti-6Al-4V ($\alpha+\beta$)	750-950	330	[158]
Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe (β -сплав)	730-805	271.1	[160]

*- энергия активации самодиффузии в чистом титане

1.7 Окисление титановых сплавов при сверхпластической деформации

Диапазон температур деформации титановых сплавов в режиме сверхпластичности варьируется от 600 до 1000 °С в зависимости от элементного состава. Однако, титановые сплавы легко окисляются на воздухе при повышенных температурах [161]. Окисление поверхности титановых сплавов приводит к образованию α слоя и оксидов и снижению пластичности сплава, что является проблемой для получения изделий [162,163]. В результате, образование нестабильных оксидов ограничивает срок службы титановых сплавов при высоких температурах. Ду и др. [164] показали, что оксидная пленка образуется на поверхности сплава при высокой температуре и воздействии атмосферы воздуха. Patankar и др. [79] отметили, что окисление может снизить пластичность ВТ6 во время сверхпластической формовки. Чтобы предотвратить окисление, в большинстве случаев высокотемпературная деформация сплавов осуществляется в защитной атмосфере аргона при предварительной вакуумизации.

Тап и др. [165] приводят результаты исследований по влиянию окисления на сверхпластичность промышленно-чистого титана, деформированного со скоростью 10^{-1}с^{-1} – 10^{-3}с^{-1} в температурном интервале 600–800 °С. Они обнаружили, что окисление на поверхности титана приводит к образованию оксидной пленки (TiO_2), толщина которой увеличивается с увеличением времени воздействия и температуры. Поскольку эта оксидная пленка является очень хрупкой, она может вызывать образование трещин и ухудшить пластичность титана при высоких температурах. Таким образом, процесс сверхпластической деформации/формовки должен выполняться в защитной атмосфере, например, в атмосфере аргона, желательно с предварительной вакуумизацией, чтобы избежать интенсивного окисления.

1.8 Уравнение связи напряжения и степени деформации для сверхпластичных титановых сплавов

Известно, что в процессе горячей деформации происходят разные микроструктурные изменения, которые определяют течение материала. Механизмы упрочнения и разупрочнения в основном определяются скоростью деформации и температурой [19–21]. Понимание поведения деформации металлических сплавов при повышенных температурах помогает получить информацию о процессах происходящих при формовке металлов. Три основные категории моделей используются для описания напряженного состояния металлических

сплавов: (1) физические модели; (2) феноменологические и (3) модели связи реализованные с использованием искусственных нейронных сетей [22–26]. Феноменологические модели обычно используют при моделировании процессов горячей деформации благодаря их практичности и точности. Значительная часть литературы по моделированию, посвященная титановым сплавам, уделяет особое внимание сплавам ($\alpha + \beta$)-типа, в особенности титановому сплаву ВТ6 [26,48,166,167]. Уравнение типа Аррениуса, в котором напряжение течения выражается гиперболическим законом, впервые было предложено Jonas и др. [168]. Во многих исследованиях именно гиперболическое уравнение Аррениуса использовали для определения напряжения течения различных металлических сплавов во время деформации при повышенных температурах [24,25].

Относительно недавно искусственная нейронная сеть (ИНС) предоставила принципиально новый подход к моделированию поведения материалов и управления данными с помощью статистических или численных методов [169]. Архитектура ИНС состоит из входного уровня, выходного уровня и одного или нескольких скрытых слоев. Эти части связаны, чтобы сформировать единицу, названную нейроном. Входной слой предназначен для сбора данных извне. Выходной слой передает информацию пользователям. Количество скрытых слоев может варьироваться в зависимости от объема данных, помещаемых во входной и выходной слои. На самом деле, скрытый слой обладает способностью упрощать нелинейные задачи. Основная идея анализа с помощью ИНС заключается в минимизации различий между известными значениями входных и выходных данных. Таким образом, ИНС имеет возможность настраивать, запоминать и прогнозировать. Этот подход считается более эффективным, чем использование уравнений регрессии, благодаря его возможностям по экстраполяции и интерполяции данных в определенном диапазоне. Этот метод предоставляет отличающийся способ использования примеров точной функции, чтобы найти константы модели, которые создадут конкретную функцию отображения с целью максимально точного приближения функции к полученным данным [170,171]. Важно, что ИНС подходит для решения нелинейных и сложных зависимостей. Этот метод моделирования все чаще используют для моделирования поведения металлических материалов в процессе горячей деформации [172,173]. ИНС распознает шаблоны в серии входных и выходных значений без каких-либо предварительных предположений. ИНС не требует каких-либо физических знаний о критериях деформации и микроструктуре. Как результат, метод подходит для моделирования поведения материалов в

условиях горячей деформации при различных режимах обработки. ИНС позволяет хранить данные в памяти. Сеть может работать с дискретными данными и настраивать имеющуюся нейронную сеть для аппроксимации новых экспериментальных данных [174]. ИНС настраивается с целью воспроизведения целевой функции в соответствии с вводом обучающей выборки. Благодаря высокой способности параллелизма, ИНС подходит для оценки напряжения течения материала по экспериментальным данным. Опубликованы результаты модели нейронной сети с обратным распространением для прогнозирования напряжения течения сплава ВТ6 [175]. Авторы [175] подчеркнули возможность успешной тренировки ИНС как в β -, так и в $\alpha + \beta$ -фазовых областях. Модель типа Аррениуса и искусственная нейронная сеть были разработаны для другого титанового сплава β -типа (Ti-25V-15Cr-0.3Si) [172] и в случае модели ИНС наблюдалось хорошее согласие между предсказанными и экспериментальными значениями напряжений течения, лучшее чем для моделей типа Аррениуса.

1.9 Моделирование методом конечных элементов (МКЭ) процесса сверхпластической формовки

Моделирование процесса формовки необходимо для получения качественных изделий и выбора оптимального режима сверхпластической формовки [176]. Моделирование МКЭ широко используется для понимания процессов формообразования, и приводит к значительному сокращению потерь материала и времени, а также затрат на изготовление модельных штампов для их корректировки. Сложные формы изделий с большими деформациями, нелинейными материалами и соединениями можно эффективно и быстро обрабатывать с использованием МКЭ [27–29]. Sorgente и др. [176] показали, что моделирование МКЭ деформации в условиях сверхпластичности эффективно использовать для оптимизации процесса. Giuliano [28] рассмотрел четырехузловые, изопараметрические и произвольные четырехугольные элементы для анализа МКЭ сплава ВТ6. Chen и др. [29] использовали непрерывный элемент для анализа методом конечных элементов в сплаве ВТ6.

Как экспериментальные, так и прогнозируемые данные являются составными частями конститутивного уравнения. Оно характеризует поведение материалов, используемых в качестве входных данных для МКЭ для моделирования реакции материала в указанных условиях нагрузки [177]. На достоверность результатов моделирования серьезное влияние оказывает точность используемого уравнения.

Sorgente и др. [178] разработали модель конечных элементов, которая способна точно предсказывать распределение толщины после СПФ титановых биомедицинских имплантатов. В качестве примера и в целях реальной проверки они изготовили биомедицинский имплантат (компонент черепа). Максимальные уровни деформации и сравнение экспериментальных и численных результатов их исследования показаны на рисунке 1.24-25. Исследователи показали, что численные результаты хорошо согласуются с экспериментальными результатами. Таким образом, МКЭ является хорошим инструментом для моделирования процесса сверхпластической формовки.

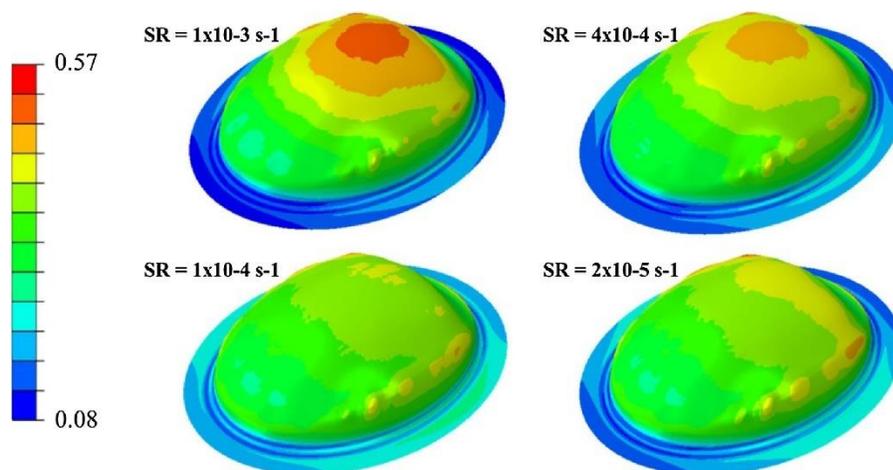


Рисунок 1.24 – Карты напряжений для деформируемой заготовки на заключительных стадиях формования при изменении скорости деформации [178]

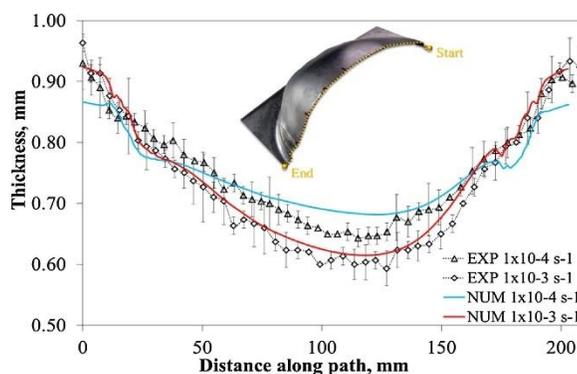


Рисунок 1.25 – Сравнение экспериментальных и численных результатов изменения толщины по сечению изделия [178]

Использование численного анализа формовки листового металла направлено на снижение себестоимости и длительности производственного процесса, а также повышение

качества продукции. Чтобы эти три требования были выполнены, модель должна уметь точно отражать течение различных процессов и операций формования листового металла и быть удобной для пользователя. Результаты анализа должны быть эффективны и полны, с учетом различных выходных данных, таких как напряжение, деформация, распределение по толщине, режимы разрушения и т. д. Все эти параметры будут в том числе определяться микроструктурой сплава.

1.10 Заключение

Основными задачами сверхпластической формовки титановых сплавов на текущий момент являются: 1) получение листов/сплавов способных к сверхпластичности при пониженных температурах, что необходимо для снижения времени формообразования, себестоимости оснастки и ее ресурса эксплуатации, 2) вопрос оптимизации режима формообразования обеспечивающего минимальную разнотолщинность, т.е максимальную однородность деформации и использования пониженных температур для сверхпластической формовки листов стандартных сплавов, 3) вопрос о роли действующих механизмов и роли каждой из фаз при сверхпластическом течении также открыт, так как эволюция микроструктуры и дислокационной структуры титановых сплавов при СП течении не настолько детально изучена как для сплавов на других основах, а среди сплавов на основе титана работа только недавно выполнена для сплава ВТ6. В литературе рассмотрены несколько подходов связанных с оптимизацией показателей сверхпластичности титановых сплавов. Первый подход связан с модификацией микроструктуры за счет использования передовых производственных процессов, таких как интенсивная пластическая деформация, которые приводят к появлению сверхпластичности при пониженных температурах и повышенных скоростях деформации. Экзотическими методами удастся снизить нижний температурный порог проявления сверхпластичности до 500 °С. Однако, этот подход скорее пригоден для получения небольших изделий, например, в медицинской сфере для получения биоимплантов. Применение термомеханической обработки, реализуемой в промышленных условиях, позволяет снизить температур формовки до 775 °С в сплаве ВТ6, данные листы производились корпорацией ВСМПО-АВИСМА (РФ) для Boeing (США). Второй подход основан на модификации химического состава сплавов, путем добавления легирующих элементов, которые способствуют формированию более мелкозернистой структуры, и сдерживанию роста зерна во время формовки [67,72]. В качестве легирующих элементов

эффективны элементы с высоким коэффициентом диффузии в титане, что обеспечивает снижение температурного интервала сверхпластичности и добавки сдерживающие динамический рост зерен. Как перспективные добавки в данной работе принято решение рассмотреть железо и бор для снижения температуры проявления сверхпластичности основного исследуемого сплава.

Внедрение новых сплавов и технологий требует времени и больших финансовых затрат, поэтому в настоящее время промышленность вынуждена работать с сертифицированными сплавами. Задача оптимизации процессов сверхпластического течения промышленных листов титановых сплавов и возможности формообразования при пониженных температурах также актуальна. Большое число опубликованных работ основано на использовании методов математического моделирования процессов сверхпластического течения. Использование метода конечных элементов с модифицированными математическими моделями связи напряжения и деформации, полученными по результатам испытаний необходимо для успешного процесса СПФ. При этом, большая часть данных и математических моделей получена и разработана для сплава ВТ6, и есть пробел в понимании особенностей сверхпластической деформации других промышленных сплавов, очень мало опубликованных данных по сплавам с псевдо-альфа структурой, например, ОТ4-1 системы Ti-Al-Mn и сложнолегированных сплавах типа ВТ14, моделировании деформационного поведения и эволюции микроструктуры титановых сплавов при сверхпластической деформации и оптимизация режимов сверхпластической формовки титановых сплавов с использованием МКЭ. В данном ключе детально изучен только сплав ВТ6.

Работ, исчерпывающе описывающих механизмы сверхпластической деформации титановых сплавов, также недостаточно. В целом исследователи сходятся во мнении, что зернограничное скольжение доминирует при сверхпластическом течении, в том числе и для титановых сплавов, обеспечивая высокую скоростную чувствительность и сопротивление образованию шейки. К такому решению приводят современные теоретические знания и физические модели. При этом имеющиеся модели не позволяют однозначно судить о том, какой механизм служит аккомодационным, одни авторы отрицают диффузионный перенос и считают, что аккомодация идет только дислокационной ползучестью, другие считают, что диффузионный массоперенос играет ведущую роль, а третьи соглашаются, что оба механизма могут выполнять аккомодационную функцию. При этом, прямых микроструктурных исследований действующих механизмов в титановых сплавах не

достаточно, что обусловлено особенностями сплавов титана, сложностями микроструктурного анализа из-за наличия полиморфного/мартенситного превращений, высокой склонностью к окислению поверхности образцов при деформации. Можно отметить детально описанную выше уникальную работу Dr. E. Alabort выполненную по результатам наблюдений непосредственно в колонне электронного сканирующего микроскопа, которая была опубликована уже в процессе выполнения данного исследования и объяснила совокупность действующих механизмов деформации и их зависимость от параметров деформации для сплава ВТ6, опираясь на теорию зернограничного скольжения аккомодируемого дислокационной ползучестью. Работ на других сплавах или похожих современных исследований не опубликовано.

Предыдущие исследования в области сверхпластичности титановых сплавов показали, что для оптимизации процесса СПФ необходимо определение показателей сверхпластичности в разных температурно-скоростных условиях и понимание микроструктурных изменений при нагреве и собственно деформации. Задачи представленной диссертации сфокусированы на количественном определении показателей сверхпластичности слабоизученных с точки зрения сверхпластичного поведения титановых сплавов ОТ4-1 и ВТ14 в сравнении со стандартным сплавом ВТ6, характеристике микроструктуры материалов и анализе ее эволюции, моделировании сверхпластического течения, оптимизации режимов сверхпластической формовки и анализе микроструктуры после сверхпластической формовки и анализе механизмов сверхпластической деформации по данным микроструктурного анализа объема и поверхности образцов.

Глава 2.

Материалы и методики исследований

Глава 2 включает описание материала и методик исследования. Рисунок 2.1 схематично иллюстрирует план работы.

2.1 Объекты исследований

Один из выводов, сделанных по итогам литературного обзора, заключается в том, что проявление сверхпластической деформации зависит от исходной микроструктуры металлических материалов, соотношения фаз и размера зерен. В качестве объектов исследования использовали листы сплавов ОТ4-1 и ВТ14, промышленные листы сплава ВТ6 были взяты для сравнения. Химический состав исследуемых сплавов по основным компонентам представлен в таблице 2.1. Листы были изготовлены на ОАО «Корпорация ВСПО-АВИСМА». Исследуемые сплавы имеют различную исходную микроструктуру, сплав ОТ4-1 псевдо- α сплав, а сплавы ВТ14 и ВТ6 относятся к группе ($\alpha+\beta$)-сплавов. Кроме того, были исследованы листы сплава ВТ14 близкого химического состава с отличающей исходной микроструктурой, образцы обозначали ВТ14-СТ и ВТ14-СП.

Теоретическую температуру β -трансуса, объемную долю фаз в равновесных условиях при различных температурах для каждого сплава анализировали при помощи программного продукта «Thermo-Calc» с использованием базы данных «TTTi3».

Таблица 2.1 – Химический состав исследуемых сплавов по основным легирующим элементам

Сплав	Al	V	Mn	Mo	Ti
ВТ6	6.9	4.3	-	-	основа
ОТ4-1	2.5	-	1.6	-	основа
ВТ14 /СТ	4.1	1.3	-	3.0	основа
ВТ14 /СП	4.1	1.1	-	3.2	основа

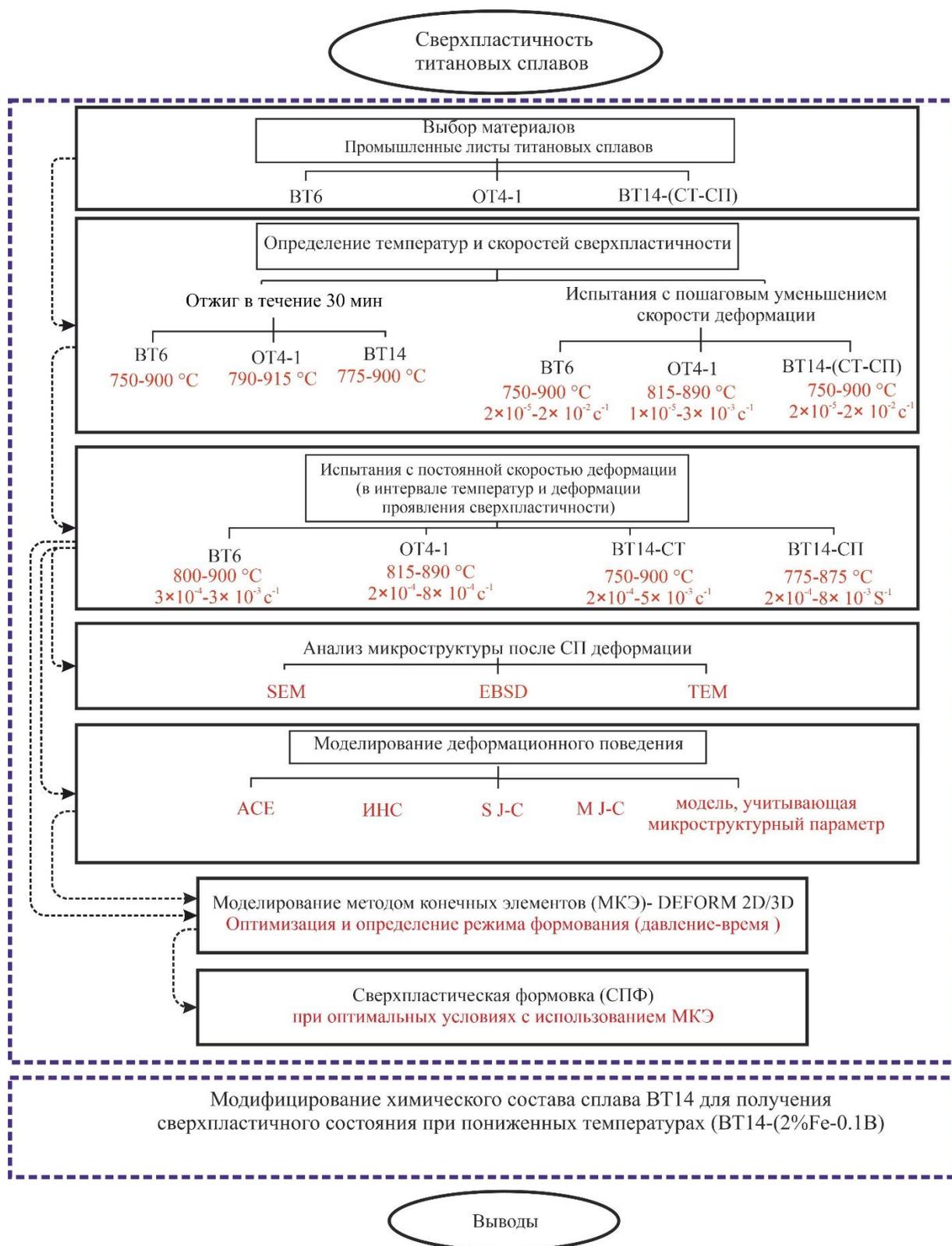


Рисунок 2.1 – Блок-схема, обобщающая план работы

2.2 Отжиг

Чтобы изучить параметры микроструктуры перед началом деформации (соотношение фаз и размер зерна каждой фазы), проводили отжиги образцов исследуемых сплавов. Образцы отжигали в атмосфере аргона, чтобы избежать окисления, и закаливали в воде сразу после отжига, чтобы провести анализ соотношения фаз, соответствующего повышенным температурам. Температурный интервал отжигов для каждого сплава, выбранный на основании литературных и теоретических данных представлен в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Диапазон температур отжига для исследуемых сплавов

Сплав	Интервал температур, °С
BT6	750-900
OT4-1	790-915
BT14	775-900

2.3 Испытания на одноосное растяжение

Испытания на одноосное растяжение двух типов (со ступенчатым уменьшением скорости деформации и поддержанием постоянной скорости деформации) проводили на универсальной испытательной машине «Walter Bai LFM100» (Walter +Bai AG, Швейцария), оснащенной высокотемпературной печью с контролируемой газовой атмосферой и контроллером движения траверсы в процессе испытаний, для поддержания постоянного значения скорости деформации. Пятикратные пропорциональные образцы с головками (рисунок 2.2) были вырезаны из листов параллельно направлению прокатки. Их размеры согласно ТУ [179] приведены в таблице 2.3.

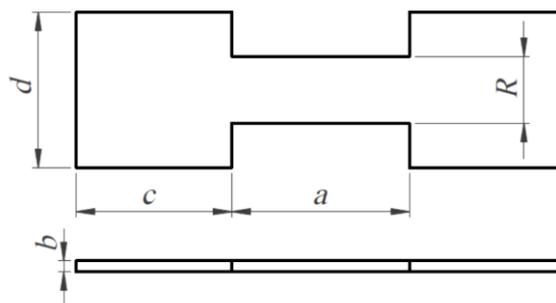


Рисунок 2.2 – Образец для одноосного растяжения в условиях сверхпластичности

Таблица 2.3 – Размеры образцов для одноосного растяжения в условиях сверхпластичности

Сплав	а, мм	R, мм	В, мм	с=d, мм
BT6	14	6	1	14
OT4-1	17	6	1.6	14
BT14-CT	16	6	1.2	14
BT14-CP	14	6	1	14

2.3.1 Испытания со ступенчатым увеличением скорости деформации

Для определения диапазона скоростей, при которых происходит сверхпластическая деформация, были проведены испытания на растяжение с пошаговым понижением скорости деформации для каждого сплава в диапазоне температур, приведенных в таблице 2.4. Испытывали три образца при каждой температуре. Рассчитывали коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения (m), который численно отражает сверхпластичное или несверхпластичное поведение материала. Наиболее высокие значения m соответствуют оптимальным скоростям сверхпластической деформации.

Таблица 2.4 – Режимы испытаний титановых сплавов на растяжение со ступенчатым увеличением скорости деформации

Сплав	Температура испытаний, °C	Скорость деформации, с ⁻¹
BT6	750-900	$2 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-2}$
OT4-1	815-890	$1 \times 10^{-5} - 3 \times 10^{-3}$
BT14-CT	750-900	$2 \times 10^{-5} - 2 \times 10^{-2}$
BT14-CP	775-875	$2 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-2}$

2.3.2 Испытания на растяжение с постоянной скоростью

Испытания на одноосное растяжение с постоянной скоростью деформации о разрушения для каждого из сплавов проводили в температурно-деформационных интервалах, соответствующих сверхпластической деформации, когда $m > 0.3$ (таблица 2.5). Проведен анализ напряжений течения с целью анализа поведения титановых сплавов в процессе

сверхпластической деформации. Кривые напряжение-деформация получены усреднением по результатам испытаний не менее трех образцов.

Таблица 2.5 – Режимы испытаний титановых сплавов на растяжение с постоянной скоростью деформации

Сплав	Температура испытаний, °С	Скорость деформации, с ⁻¹
BT6	800-900	$3 \times 10^{-4} - 3 \times 10^{-3}$
OT4-1	815-890	$2 \times 10^{-4} - 8 \times 10^{-4}$
BT14 / CT	750-900	$2 \times 10^{-4} - 5 \times 10^{-3}$
BT14 / СП	775-875	$2 \times 10^{-4} - 8 \times 10^{-3}$

2.4 Анализ микроструктуры

Образцы для микроструктурного анализа до и после деформации были подготовлены по стандартной процедуре с использованием полировальной машины «Struers LaboPol-5», включающей стадии механического шлифования и полирования, а также последующее травление поверхности шлифа (10 мл HNO₃ +10 мл HF +30 мл C₃H₈O₃). «VEGA3 LMN» (Tescan, Чехия) сканирующий электронный микроскоп (СЭМ), оборудованный детекторами «EDS-X-MAX80» и «EBSD-HKL NordlysMax» («Oxford Instruments», Великобритания) использовали для анализа размера зерен/субзерен и фазового состава. Средний размер зерна определяли методом случайных секущих на основе не менее 300 измерений. Ошибки измерений рассчитывали с использованием стандартного отклонения полученного массива данных с доверительной вероятностью 95 %.

EBSD картирование осуществляли с шагом 0,2-0,3 мкм с площади сканирования 250 × 250 мкм². При анализе микроструктуры, высокоугловые границы зерен (ВУГ) определяли как границы с углами разориентировки (Θ), превышающие 15°. Малоугловые границы зерен (МУГ) считали в интервале 2° < Θ < 15°. Анализ дислокационной структуры проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) «JEOL JEM-2010». Образцы утоняли в процессе двухсторонней электрополировки на установке «TenuPol-5» (компания «Struers») с использованием электролита АЗ (60 мл perchloric acid- 600 мл methanol- 360 мл butoxyethanol) при температуре минус 20 °С.

Для изучения действующих в процессе сверхпластической деформации механизмов анализировали эволюцию поверхности деформированных образцов сплавов. Поверхность

образцов перед испытаниями на растяжение механически шлифовали с последующей полировкой коллоидной суспензией на основе диоксида кремния. Маркерные сетки наносили на полированную поверхность с помощью микроскопа «STRATA FIB-2051». Использовали две шкалы сетки: грубую, площадью 40×40 или 100×100 мкм² с интервалом 2.5 или 10 мкм и тонкую, с расстоянием между линиями сетки 0.5 или 2.5 мкм и глубиной линии маркеров 0.2-0.3 мкм. Образцы деформировали и изучали эволюцию микроструктуры поверхности с помощью СЭМ (для данных исследований дополнительно использовали Philips XL30 ESEM FEG, оборудованный детектором TLD). Атмосфера аргона с предварительной вакуумизацией была использована при испытаниях для предотвращения окисления поверхности образцов с нанесенными маркерными сетками.

2.5 Анализ Тагути

Результаты испытаний на растяжение анализировали с использованием вариационного анализа (DOE) для определения наиболее влияющего параметра, контролирующего сверхпластическую деформацию исследуемых сплавов. В данной работе планирование эксперимента выполнено с использованием метода Тагути. Модель Тагути изучает влияние температуры и скорости деформации на напряжение, относительное удлинение до разрушения и коэффициент деформационного упрочнения. Уровни параметров управления для каждого сплава показаны в таблице 2.6. Количество уровней зависело от диапазона возможных температур и скоростей в процессе сверхпластической деформации. Для сплава ВТ14-СТ были выбраны пять уровней. Число уровней параметров для сплава ВТ6 составляло четыре, а для сплава ОТ4-1 - три из-за узкого диапазона температур и скоростей деформации, соответствующих сверхпластическому состоянию сплава. Для анализа экспериментов с использованием методики вариационного анализа (ANOVA) использовали программное обеспечение «MINITAB 16».

Стандартная обработка результатов (организация) эксперимента, которая требует небольшого количества экспериментальных прогонов для выявления влияния наиболее значимых параметров на определяемый параметр, известна как ортогональные массивы (ОМ). В соответствии со стандартными ортогональными матрицами Тагути [44] для сплавов ВТ14, ВТ6 и ОТ4-1 ОМ составляли L25 (5^2), L16 (4^2) и L9 (3^2) соответственно. Отношение сигнал / шум (S/N) является идеальной метрикой для выбора наилучших значений управляющих переменных. В этой работе принцип «чем больше, тем желательнее»

(уравнение 2.1) рассматривали для достижения максимального удлинения до разрушения, а принцип «чем меньше, тем желательнее» (уравнение 2.2) использовали для минимизации напряжения при достижении устойчивой стадии (σ_s) и эффекта деформационного упрочнения/разупрочнения. Отношение S/N вычисляли с использованием следующих уравнений [45]:

$$\text{Удлинение } \frac{S}{N} = -\log\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \frac{1}{y^2}\right) \rightarrow \text{принцип "чем больше, тем желательнее"} \quad (2.1)$$

$$\text{Напряжение } \frac{S}{N} = -\log\left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y^2\right) \rightarrow \text{принцип "чем меньше, тем желательнее"} \quad (2.2)$$

где n число прогонов в попытке, а y значение ответа.

Таблица 2.6 – Входные уровни изучаемых сплавов

Сплав	Параметр	Уровни				
		1	2	3	4	5
BT14/CT	$T_d, ^\circ\text{C}$	800	825	850	875	900
	$\dot{\epsilon} \times 10^{-4}, \text{c}^{-1}$	2	6	10	20	50
BT6	$T_d, ^\circ\text{C}$	825	850	875	900	-
	$\dot{\epsilon} \times 10^{-4}, \text{c}^{-1}$	3	6	10	30	-
OT4-1	$T_d, ^\circ\text{C}$	840	865	890	-	-
	$\dot{\epsilon} \times 10^{-4}, \text{c}^{-1}$	2	4	8	-	-

2.6 Моделирование сверхпластического течения

С целью установления и предсказания поведения исследуемых титановых сплавов в процессе деформации, экспериментальные данные, полученные по результатам испытаний на растяжение с постоянной скоростью деформации, были использованы для разработки математических моделей связи напряжения и деформации. С этой целью построены модели, в основе которых лежит уравнение Аррениуса, модель Джонсона-Кука, искусственная нейронная сеть и математические модели, учитывающие микроструктурный параметр (константу, отвечающую за состояние материала). Сравнение предложенных моделей выполняли путем оценки предсказуемости каждой из них.

На рисунке 2.3 показана схема разработанной архитектуры искусственной нейронной сети. В этой работе наиболее подходящая сеть для прогнозирования поведения сверхпластической деформации титановых сплавов состояла из трех входных нейронов (деформация, скорость деформации, температура деформации); один скрытый слой с 20

нейронами, один выходной нейрон (напряжение течения). Передаточная функция скрытого слоя - «tan-sigmoid», а выходная передаточная функция - «чисто линейная (purlin)». Алгоритм прямой связи ВР использовали для обучения ИНС. Р - это смещение каждого нейрона, а W - входной вес для каждого нейрона.

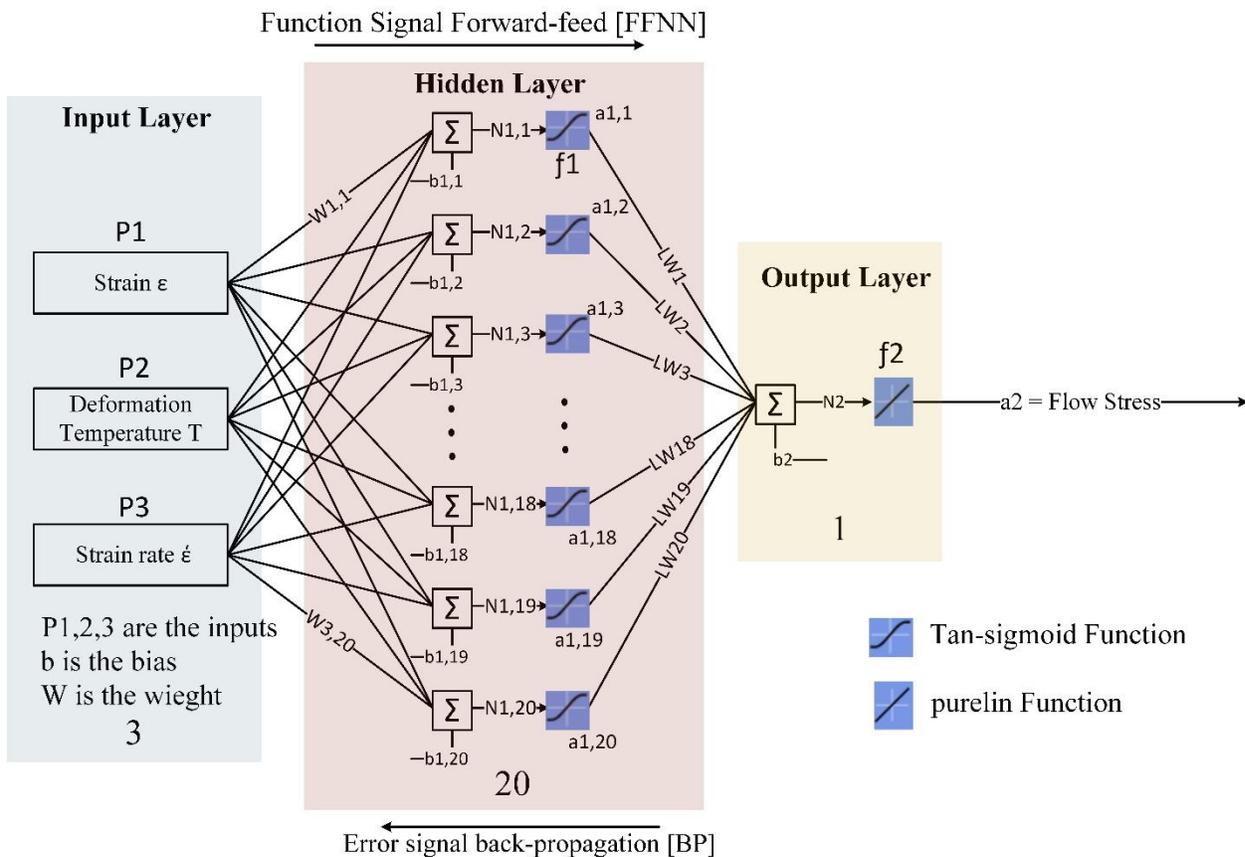


Рисунок 2.3 - Архитектура используемой в работе ИНС

2.7 Имитационное моделирование методом конечных элементов

Программное обеспечение «DEFORM 2D/3D» для моделирования методом конечных элементов (МКЭ) использовали для оптимизации процесса сверхпластической формовки (СПФ) модельных осесимметричных деталей. Заготовки начальной толщиной 1.0-1.2 мм были разделены тетраэдрической сеткой на 200000 элементов (рисунок 2.4). Процесс деформации моделировали с использованием плоской схемы деформации, во время которой образец был помещен на нижнюю матрицу. На рисунке 2.4 показана сборка формовочной машины с указанием размеров нижней матрицы. Давление газа прикладывали к верхней поверхности образца, рассчитывали зависимость давления газа от времени, которое

соответствовало условиям поддержания оптимальной постоянной скорости деформации. Экспериментальные данные испытаний на одноосное растяжение, которые дают представление о поведении исследуемых сплавов, были использованы в МКЭ для корректировки реальных свойств (напряжений) исследуемого сплава в программе. Предлагаемые математические модели использованы для имитационного моделирования методом конечных элементов.

Перед формовкой образцы и матрицу покрывали смазкой представляющей собой суспензию на основе нитрида бора. Коэффициент трения между контактными поверхностями образца и матрицы был выбран равным 0.3 (обычно для смазки при горячей штамповке). Температуру листов и матрицы поддерживали постоянной 825 °С или 875°С для ВТ6, 875°С для ВТ14. Основываясь на результатах моделирования МКЭ, процесс СПФ выполнялся с использованием лабораторной установки. Скорость деформации в процессе СПФ поддерживали постоянной на уровне 10^{-3} с^{-1} , что соответствует наибольшим значениям m и наиболее продолжительному устойчивому течению для исследуемых сплавов.

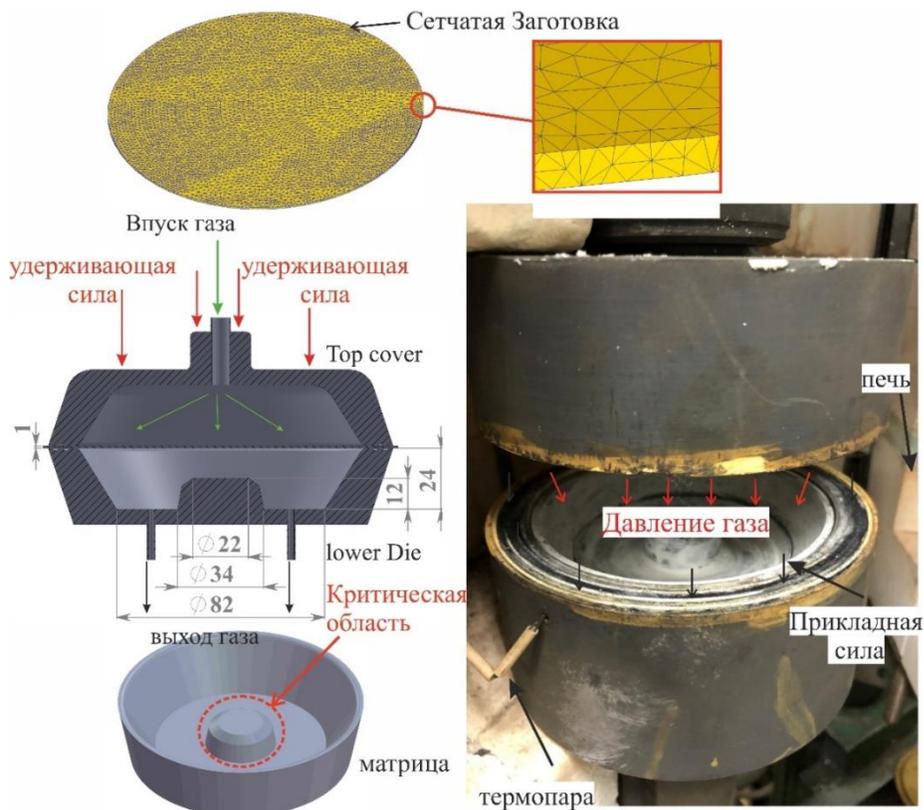


Рисунок 2.4– Составные части машины для СПФ с размерами нижней матрицы и заготовки с нанесенной сеткой

Глава 3.

Анализ исходной микроструктуры и показателей сверхпластичности

3.1 Исходная микроструктура листов

На рисунке 3.1 показана микроструктура промышленных листов сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14 (лист СТ) в состоянии поставки. В структуре наблюдали две фазы - α (темная в отраженных электронах СЭМ) и β (светлая). Исходная объемная доля β -фазы составляла $(15 \pm 3) \%$, $(7 \pm 2) \%$ и $(20 \pm 3) \%$ для сплавов ВТ6 (рисунок 3.1а), ОТ4-1 (рисунок 3.1б) и ВТ14-СТ (рисунок 3.1в), соответственно. Для сплава ВТ6 исходный средний размер β -частиц составил $d_{\beta} = (1,4 \pm 0,1)$ мкм. Для сплава ОТ4-1 $d_{\beta} = (1,2 \pm 0,2)$ мкм, а для ВТ14-СТ - $d_{\beta} = (1,0 \pm 0,1)$ мкм. Листы сплава ВТ14-СТ имели смешанную структуру, состоящую из участков равноосных частиц/зерен и вытянутых пластин (объемная доля пластинчатой структуры составила $(45 \pm 5) \%$), т.е. их структура была только частично некристаллизована (рисунок 3.1в).

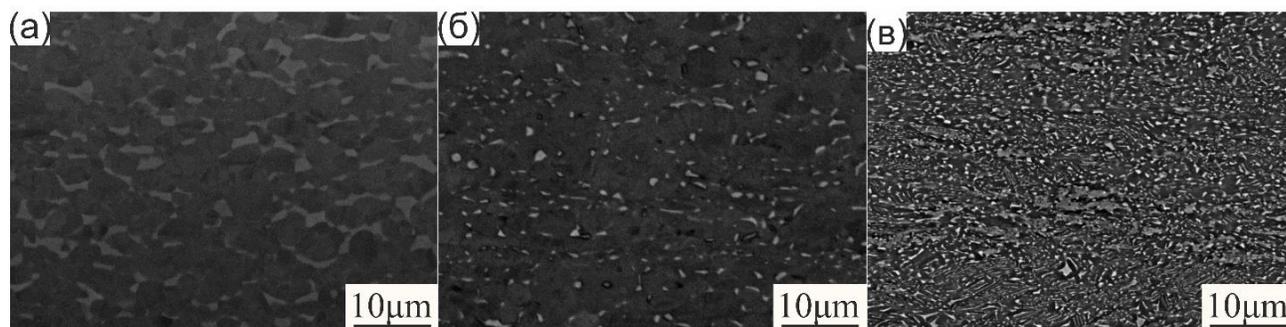
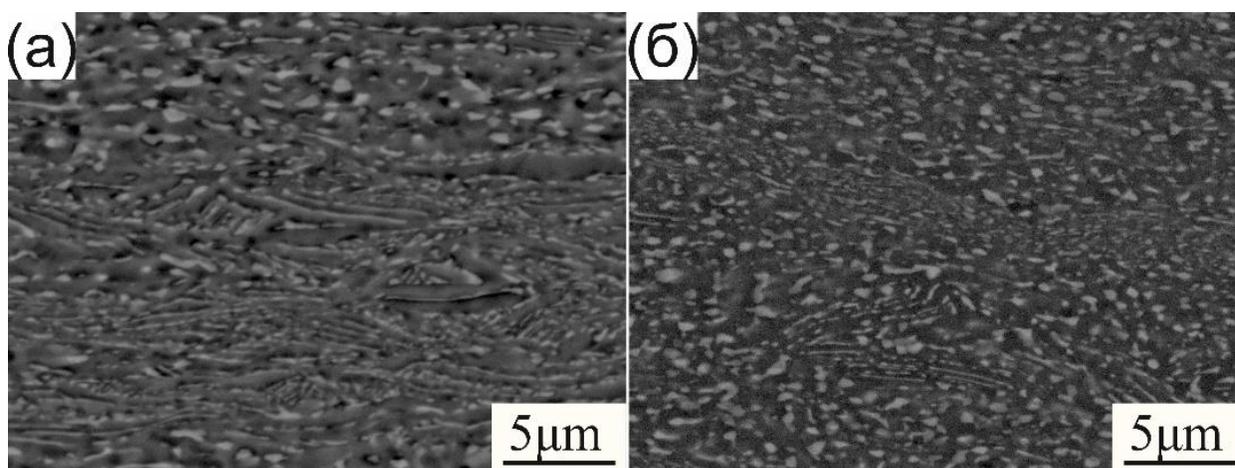


Рисунок 3.1 - Исходная микроструктура титановых сплавов (а) ВТ6, (б) ОТ4-1, и (в) ВТ14-СТ

На рисунке 3.2 для сравнения приведена микроструктура листов ВТ14-СТ и ВТ14-СП. Как видно из рисунка 3.2 листы ВТ14-СП отличались незначительно большей долей β -фазы – $(25 \pm 3) \%$ (рисунок 3.2а). Важное отличие между микроструктурами листовых материалов заключается в том, что ВТ14-СП характеризуется присутствием меньшего объема с ориентированной пластинчатой структуры $(22 \pm 3) \%$ (рисунок 3.2б). При этом средний размер частиц β -фазы в исходном состоянии в листах СП $d_{\beta} = (0,9 \pm 0,1)$ мкм, то есть у СП и СТ примерно одинаков.



(a) VT14-СТ, (б) VT14-СП

Рисунок 3.2 – Исходная микроструктура сплавов

На рисунке 3.3 показаны политермические разрезы фазовых диаграмм для каждого сплава, полученные с использованием программного продукта «Thermo-calc». Листы VT14-СТ и VT14-СП имеют близкий химический состав, который соответствует концентрационным границам марки сплава VT14. Поэтому, расчеты «Thermo-calc» для этих сплавов дают практически идентичный результат. Температура β -трансуса согласно «Thermo-calc» (пересечение пунктирных линий на рисунке 3.3) составила 935 °C, 906 °C и 920 °C для VT6 (рисунок 3.3а), OT4-1 (рисунок 3.3б), и VT14 (рисунок 3.3в), соответственно.

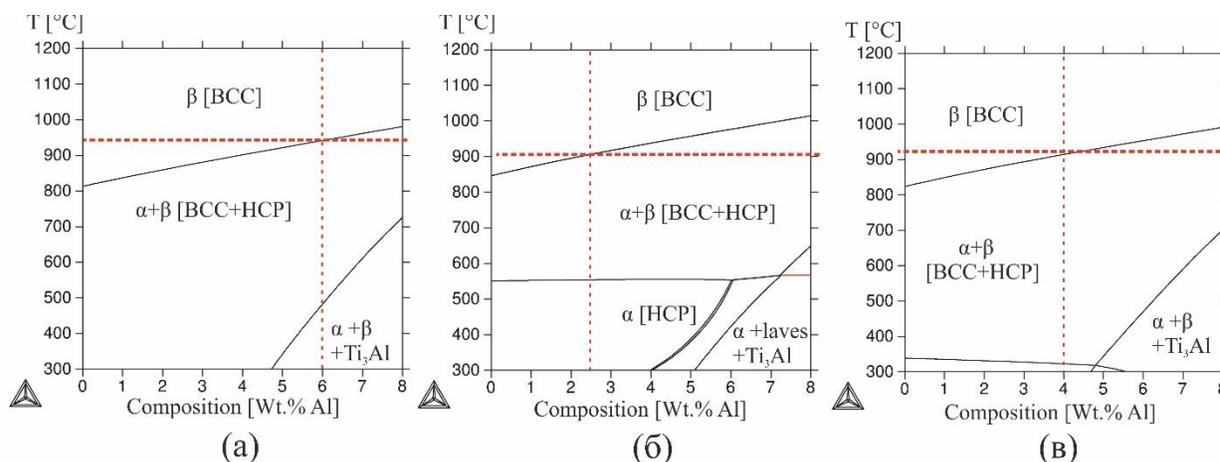


Рисунок 3.3 – Политермические разрезы фазовых диаграмм (а) VT6, (б) OT4-1, и (в) VT14 («Thermo-Calc», база данных TTTi3)

3.2 Анализ эволюции микроструктуры сплавов в зависимости от температуры отжига

Сплав ВТ6. На рисунке 3.4 показана микроструктура сплава ВТ6 после 30 мин отжига в диапазоне температур от 750 до 900 °С с шагом 25 °С. Время отжига 30 минут выбрали, так как это время в среднем необходимо для равномерного прогрева образца или листа перед формовкой при помещении его в разогретую до заданной температуры печь, т.е. отжиг имитирует нагрев перед началом деформации. После отжига при 750 °С наблюдается сравнительно дисперсная структура, близкая к исходному состоянию с мелкими включениями β -фазы (рисунок 3.4 а). С увеличением температуры отжига наблюдается рост объемной доли β -фазы и размера зерен (рисунок 3.4 ж). Объемная доля β -фазы увеличилась с 17 % (отжиг при 750 °С) до 60 % (отжиг при 900 °С) (рисунок 3.4з). Температура отжига, при которой соотношение $\alpha \approx \beta$ ($T_{50/50}$), находится в интервале 875-900 °С (рисунок 3.4з). Экспериментальные (сплошные линии на рисунке 3.4з) и теоретические равновесные согласно ThermoCalc (пунктирные линии на рисунке 3.4з) значения объемной доли фаз хорошо согласуются в интервале температур 825-900 °С. Снижение экспериментальных значений β -фазы по сравнению с равновесной долей, вероятно, является результатом меньшей скорости диффузии при температурах ниже 825 °С и как следствие недостаточного времени отжига в 30 минут для завершения $\alpha \rightarrow \beta$ превращения. Для перехода в равновесное состояние может потребоваться более продолжительный отжиг в диапазоне температур от 750 до 800 °С.

Средний размер β -зерна в сплаве ВТ6 увеличился с 1,5 до 2 мкм в диапазоне температур от 750 до 825 °С. Рост зерен β -фазы ускорялся при температурах выше 825 °С. Средний размер зерна увеличивался в два раза с 2,0 до 4,0 мкм при увеличении температуры отжига с 825 до 900 °С (рисунок 3.4ж). При этом, средний размер зерна α -фазы увеличился незначительно с 3,2 до 3,9 мкм при увеличении температуры отжига с 750 до 900 °С.

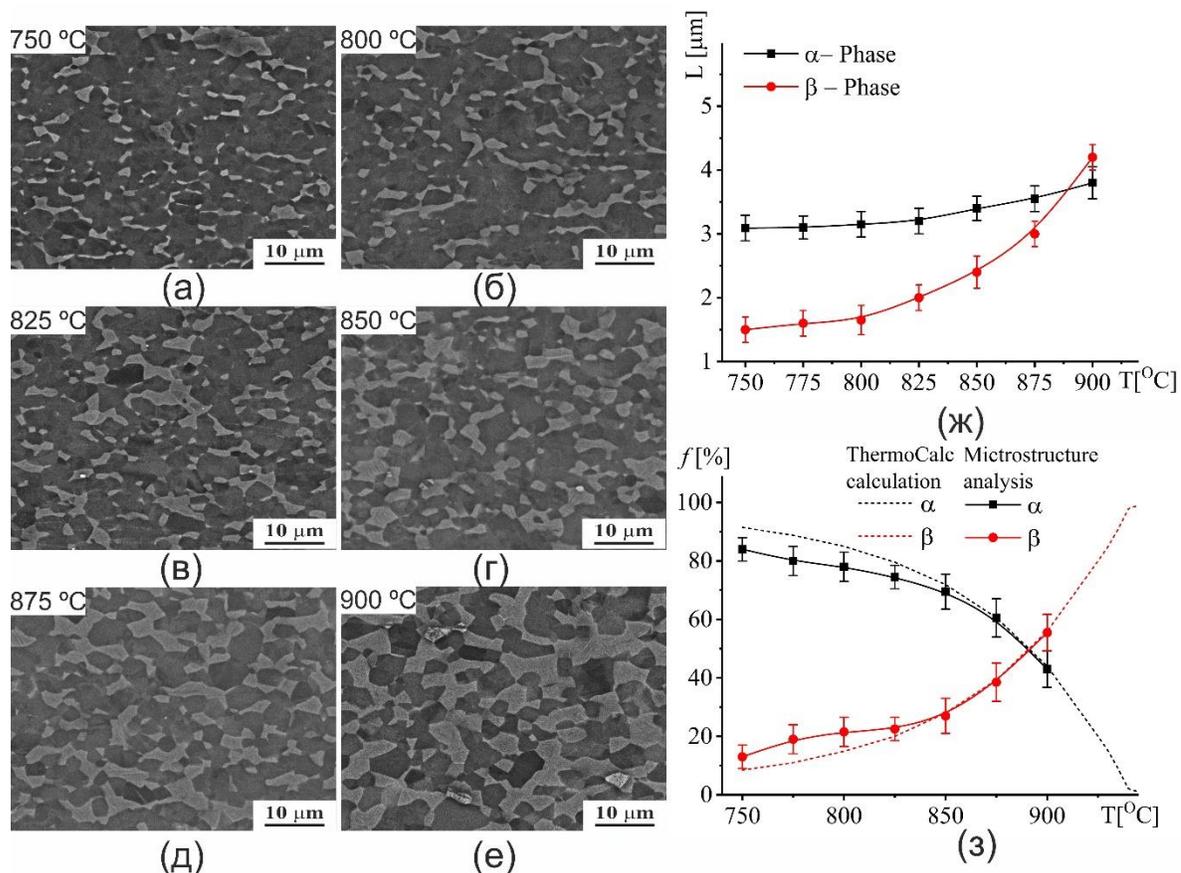


Рисунок 3.4 – Микроструктурные изменения в сплаве ВТ6 после 30 мин отжига при различных температурах: (а) 750 °С, (б) 800 °С, (в) 825 °С, (г) 850 °С, (д) 875°С и (е) 900 °С; (ж) количественный анализ среднего размера зерна, (з) количественный анализ объемной доли

Сплав ОТ4-1. Для сплава ОТ4-1 отжиг проводили в интервале температур от 790 до 915 °С с шагом 25 °С и последующим охлаждением в воде для анализа размера зерна и объемной доли α - и β -фаз перед началом сверхпластической деформации (рисунок 3.5). Мартенситные пластины α' -фазы наблюдали в трансформированной β -матрице в результате быстрого охлаждения после отжига при температуре 890 °С (рисунок 3.5 г, д и е). Крупные β -зерна размером (300–400) мкм, состоящие из α' мартенситных пластин, образовались после закалки с температуры в 915 °С (рисунок 3.5е).

Объемная доля β -фазы увеличивается с 10 % при 790 °С до 70 % при увеличении температуры до 890 °С (рисунок 3.5з). Теоретические и экспериментальные значения объемной доли в пределах доверительного интервала близки при температуре выше 865 °С. Мелкие α (3,5 мкм) и β (1,5 мкм) зерна наблюдали в микроструктуре сплава после отжига при 790 и 815 °С (рисунок 3.5 ж). При температуре 890 °С зерна α -фазы увеличивались до

4,7 мкм. При повышении температуры с 815 °С до 890 °С средний размер β -зерна увеличивается интенсивнее - более чем в два раза с 1,5 до 3,5 мкм (рисунок 3.5 ж).

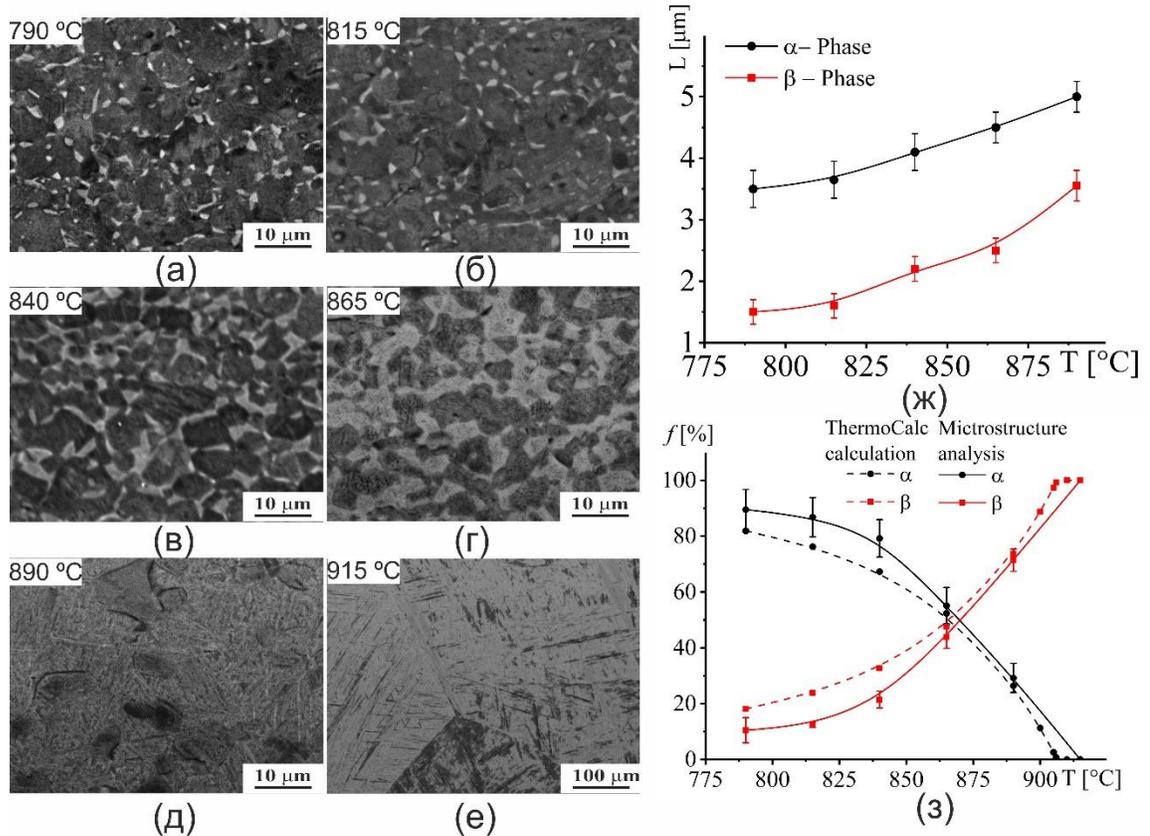


Рисунок 3.5 – Микроструктурные изменения в сплаве ОТ4-1 после 30 мин отжига при различных температурах: (а) 750 °С, (б) 800 °С, (в) 825 °С, (г) 850 °С, (д) 875°С и (е) 900 °С; (ж) количественный анализ среднего размера зерна, (з) количественный анализ объемной доли

Сплав ВТ14. На рисунках 3.6 и 3.7 представлена микроструктура листов ВТ14-СТ и ВТ14-СП после 30 мин отжига при разных температурах. Рост зерна наблюдали с повышением температуры в обоих листах. До температуры 875 °С включительно, сплав ВТ14-СТ имеет частично пластинчатую, частично глобулярную структуру, β -фаза заметно вытянута и ориентирована в направлении прокатки (рисунок 3.6а-д).

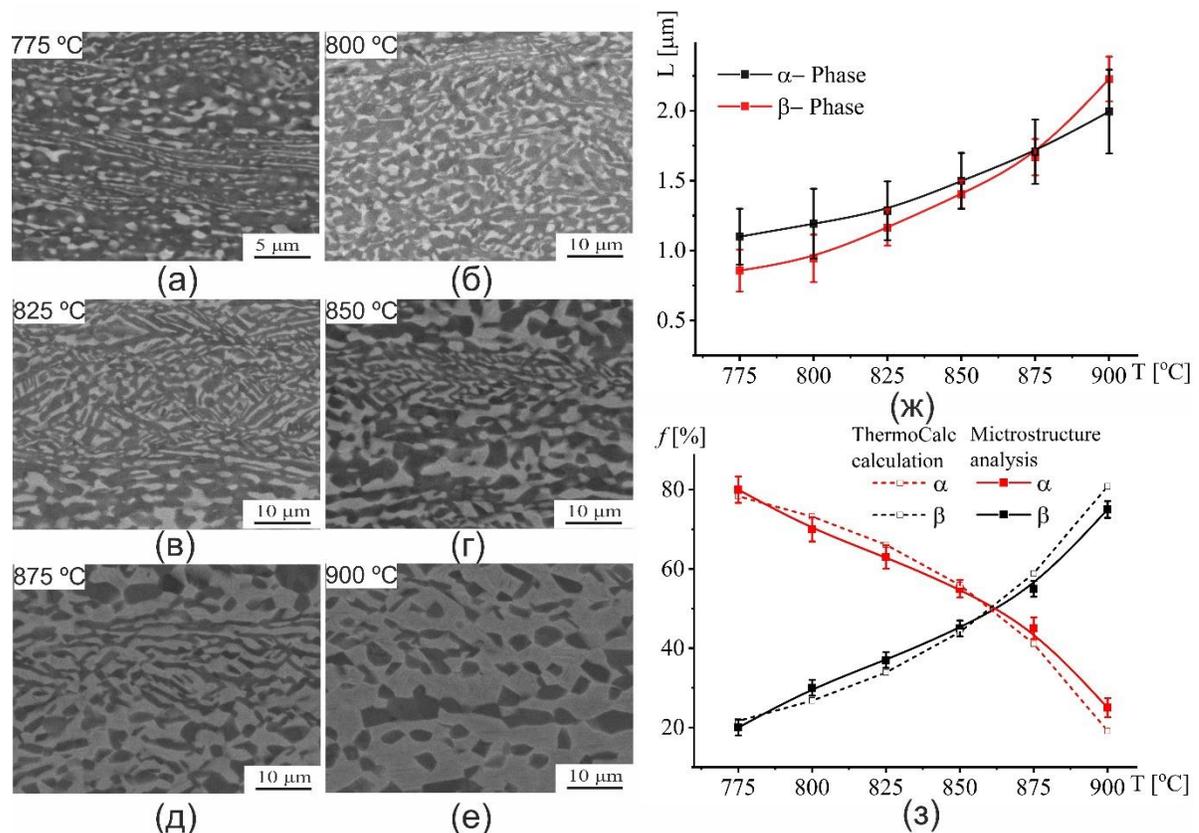


Рисунок 3.6 – Микроструктурные изменения в сплаве ВТ14-СТ после 30 мин отжига при различных температурах: (а) 750 °С, (б) 800 °С, (в) 825 °С, (г) 850 °С, (д) 875 °С и (е) 900 °С; (ж) количественный анализ среднего размера зерна, (з) количественный анализ объемной доли

В образцах ВТ14-СП и СТ (рисунок 3.6з и 3.7з) объемная доля β -фазы закономерно увеличивается с ростом температуры. При отжиге 30 минут, температура $\alpha/\beta=50/50\%$ для листов СП и СТ находится при 860-870 °С (рисунок 3.6з и 3.7з). Интенсивный статический рост зерна наблюдается при температурах выше 850 °С (рисунок 3.6ж и 3.7ж). Для сплава ВТ14-СП $L_\alpha = L_\beta$ при 850 °С, а с повышением температуры L_β резко увеличивается, а α -зерна растут незначительно (рисунок 3.7з,ж). При этом структура листов СП отличается глобулярностью, т.е. повышенной однородностью и большей равноосностью зерен. Доля пластинчатой структуры после отжига при 875 °С в случае СП составила $(12\pm 3)\%$, СТ- $(25\pm 3)\%$.

Структура листов ВТ14-СТ сохраняет значительную неоднородность после отжига и состоит из участков равноосных зерен и вытянутых зерен, как следствие разброс зерен по размерам значительно больше в листах СТ, хотя средний размер зерна обеих фаз в

образцах СТ и СП близок в пределах доверительного интервала во всем исследованном диапазоне температур.

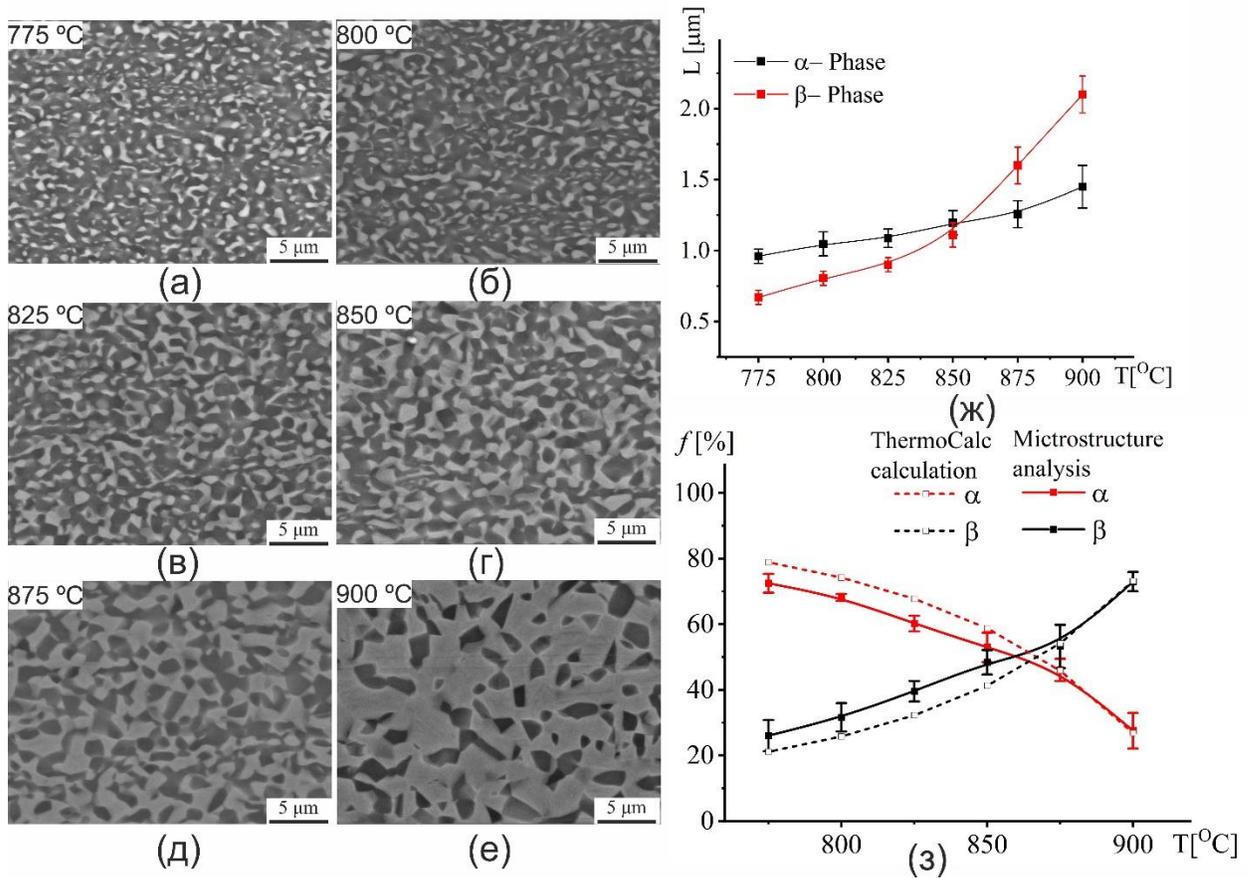


Рисунок 3.7 – Микроструктурные изменения в сплаве VT14-СП после 30 мин отжига при различных температурах: (а) 750 °С, (б) 800 °С, (в) 825 °С, (г) 850 °С, (д) 875°С и (е) 900 °С; (ж) количественный анализ среднего размера зерна, (з) количественный анализ объемной доли

3.3 Показатели сверхпластичности

На рисунке 3.8 а-г приведены графики зависимости напряжения течения от скорости деформации в логарифмических координатах при различных температурах построенные по результатам испытаний на одноосное растяжение с пошаговым снижением скорости деформации для образцов сплавов ВТ6 (рисунок 3.8а), ОТ4-1 (рисунок 3.8б), ВТ14-СТ (рисунок 3.8в) и ВТ14-СП (рисунок 3.8г). Кривые демонстрируют сигмоидальную форму, что характерно для сверхпластичных сплавов. Линейная часть кривой, соответствующая сверхпластичному состоянию, т.е. высокой скоростной чувствительности, смещается в сторону более высоких скоростей деформации, а значения напряжений течения уменьшаются

с увеличением температуры деформации. На рисунке 3.8д-з представлены контурные графики зависимостей коэффициента m от скорости деформации и температуры испытаний для каждого сплава.

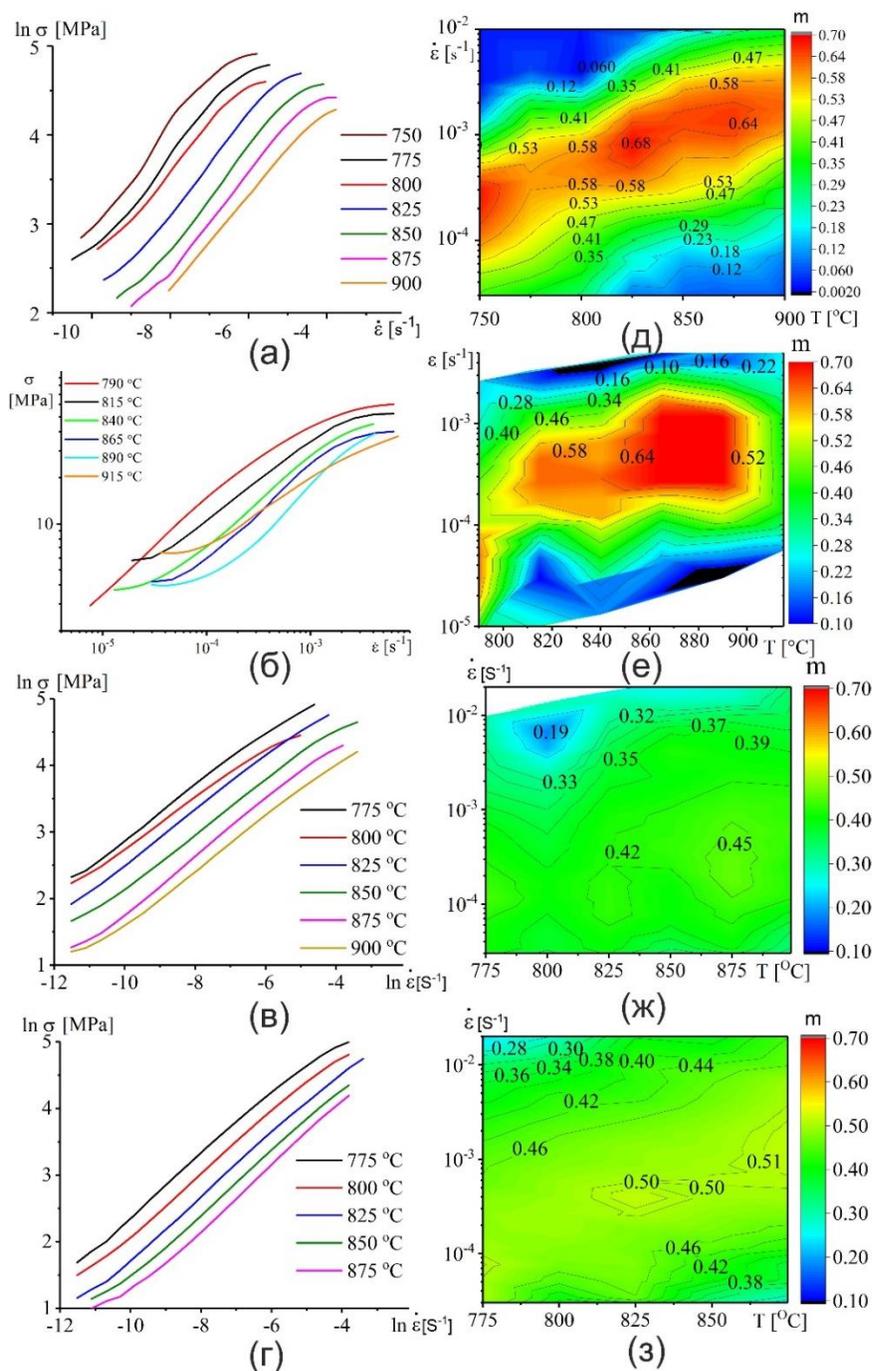


Рисунок 3.8 – (а-г) Логарифмические кривые в координатах напряжение-деформация при различных температурах и (д-з) контурные графики зависимости коэффициента чувствительности m для исследуемых сплавов: (а,д) ВТ6, (б,е) ОТ4-1, (в,ж) ВТ14-ST, и (г,з) ВТ14-СП

Для сплава ВТ6 значение m превышает 0,5 при скоростях деформации $5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ - $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в диапазоне температур от 850 до 900 °С (рисунок 3.8д). Более низкие температуры (700-800 °С) также позволяют получить высокие значения m , но при этих условиях наблюдали очень высокие значения напряжения течения (более 110 МПа) или необходимы очень низкие скорости деформации (менее 10^{-4} с^{-1}), что нежелательно для промышленной СПФ.

В случае сплава ОТ4-1 значения коэффициента m превышающие 0,5 наблюдали в диапазоне температур 815-890 °С и диапазоне скоростей деформации 1×10^{-4} - $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (рисунок 3.8е). Признаки сверхпластичности также наблюдали при 790 °С, но при очень низких скоростях деформации от 1×10^{-4} до $1 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$. Коэффициент m уменьшается и не превышает 0,3 в β -области при температуре 915 °С, что обусловлено огрублением структуры и, вероятно, ускоренным ее ростом.

Для обоих листов сплава ВТ14, коэффициент m превышает 0,4 при всех температурах и скоростях до $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Оптимальная скорость деформации увеличивается с ростом температуры для обоих листов (рисунок 3.8ж,з). Лист ВТ14-СП, в отличие от ВТ14-СТ, имеет более широкий интервал скоростей деформации, при которых $m > 0,3$ (рисунок 3.8ж,з). Кроме того, образцы СП демонстрируют большие значения m . Пониженные значения показателя m листов СТ по сравнению с СП и в целом у сплава ВТ14, по сравнению со сплавом ВТ6 можно объяснить наличием в структуре пластинчатых участков, и из-за этого менее выраженным ЗГС.

Таким образом, результаты испытаний определили скорости деформации, при которых необходимо проводить испытания при постоянных скоростях деформации до разрушения, и показали, что в исследованном интервале температур сплавы должны проявлять сверхпластичность в соответствии с полученными значениями коэффициента скоростной чувствительности m . При понижении температуры ниже 800 С, сверхпластичное состояние возможно при критически низких скоростях деформации, а значения скоростной чувствительности в большинстве случаев снижаются, что не обеспечит устойчивого течения.

3.4 Результаты испытаний на одноосное растяжение

Экспериментальные зависимости в координатах напряжение-деформация при различных значениях постоянных скоростей деформации и температур, характерных для условий сверхпластичности для изучаемых сплавов, показаны на рисунках 3.10-13. Кривые можно считать истинными до начала резкого снижения напряжения перед разрушением.

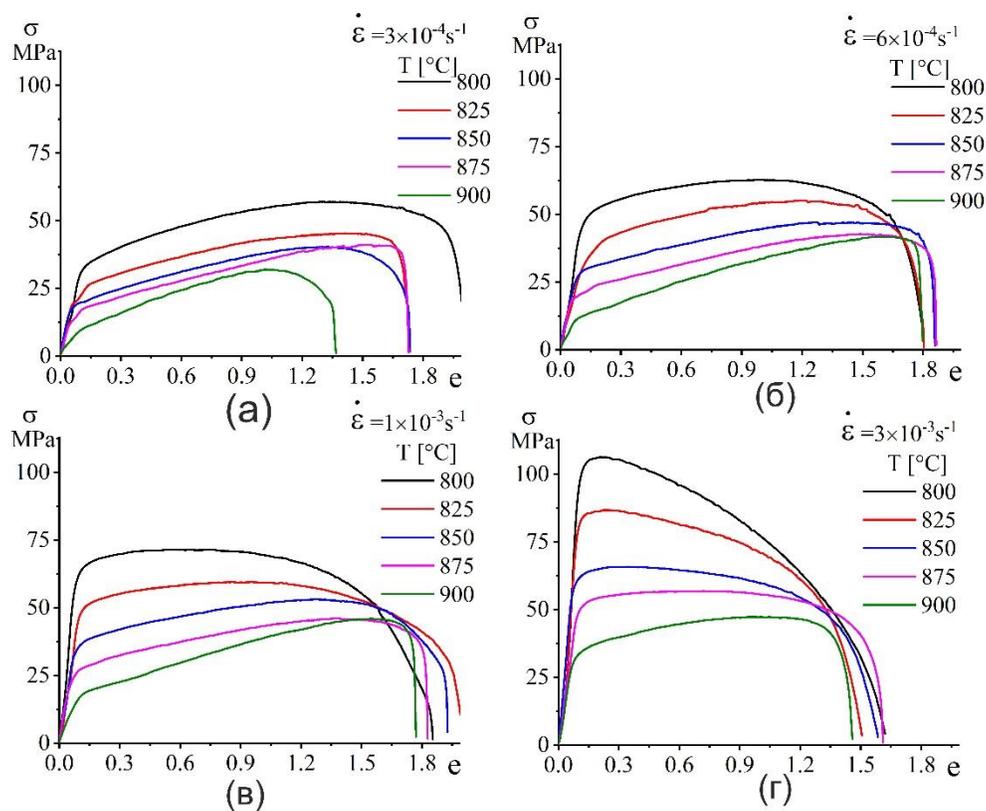


Рисунок 3.10 – Кривые растяжения в координатах напряжение-деформация для сплава ВТ6, полученные при различных температурах испытаний и скоростях деформации

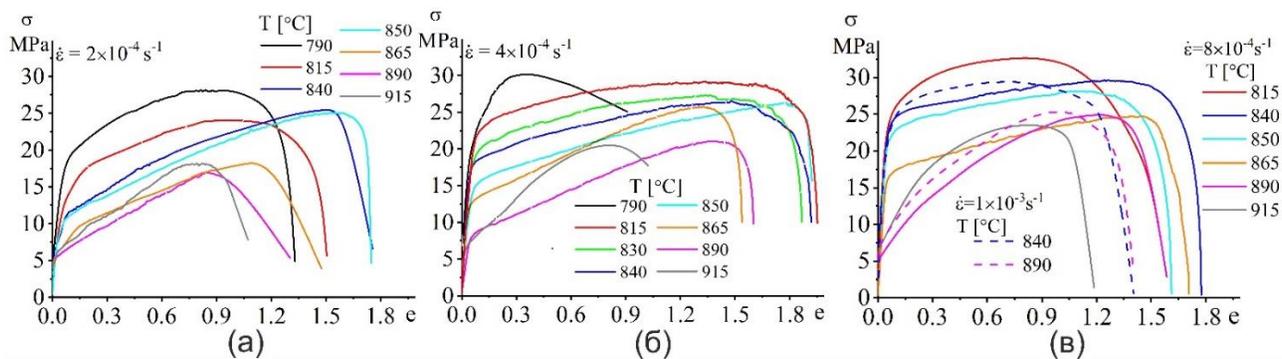


Рисунок 3.11 – Кривые растяжения в координатах напряжение-истинная деформация для сплава ОТ4-1, полученные при различных температурах испытаний и скоростях деформации

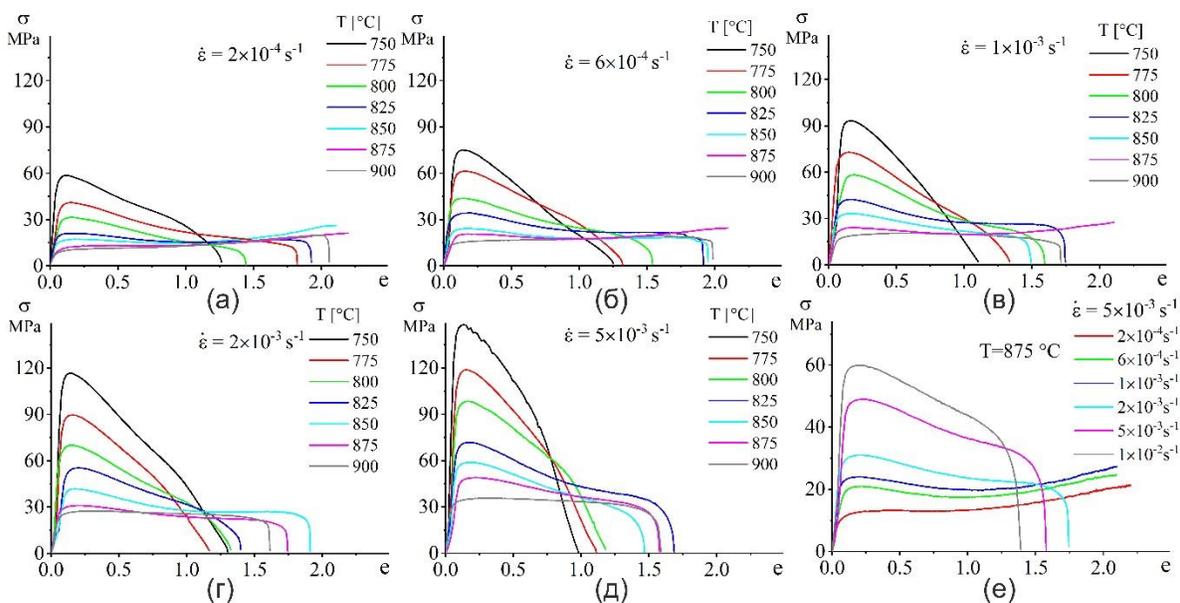


Рисунок 3.12 – Кривые растяжения в координатах напряжение-деформация для сплава VT14-СТ, полученные при различных температурах испытаний и скоростях деформации

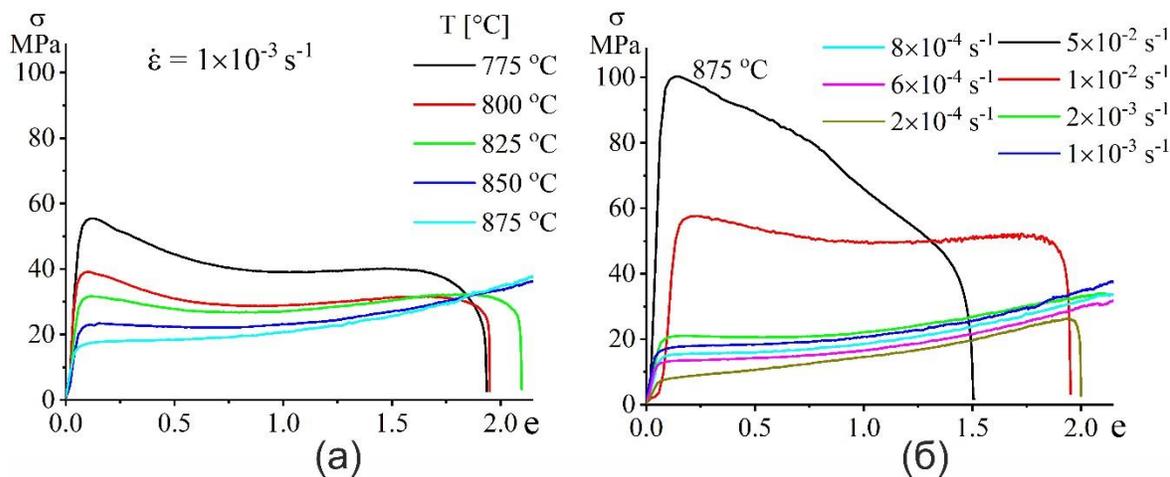


Рисунок 3.13 – Кривые растяжения в координатах напряжение-деформация для сплава VT14-СП (а) $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ и при различных температурах испытаний и (б) $875 \text{ }^\circ\text{C}$ и при различных скоростях деформации.

Установившаяся стадия или по-другому стадия устойчивого течения начинается при деформации около 0,1 при всех условиях испытаний. Изучаемые сплавы демонстрируют различное деформационное поведение. Деформация сплавов VT6 (рисунок 3.10) (за исключением скорости $3 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ и температуры ниже $850 \text{ }^\circ\text{C}$) и OT4-1 (рисунок 3.11) с начала течения сопровождается деформационным упрочнением. В отличие от этих сплавов, листы сплава VT14-СТ (рисунок 3.12 и 3.13) демонстрируют разупрочнение, а деформационное

упрочнение при деформации более 1,1 характерно для скоростей деформации менее $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Образцы ВТ14-СП разупрочняются на начальной стадии течения (50-100 %) при температурах ниже $875 \text{ }^\circ\text{C}$ и скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и при $875 \text{ }^\circ\text{C}$ и повышенных скоростях деформации - $1 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$. Увеличение степени деформации сопровождается деформационным упрочнением (за исключением скорости $5 \times 10^{-2} \text{ с}^{-1}$, разупрочнение при степени деформации выше 1.0 в которое связано с отклонением от квазиравномерной деформации/образованием шейки). Разупрочнение в процессе деформации может быть результатом динамической рекристаллизации, а деформационное упрочнение можно связать с динамическим ростом зерна, более выраженным при пониженных скоростях деформации из-за большего времени нахождения образцов в печи, или ускорением динамического роста зерна при пониженных скоростях деформации. Динамический рост зерна наблюдали в сплаве ВТ6 в работах [128,180]. Упрочнение при больших степенях деформации листов сплава ВТ14 (СТ и СП) также может быть результатом динамического роста зерна. Подтверждение этого требует микроструктурного анализа, результаты которого представлены в главе 4.

На рисунке 3.14 показаны значения напряжений σ_s (рисунок 3.14а–в), относительного удлинения до разрушения (рисунок 3.14г–е) и коэффициента (n) (из $\sigma \approx e^n$), характеризующего деформационное упрочнение/разупрочнение (рисунок 3.14ж–к) при различных температурах и скоростях деформации для сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14-СТ. Увеличение скорости деформации и снижение температуры закономерно сопровождалось увеличением значений σ_s (рисунок 3.14а–в). Для исследуемых сплавов максимальное удлинение, соответствующее красным областям на графиках (рисунок 3.14г–е), было достигнуто при определенных температурно-скоростных условиях деформации.

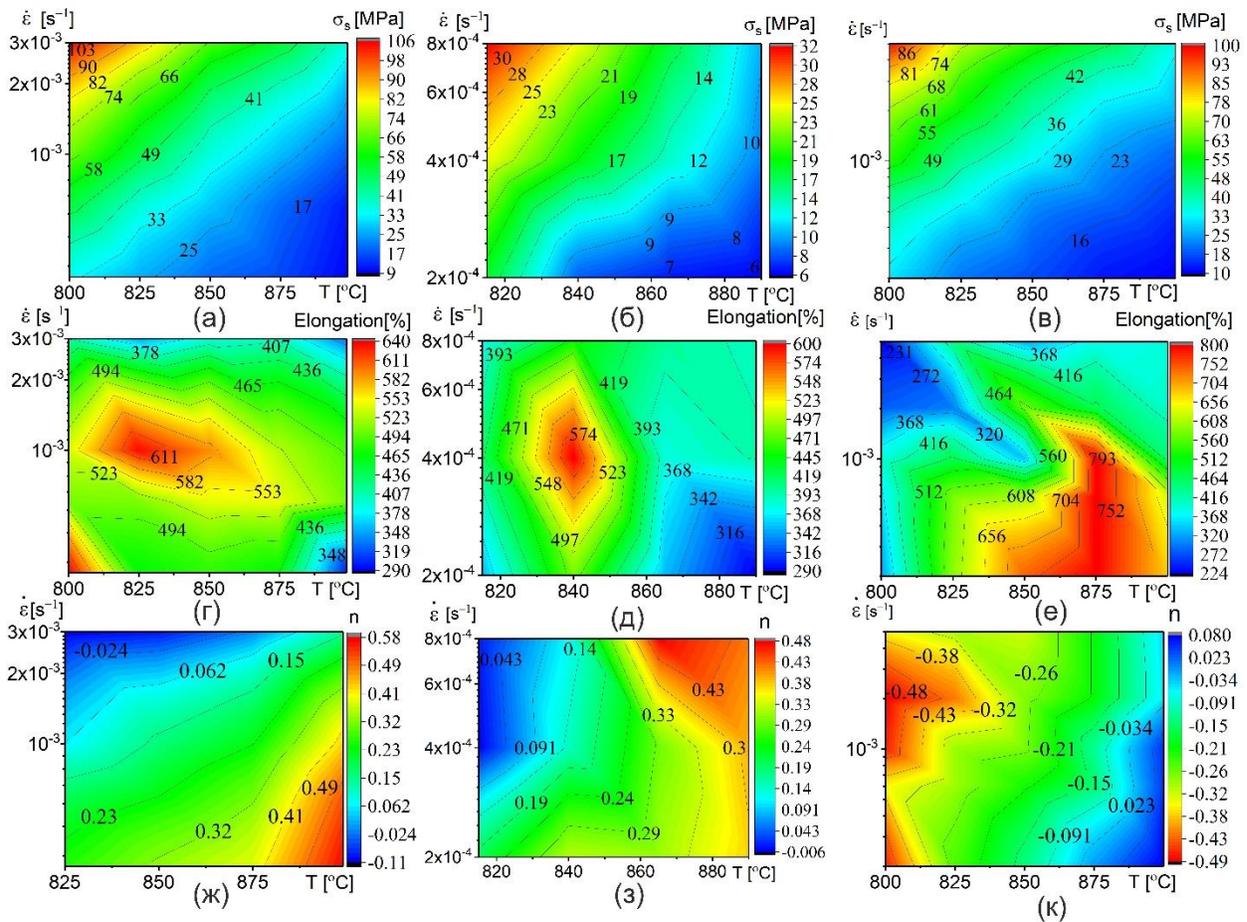


Рисунок 3.14 – Зависимость напряжения σ_s (а–в) в начале установившейся стадии, удлинения до разрушения (г–е) и коэффициента (н) (ж–к) от температуры и скорости деформации изучаемых сплавов: (а,г,ж) ВТ6, (б,д,з) ОТ4-1, и (в,е,к) ВТ14-СТ.

Коэффициент (n) зависел как от температуры деформации, так и от скорости деформации и влиял на значения относительного удлинения. Коэффициент (n) близкий к нулю соответствовал наибольшему удлинению до разрушения (рисунок 3.14ж–к). Можно предположить, что незначительное деформационное упрочнение/разупрочнение, также как и большие удлинение, являются результатом высокой стабильности зеренной структуры при деформации и доминирования механизма ЗГС, который не вызывает упрочнения/разупрочнения.

На рисунке 3.15 показаны максимальные напряжения и коэффициент (n) в зависимости от температуры и скорости деформации для образцов ВТ14-СП. Увеличение температуры деформации приводит к уменьшению значения напряжения течения и к уменьшению величины коэффициента (n) (рисунок 3.15а). Минимальное напряжение и коэффициент (n), близкий к нулю, наблюдали при 875 °С. Скорость деформации при постоянной температуре

875 °С оказывает противоположное влияние как на напряжение, так и на коэффициент n , характеризующий деформационное упрочнение (рисунок 3.15б): увеличение скорости деформации приводит к росту напряжения течения и к усилению эффекта деформационного разупрочнения.

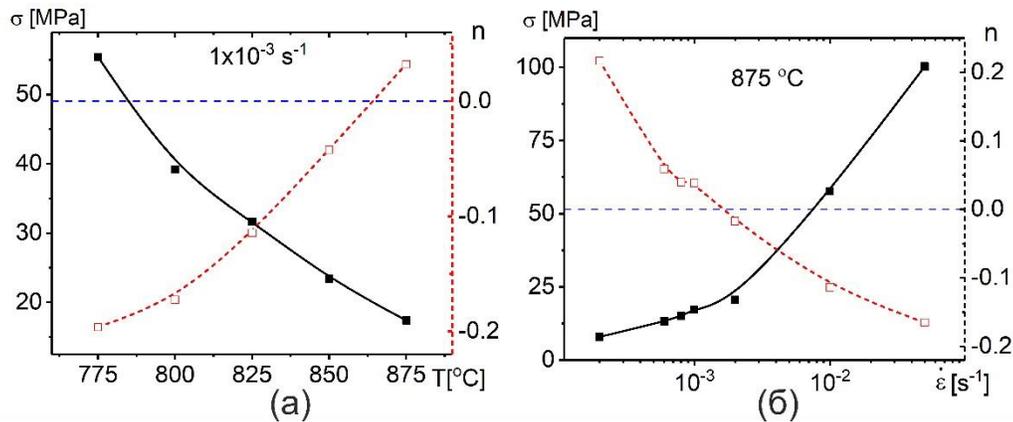


Рисунок 3.15 – Значения пиков напряжения и коэффициента (n) n для сплава ВТ14-СП в зависимости от (а) температуры деформации и (б) скорости деформации

Интервалы температур и скоростей деформации исследуемых сплавов, обеспечивающие удлинение до разрушения $\geq 400\%$ и напряжение в начале установившейся стадии $\sigma_s \leq 20$ МПа, т.е. благоприятные для СПФ режимы, показаны на рисунке 3.16.

Для проведения СПФ при уровне напряжений ≤ 20 МПа и достаточных удлинениях, в исследованных температурных и скоростных диапазонах для сплава ВТ6 температура деформации должна быть > 825 °С (рисунок 3.16а), для сплава ОТ4-1 > 840 °С (рисунок 3.16б), для сплава ВТ6 > 825 °С (рисунок 3.16в). По результатам полученных экспериментальных данных были определены значения температур и скоростей деформации, которые обеспечивали относительное удлинение до разрушения $\geq 400\%$ и уровень напряжения ≤ 20 МПа (заштрихованные коричневые области на рисунке 3.16г–е). Таким образом, рекомендуемые диапазоны температур деформации составляют 850–890 °С для сплава ВТ6, 815–860 °С для сплава ОТ4-1, а также, 825–900 °С для листов ВТ14-СТ.

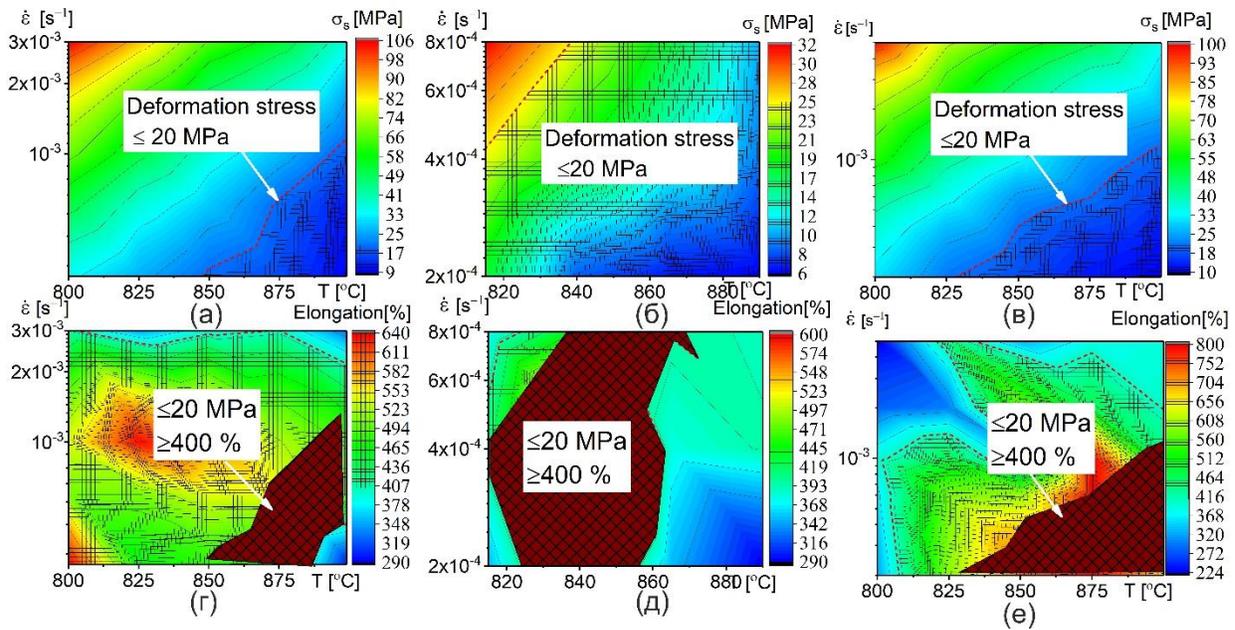


Рисунок 3.16 – Напряжение в начале установившейся стадии σ_s и удлинение до разрушения в зависимости от температуры и скорости деформации для изучаемых сплавов: (а,г) VT6, (б,д) OT4-1 и (в,е) VT14-CT

3.5 Определение степени влияния параметров деформации с использованием метода Тагути

Анализ Тагути был проведен для листов VT6, OT4-1 и VT14 (CT), по которым имелся достаточный набор экспериментальных данных. Влияние температуры и скорости деформации на напряжение σ_s проиллюстрировано на рисунке 3.17, а результаты статистического дисперсионного анализа (ANOVA) для соотношения S/N среднего значения σ_s для всех исследуемых сплавов приведены в таблицах 3.1 и 3.2. Среднее значение соотношений S/N (отношение сигнал/шум) и средних значений напряжений σ_s показали схожий характер кривых при изучаемых температурах и скоростях деформации. Эти значения снижались с увеличением температуры, но увеличивались при росте скорости деформации для всех сплавов. Для достижения минимальных значений σ_s в изучаемых сплавах, логично необходим верхний температурный уровень (рисунок 3.17а,в) и нижний скоростной уровень (рисунок 3.17б,г).

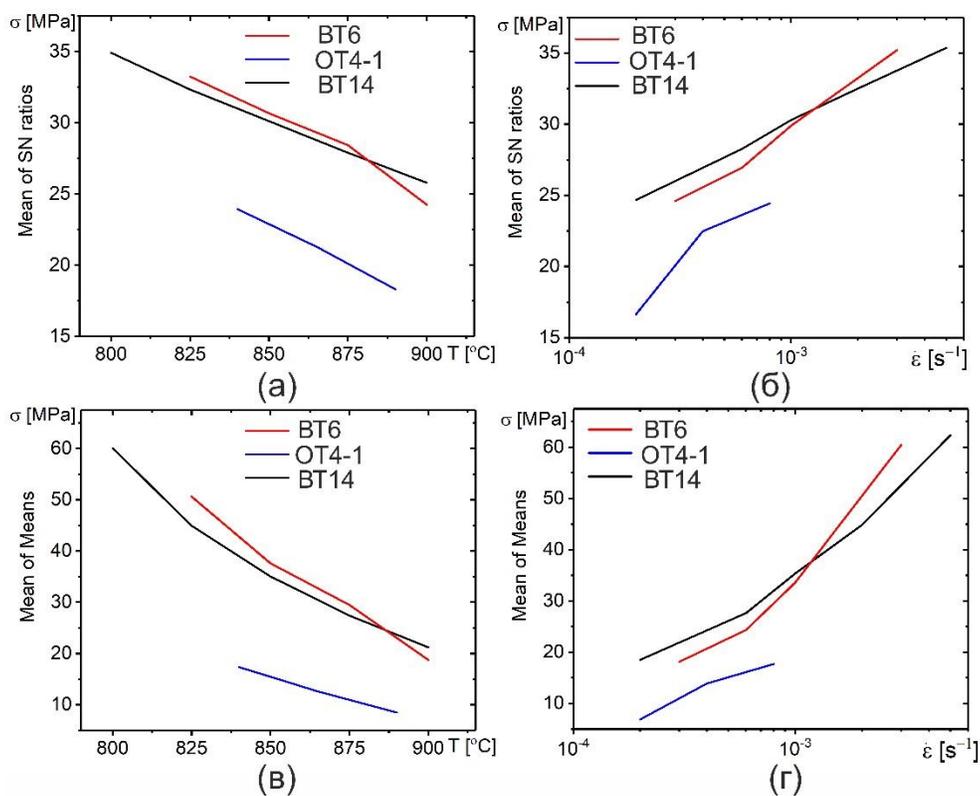


Рисунок 3.17 – Зависимость σ_s от температуры и скорости деформации для изучаемых сплавов: (а,б) средние значения соотношения S/N; и (в,г) общее среднее

Таблица 3.1 – Дисперсионный анализ для соотношения S/N и σ_s

Сплав	Параметр	D.F.	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P	P _c (%)	Delta	Rank
BT14-CT	Температура	4	258,35	258,35	64,59	355,46	0,00	43,82	9	2
	Скорость деформации	4	331,25	331,25	82,81	455,75	0,00	56,18	10,61	1 *
	Ошибка	16	2,91	2,91	0,18	-	-	-	-	-
	Всего	24	592,51	-	-	811,21	-	100%	-	-
BT6	Температура	3	174,68	174,68	58,23	166,24	0,00	40,99	9,00	2
	Скорость деформации	3	251,49	251,49	83,83	239,33	0,00	59,01	10,61	1 *
	Ошибка	9	3,15	3,15	0,35	-	-	-	-	-
	Всего	15	429,32	-	-	405,57	-	100%	-	-
OT4-1	Температура	2	47,68	47,68	23,84	16,53	0,012	32,57	5,63	2
	Скорость деформации	2	98,73	98,73	49,37	34,23	0,003	67,43	7,79	1 *
	Ошибка	4	5,77	5,77	1,44	-	-	-	-	-
	Всего	8	152	-	-	50,76	-	100%	-	-

D.F. – степень свободы; SS – сумма квадратов; MS – «средний квадрат»; F – F-тест (критерий Фишера); P – статистическая значимость; P_c, percentage of contribution; Delta – дисперсия; и * - оптимальное значение

Таблица 3.2 – Дисперсионный анализ для среднего значения σ_s

Сплав	Параметр	D.F.	Seq SS	Adj SS	Adj MS	F	P	P _c (%)	Delta	Rank
VT14-CE	Температура	4	4694,60	4694,60	1173,65	29,33	0,00	45,30	31,88	2
	Скорость деформации	4	5668,90	5668,90	1417,24	35,42	0,00	54,70	42,31	1 *
	Ошибка	16	640,30	640,30	40,02	-	-	-	-	-
	Всего	24	11003,80	-	-	64,75	-	100%	-	-
VT6	Температура	3	2169,40	2169,40	723,12	19,94	0,00	34,18	31,88	2
	Скорость деформации	3	4177,70	4177,70	1392,56	38,40	0,00	65,82	42,31	1 *
	Ошибка	9	326,40	326,40	36,26	-	-	-	-	-
	Всего	15	6673,40	-	-	58,34	-	100%	-	-
OT4-1	Температура	2	118,58	118,58	59,29	6,50	0,055	39,56	8,9	2
	Скорость деформации	2	181,16	181,16	90,58	9,93	0,028	60,44	10,8	1 *
	Ошибка	4	36,50	36,50	9,12	-	-	-	-	-
	Всего	8	336	-	-	16,43	-	100%	-	-

D.F. – степень свободы; SS – сумма квадратов; MS – «средний квадрат»; F – F-тест (критерий Фишера); P – статистическая значимость; P_c, percentage of contribution; Delta – дисперсия; и * - оптимальное значение

Степень влияния и значения дисперсии скорости деформации были выше, чем температуры для всех изучаемых сплавов (таблица 3.1 и 3.2). Следовательно, скорости деформации был присвоен ранг 1, а температуре – 2, что указывает на большее влияние скорости деформации на σ_s по сравнению с температурой. Полученные результаты согласуются с результатами работы [181].

Хорошо известно, что удлинение до разрушения в процессе деформации очень чувствительно к вызванной деформацией эволюции микроструктуры [182]. Для всех изучаемых сплавов, максимальное удлинение было получено в условиях, обеспечивающих коэффициент (n), близкие к нулю, как показано на рисунке 3.18 на примере сплава VT14-СТ при постоянной скорости деформации при различных температурах. При испытаниях с постоянными скоростями деформации n, по сути, должен отражать стабильность зеренной структуры, т.е. слабые микроструктурные изменения должны обуславливать наиболее устойчивое и продолжительное течение.

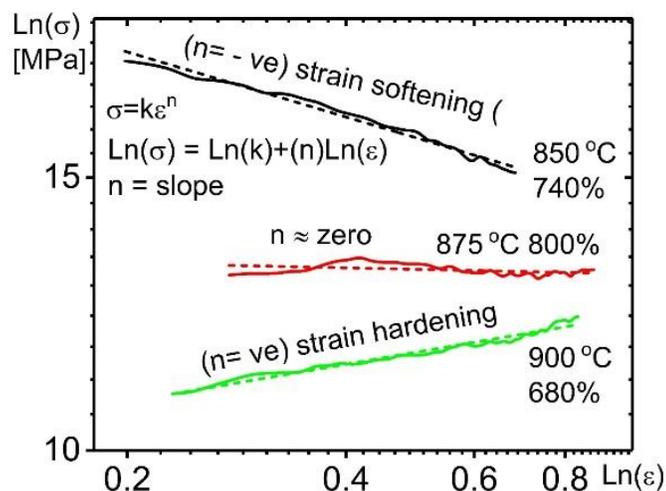


Рисунок 3.18 – Характер деформационного упрочнения/разупрочнения на напряжение течения и деформацию сплава VT14-СТ, деформированного со скоростью $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ при различных температурах

Влияние температуры и скорости деформации на удлинение до разрушения и коэффициент n , характеризующий деформационное упрочнение для исследуемых сплавов показано на рисунке 3.19. Среднее значение соотношений S/N и удлинения до разрушения имело схожий «отклик» при воздействии как температуры, так и скорости деформации. В листах VT14-СТ с повышением температуры до оптимального значения в $875 \text{ }^\circ\text{C}$, удлинение увеличивается, а затем снижается. Максимальное удлинение в сплаве было получено при скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. В сплаве VT6 удлинение изменяется незначительно в интервале температур $825\text{--}875 \text{ }^\circ\text{C}$, и его максимальное значение также достигается при скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Для сплава OT4-1, максимальное удлинение было получено при температуре $840 \text{ }^\circ\text{C}$ и скорости деформации $8 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$. Максимальные удлинения наблюдали при наиболее близком к нулю коэффициенте (n) для всех сплавов, т.е. в интервале от -0.2 до 0.2 (рисунок 3.19в).

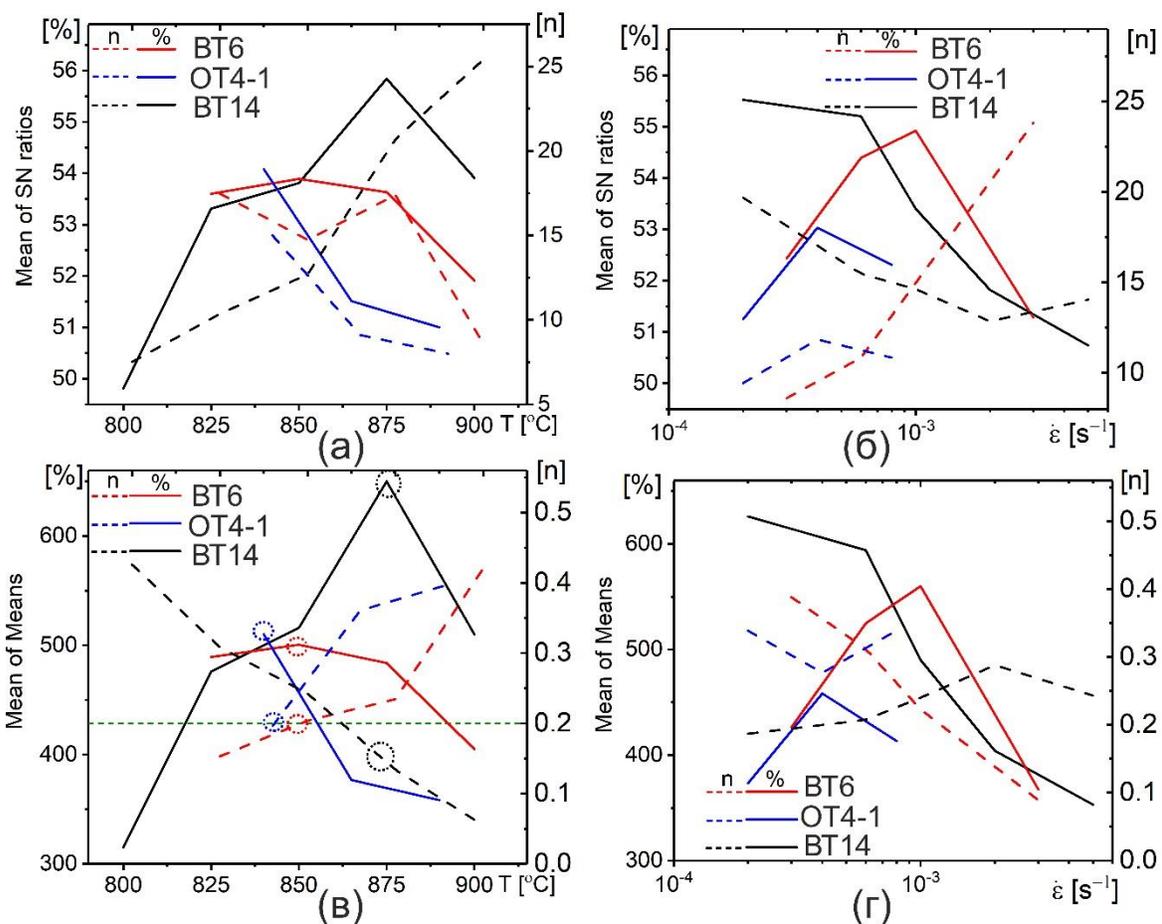


Рисунок 3.19 – Зависимость удлинения до разрушения от температуры и скорости деформации для изучаемых сплавов: общее среднее соотношений S/N (а,б); и общее среднее значений (в,г).

Вклад переменных параметров и ранжирование по результатам дисперсионного анализа (ANOVA) для соотношения S/N и средних удлинений до разрушения для исследуемых сплавов показано в таблице 3.3. Степень влияния параметра «температура» и дисперсия значений были выше по сравнению с параметром «скорость деформации» для сплавов BT14-CT и OT4-1 (таблица 3.3). В то же время, для сплава BT6 наблюдали обратную зависимость: влияние скорости деформации было выше (большие значения дисперсии), по сравнению с температурой (таблица 3.3). Поэтому в образцах BT14-CT и OT4-1 влияние температуры на удлинение до разрыва, более значительное, чем влияние скорости деформации. Удлинение сплава BT6, наоборот, в большей степени зависело от скорости деформации, чем от температуры.

Таблица 3.3 – Дисперсионный анализ соотношений S/N и среднего удлинения до разрыва

Сплав	Параметр	S/N			Средние		
		P_c (%)	Delta	Rank	P_c (%)	Delta	Rank
BT14-CT	Температура	52.70	6.04	1 *	50.89	335	1 *
	Скорость деформации	47.30	4.78	2	49.11	273	2
	Ошибка	-	-	-	-	-	-
	Всего	100%	-	-	100%	-	-
BT6	Температура	22.17	1.98	2	19.56	95.5	2
	Скорость деформации	77.83	3.64	1 *	80.44	192.5	1 *
	Ошибка	-	-	-	-	-	-
	Всего	100%	-	-	100%	-	-
OT4-1	Температура	77.39	3.08	1 *	79.15	151.7	1 *
	Скорость деформации	22.61	1.78	2	20.85	85	2
	Ошибка	-	-	-	-	-	-
	Всего	100%	-	-	100%	-	-

P_c – процент вклада; Delta – дисперсия; и * - наиболее важный параметр

Степень влияния переменных и ранжирование после дисперсионного анализа для соотношения S/N и среднего коэффициента (n) для исследуемых сплавов приведены в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Дисперсионный анализ соотношений S/N и средних значений коэффициента (n)

Сплав	Параметр	S/N			Средние		
		P_c (%)	Delta	Rank	P_c (%)	Delta	Rank
BT14-CT	Температура	89%	17.9	1	93%	0.37	1
	Скорость деформации	11%	6.8	2	7%	0.1	2
	Ошибка	-	-	-	-	-	-
	Всего	100%	-	-	100%	-	-
BT6	Температура	28%	8.9	2	45%	0.27	2
	Скорость деформации	72%	15.2	1	55%	0.3	1
	Ошибка	-	-	-	-	-	-
	Всего	100%	-	-	100%	-	-
OT4-1	Температура	91%	7	1	90%	0.2	1
	Скорость деформации	9%	2.41	2	10%	0.06	2
	Ошибка	-	-	-	-	-	-
	Всего	100%	-	-	100%	-	-

P_c – процент вклада; Delta – дисперсия

Как видно из таблицы 3.4, температура и скорость деформации оказывают схожее влияние на относительное удлинение и деформационное упрочнение.

Значения степени влияния переменной и дисперсии указывают, что для сплавов BT14-CT и OT4-1 температура деформации является более значимым, чем скорость деформации

параметром, влияющим на деформационное упрочнение/разупрочнение. Вместе с тем, деформационное упрочнение/разупрочнение для сплава ВТ6 в большей степени определяется влиянием скорости деформации, и в меньшей температуры. Т.е., скорость деформации оказывает более сильное влияние на напряжение течения (σ_s) в начале установившейся стадии деформации, чем температура для сплава ВТ6.

Для сплавов ВТ14-СТ и ОТ4-1, влияние температуры на удлинение до разрыва было так же более существенным, чем скорость деформации, напротив, для сплава ВТ6, удлинение до разрушения в большей степени зависит от скорости деформации, чем от температуры. Вероятно, это связано с более низкой температурной чувствительностью микроструктуры к изменениям, вызванным деформацией в изучаемых режимах большей стабильностью структуры в сплаве ВТ6, что подтверждается повышенным коэффициентом m . В то время как в остальных сплавах влияние температуры на динамический рост зерен, по-видимому, существеннее, что приводит к значительным изменениям анализируемых величин. Отметим, что для ВТ6 степень влияния температуры незначительно выше, чем скорости деформации, но в случае других сплавов это различие существенно.

Согласно данным литературы [17] оптимальные условия деформации сплава ВТ6 варьируются по температуре от 850 до 900 °С, а по скорости от $1,3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ до $1,3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, конкретные значения для разных листов определяются технологией получения листа. В исследуемых листах сплава ВТ6 наибольшие удлинения при высоком $m > 0,65$ получены в интервале температур 825–875 °С и скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Для сплава ВТ14 при разной исходной структуре оптимальные показатели сверхпластичности наблюдали при 875 °С и той же скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Отметим, что в работе [183] получены близкие значения оптимальных температур 850-875 °С и скоростей $4 \times 10^{-4} - 5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, других работ описывающих сверхпластическую деформацию сплава ВТ14 не обнаружили. Для сплава ОТ4-1, максимальное удлинение было получено при температуре 840 °С и скорости деформации $8 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Данные литературы говорили о больших значениях оптимальной температуры 890 °С [49]. Однако, работы по сверхпластичности ОТ4-1 и ВТ14 проведены много лет назад и заводские технологии получения листов могли быть модифицированы, кроме того, методика исследований, примененная ранее и автором данной работы, отличается.

Выводы по главе 3

1. Исследованы эволюция микроструктуры и соотношения фаз в интервале температур 750-915 °С и показатели сверхпластичности листов сплавов ВТ6 и ОТ4-1 с близкой к глобулярной структуре и листов сплава ВТ14 со средней долей пластинчатой структуры 45 % (обозначенные СТ) и 22 % (обозначенные СП).

2. Показано, что с увеличением температуры отжига с 800 °С до 900 °С объемная доля β фазы увеличивается с 20 % до 60 %, а температура β трансуса составляет 935 °С для сплава ВТ6. Для сплава ОТ4-1, объемная доля фазы увеличивается с 20 % до 60 % в интервале 840-890 °С, а температура β -трансуса составляет 906 °С. Для листов ВТ14 объемная доля фазы увеличивается с 20 % до 60 % в интервале 775-875 °С, а температура β трансуса составляет 920 °С. Существенный рост зерен наблюдали при температурах выше 825 °С, при этом рост зерен β фазы более интенсивный, чем α фазы.

3. Показано, что сплав ВТ14, структура которого в состоянии поставки состояла из пластинчатых и глобулярных участков с 45% пластинчатой структуры в листах СТ и 22% в листах СП, сохраняет неоднородность при отжиге до температуры 875 °С, обеспечивающей максимум удлинений, при этом в листах СТ доля пластинчатой структуры уменьшается до 25 ± 3 %, а листах СП до 12 ± 3 %.

4. По результатам испытаний со ступенчатым понижением скорости деформации установлено, что исследуемые листы сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14 СТ/СП проявляют сверхпластичность с $m > 0.4$ в интервале скоростей деформации $2 \times 10^{-4} \text{c}^{-1}$ - $5 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$, $2 \times 10^{-4} \text{c}^{-1}$ - $2 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ и $2 \times 10^{-4} \text{c}^{-1}$ - $2 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ и температур 800 °С-900 °С, 815 °С-900 °С и 800 °С-875 °С, для ВТ6, ОТ4-1, ВТ14- СТ/СП, соответственно.

5. Результаты испытаний с постоянными скоростями деформации обнаружили максимальное удлинение до разрушения 620 %, 580 % и 800 % при режимах 825 °С- $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$, 840 °С- $4 \times 10^{-4} \text{c}^{-1}$ и 875 °С- $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ для сплавов ВТ6, ОТ4-1, и ВТ14- СТ/СП, соответственно. При сохранении квазиравномерного течения образцов на кривых истинное напряжение-истинная деформация наблюдали деформационное упрочнение в сплавах ВТ6 и ОТ4-1 и деформационное разупрочнение до 50-200% деформации в сплаве ВТ14, особенно выраженное в листах ВТ14-СТ с большой долей исходной пластинчатой структуры.

6. Коэффициент (n), характеризующий деформационное упрочнение увеличивался от 0 до 0,45-0,55 с уменьшением температуры и увеличением скорости

деформации в сплавах ВТ6 и ОТ4-1 с исходной близкой к равноосной зеренной структурой и имел отрицательные значения, уменьшаясь от 0 до -0,5 с ростом скорости и понижением температуры для сплава ВТ14 с 45% пластинчатой структуры.

7. Выявлена корреляция между величиной относительного удлинения и значением коэффициента (n), показано, что чем менее выражено упрочнение/разупрочнение, тем более продолжительное и устойчивое течение наблюдается. При этом, Анализ Тагути показал, что для сплава ВТ6 скорость деформации является более значимым фактором в большей степени определяющим значения удлинения и влияющим на напряжение течения, чем температура, а в сплавах ОТ4-1 и ВТ14, наоборот.

Глава 4

Эволюция микроструктуры сплавов при сверхпластической деформации

4.1 Исследование эволюции структуры сплав ВТ6 методом СЭМ

Известно, что исходная микроструктура и ее эволюция при деформации существенно влияют на характер течения материала при сверхпластической деформации и на величину скоростной чувствительности и относительного удлинения. Более стабильная и мелкозернистая структура обеспечивает большие удлинения и более устойчивое течение. Для анализа изменений зеренной структуры при деформации сплава ВТ6 были исследованы структуры образцов, после сверхпластической деформации при температурах 825 и 875 °С с постоянной скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ до деформаций 0,4, 0,69 и 1,6. (рисунок 4.1).

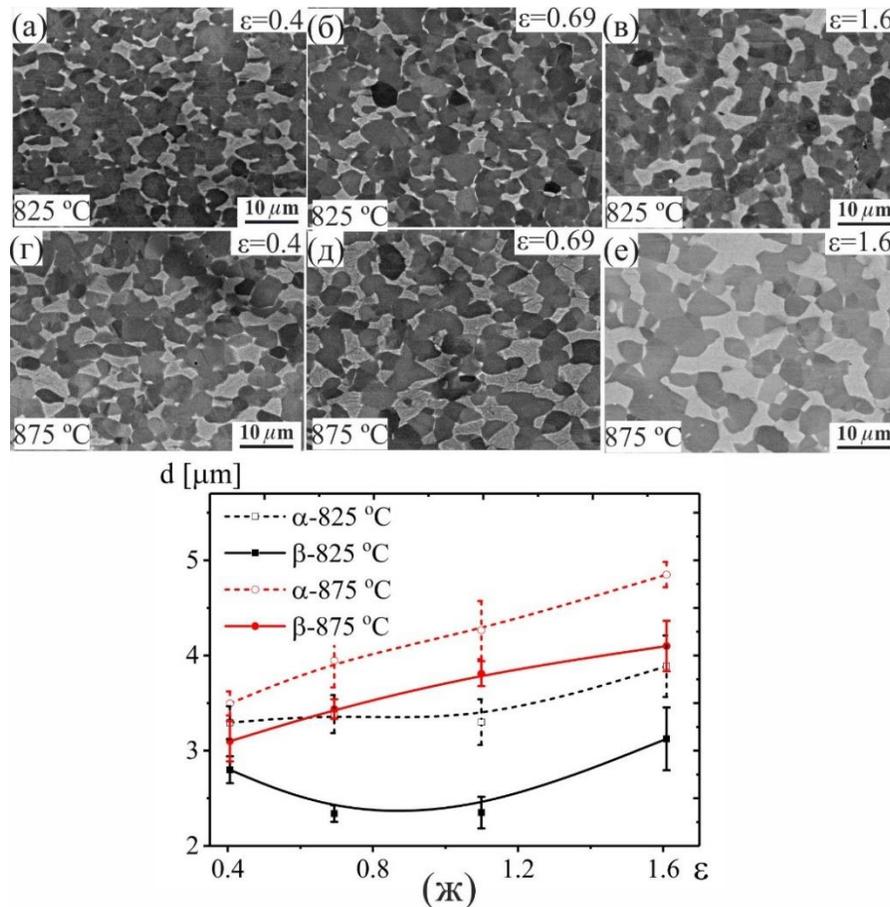


Рисунок 4.1 – Эволюция микроструктуры сплава ВТ6 после деформации до 0,4, 0,69 и 1,6 при температурах (а-в) 825 °С, (г-е) 875 °С и (ж) зависимость размера зерна от степени деформации

Полученные данные показали, что при 825 °С α - зерна имеют стабильный размер ($3,3 \pm 0,3$) мкм, а β -зерна незначительно уменьшаются в размере с ($2,7 \pm 0,2$) до ($2,4 \pm 0,1$) мкм при увеличении деформации с 0,4 до 1,1 (рисунок 4.1 а-в, ж). С увеличением деформации до 1,6 наблюдался слабый рост зерен обеих фаз, но их размер не превысил 3,5 мкм, а средний размер перекрывается в пределах доверительного интервала со средним размером зерен при деформации 1,1. Повышение температуры деформации до 875 °С приводит к монотонному росту зерен обеих фаз (рисунок 4.1 г-ж). При этом, при обеих температурах деформации сохраняется однородная зеренная структура с зернами околоравноосной формы.

На рисунках 4.2 и 4.3 представлены EBSD карты, детализирующие типы границ зерен (малоугловые (МУГ, белые) или высокоугловые (ВУГ, черные)), а также распределение размеров и углов разориентировки зерен для образцов сплава ВТ6, деформированных при $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ на 0,4, 0,69 и 1,6. Анализ микроструктуры был проведен для температур 825 и 875 °С. Известно, что при охлаждении образца титанового сплава с повышенной температуры до комнатной, кристаллическая решетка части β -фазы трансформируется из ОЦК в ГП, при закалке с температур выше критической может трансформироваться в мартенсит также с ГП решеткой. Как следствие, полученные методом EBSD значения диаметра зерна относятся к кристаллической структуре ГП, которая может включать α -фазу и трансформированную β -фазу.

Доля МУГ закономерно уменьшается с 26 до 15% при увеличении деформации от 0,4 до 1,6, а ВУГ увеличивается, соответственно. Отдельные участки субзеренной структуры, т.е. разделенные малоугловыми границами наблюдаемые после деформации 0,4, вероятно трансформируются в равноосные зерна, так как таких участков практически не наблюдали после деформации 1,6. При этом, в ходе испытаний при температуре деформации 825 °С размер зерен практически не изменился со средним значением 3,2-3,3 мкм (рисунок 4.2 а-в).

Постоянное значение среднего размера зерен при данной температуре может являться следствием конкуренции процессов рекристаллизации и роста зерен при деформации, поддерживающих размер зерна на одном уровне до удлинений образца в 400%. По полученным данным EBSD из-за полиморфного/мартенситного превращения трудно сказать за счет какой из фаз при высокотемпературной деформации идет рекристаллизация, однако, можно предполагать, что в большей степени за счет более пластичной ОЦК β -фазы. В деформированных образцах зерна с ГП решеткой распределяются со стандартным отклонением 1,8, 1,7 и 1,6 при степенях деформации 0,4, 0,69 и 1,6, соответственно. Это

свидетельствует, что зеренная структура сохраняет однородность в процессе деформации (рисунок 4.2г-е) при этом, динамическая рекристаллизация возможна на начальной стадии деформации, о чем позволяет говорить увеличение доли высокоугловых границ. Полученные данные согласуются с работой Е. Alabort, который наблюдал деление зерен обеих фаз на поверхности деформируемого образца при близких температурно-скоростных условиях деформации в сплаве ВТ6 непосредственно в колонне микроскопа [130].

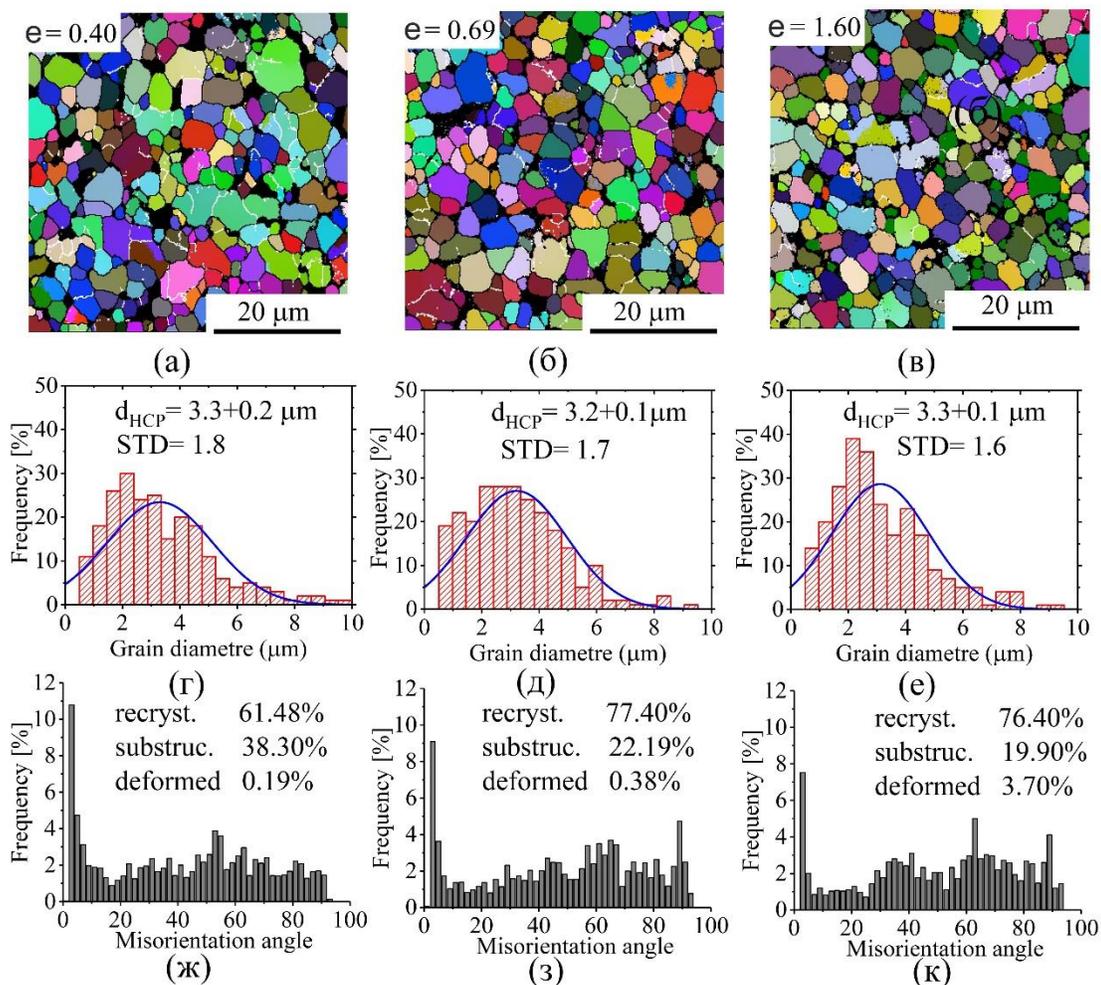


Рисунок 4.2 – EBSD карты (а-в), распределение размеров зерна (г-е), и углов разориентировки зерен (ж-к) при $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и $825 \text{ }^\circ\text{C}$ для ГПУ структуры сплава ВТ6

При температуре $875 \text{ }^\circ\text{C}$ с увеличением степени деформации наблюдали только динамический рост зерен, без значимых изменений субструктуры, при этом доля МУГ сохранялась на уровне 10% (рисунок 4.3а-в).

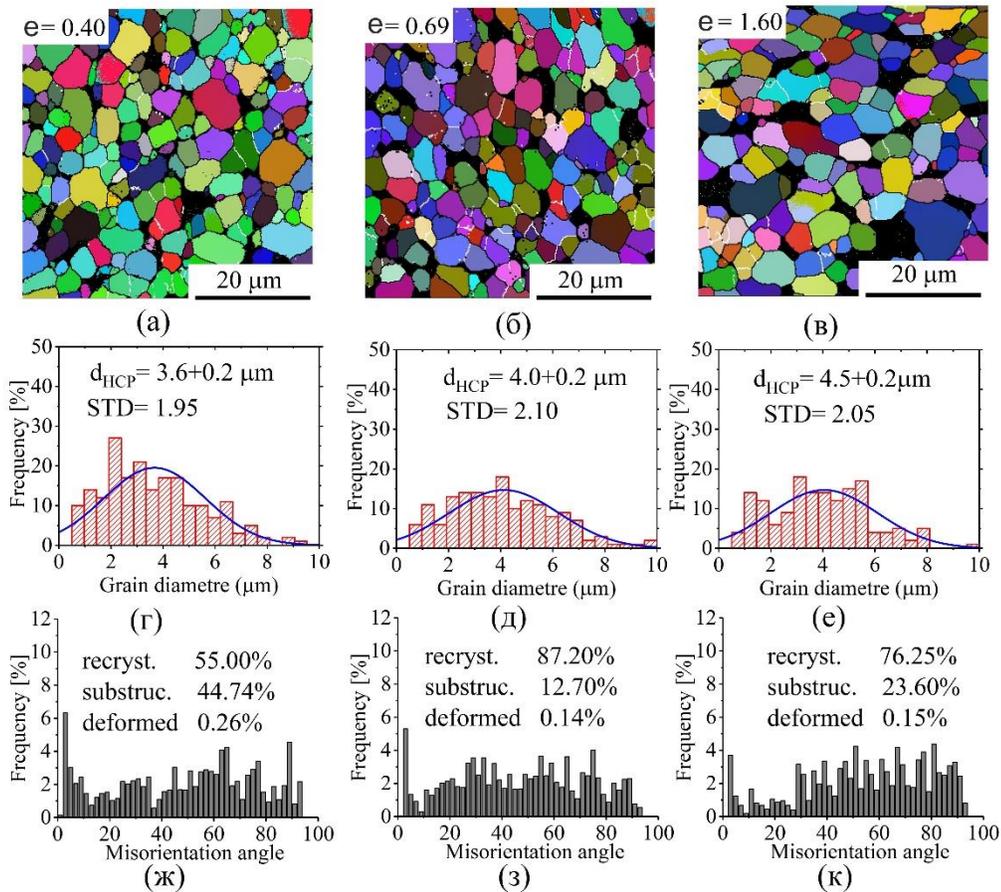


Рисунок 4.3 – EBSD карты (а-в), распределение размеров зерна (г-е), и углов разориентации (ж-к) при $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и $875 \text{ }^\circ\text{C}$ для ГПУ структуры сплава ВТ6 (ось растяжения горизонтальна)

Размеры зерен и их распределение в условиях испытаний на одноосное растяжение (постоянная скорость деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ / $875 \text{ }^\circ\text{C}$) при различных степенях деформации представлены на рисунке 4.3г-е. В этих условиях испытаний, зерна α -фазы демонстрируют нормальное распределение как и при $825 \text{ }^\circ\text{C}$, но с более высокими значениями стандартного отклонения для аналогичных степеней деформации. Можно сделать вывод, что зеренная структура при $875 \text{ }^\circ\text{C}$ становится менее однородной.

Таким образом, при температуре $825 \text{ }^\circ\text{C}$ наблюдали некоторое уменьшение плотности МУГ и рост ВУГ при сохранении среднего размера зерен, т.е. динамическая рекристаллизация при этой температуре возможна, и, скорее всего, протекает одновременно с ростом зерен, что согласуется с литературными данными [130]. Вклад эффекта динамической рекристаллизации не столь значителен, так как микроструктура в исходном состоянии близка к глобулярной и слабо меняет морфологию при сверхпластическом течении. В результате на

кривой напряжение-деформация мы наблюдаем не разупрочнение, характерное для измельчения структуры, а слабовыраженное деформационное упрочнение (рис.3.10в красная кривая). При повышении температуры до 875 °С соотношение МУГ/ВУГ практически не менялось, т.е. в данном случае можно ожидать только действие ЗГС аккомодированного дислокационной или диффузионной ползучестью. Деформационное упрочнение при 875 °С (рис.3.10в малиновая кривая) скорее всего вызывает динамический рост зерен.

4.2 Исследование эволюции структуры сплава ОТ4-1

Эволюция микроструктуры при сверхпластической деформации сплава ОТ4-1 исследована также при условиях близких к максимальной скоростной чувствительности напряжения течения при скорости деформации $4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ в диапазоне температур 815-890°С и в интервале деформаций от 0,4 до 1,6. Результаты количественного анализа изменений размера зерен показаны на рисунке 4.4а, а примеры микроструктур в продольном сечении после деформаций 0,7 и 1,6 при разных температурах испытаний представлены на рисунке 4.4б-е. Размер зерна незначительно изменяется при температуре 815 °С (синие линии на рисунке 4.4 а): зерна увеличиваются с 3,6 до 5,1 мкм (α -фаза) и с 1,8 до 2,3 мкм (β -фаза). При температуре 840 °С обе фазы остаются мелкозернистыми, и нет явных различий между недеформированным исходным размером зерна и размером зерна после деформации до степени 0,4 (красные линии на рисунке 4.4а). С повышением температуры испытаний до 865 °С средние размеры зерен с увеличением степени деформации до 1,6 (400 %) увеличились значительно с 4,2 до 7,2 мкм (α -фаза) и с 2,2 до 4,2 мкм (β -фаза) (зеленые линии на рисунке 4.4а). Значительный динамический рост зерна обнаруживается при температуре 890 °С уже в начале сверхпластической деформации, и средний размер зерна обеих фаз практически линейно увеличивается с увеличением степени деформации (черные линии на рисунке 4.4а). С повышением температуры от 815 до 890 °С средняя скорость динамического роста зерен для обеих фаз увеличивается с 3×10^{-4} мкм/мин до $1,3 \times 10^{-3}$ мкм/мин, т.е. практически на порядок.

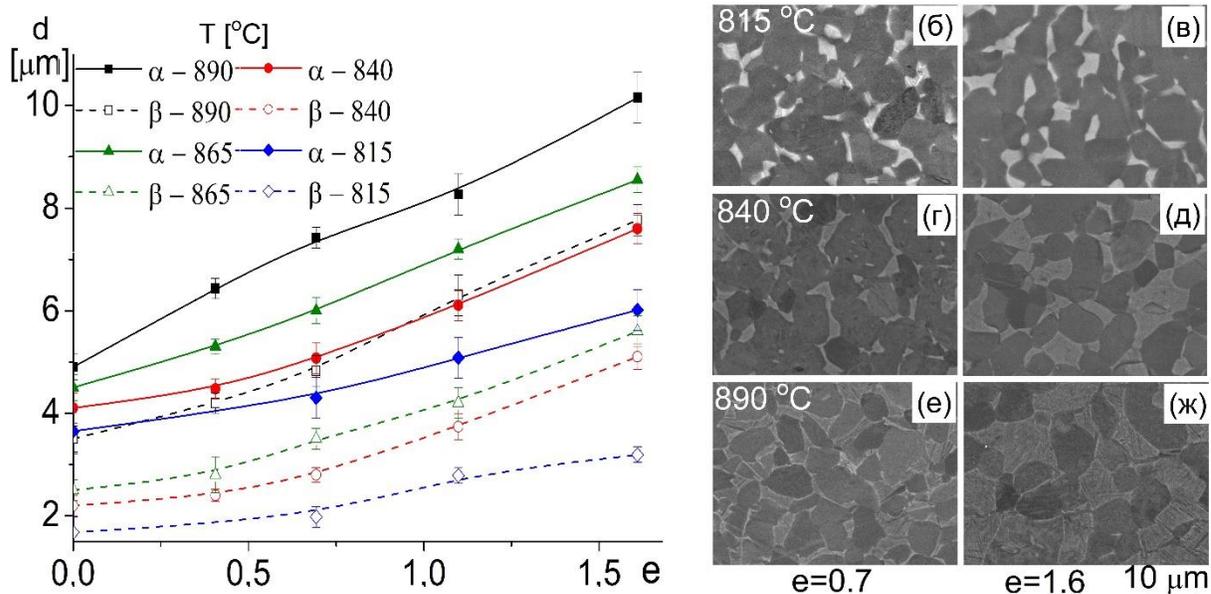


Рисунок 4.4 – Зависимость средних размеров зерна от степени деформации в сплаве ОТ4-1 после испытаний в условиях сверхпластичности ($4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, 815 - 890 °С) (а) и деформационные микроструктуры, полученные при 815 °С (б, в), 840 °С (г, д) и 890 °С (е, ж) и степенях деформации 0.7 (б, г, е) и 1.6 (в, д, ж)

На рисунке 4.5 представлены EBSD карты отожженного сплава ОТ4-1 в течение 59 мин (рисунок 4.5а) и 97 мин (рисунок 4.5б), а также деформированных образцов до степеней деформации 0,7 (рисунок 4.5в) и 1,6 (рисунок 4.5г) при 840 °С. Продолжительность отжига в 59 и 97 минут соответствует времени, необходимому для достижения степеней деформации 0,7 и 1,6 при скорости деформации $4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ с учетом выдержки образца перед началом деформации. Аналогично ВТ6, в процессе охлаждения образцов сплава ОТ4-1 с температуры деформации до комнатной, структура β -фазы частично трансформируется из ОЦК в ГПУ решетку, следовательно, измеренные значения размеров зерна относились к структуре с ГПУ решеткой (трансформированная β - и α -фаза). При этом, дефекты которые образуются в структуре при быстром охлаждении с температуры деформации от тех, которые образовались в результате деформации отделить не всегда удается. Основным критерием является сравнение микроструктуры деформированных и отожжённых образцов, охлажденных с одинаковой скоростью, т.к. фазовые превращения идут в обоих случаях. В этом заключается сложность исследования микроструктурных изменений в титановых сплавах, связанных именно с процессом деформации.

Объемная доля фаз с ГП решеткой (α и трансформированной β) составляет $(93\pm 1)\%$, а фаза ОЦК (стабильная β , в данном сплаве удалось по EBSD данным идентифицировать ОЦК фазу) составляет всего $(7\pm 1)\%$ при комнатной температуре, что соответствует анализу объемной доли исходной микроструктуры, как показано на рисунке 3.1.

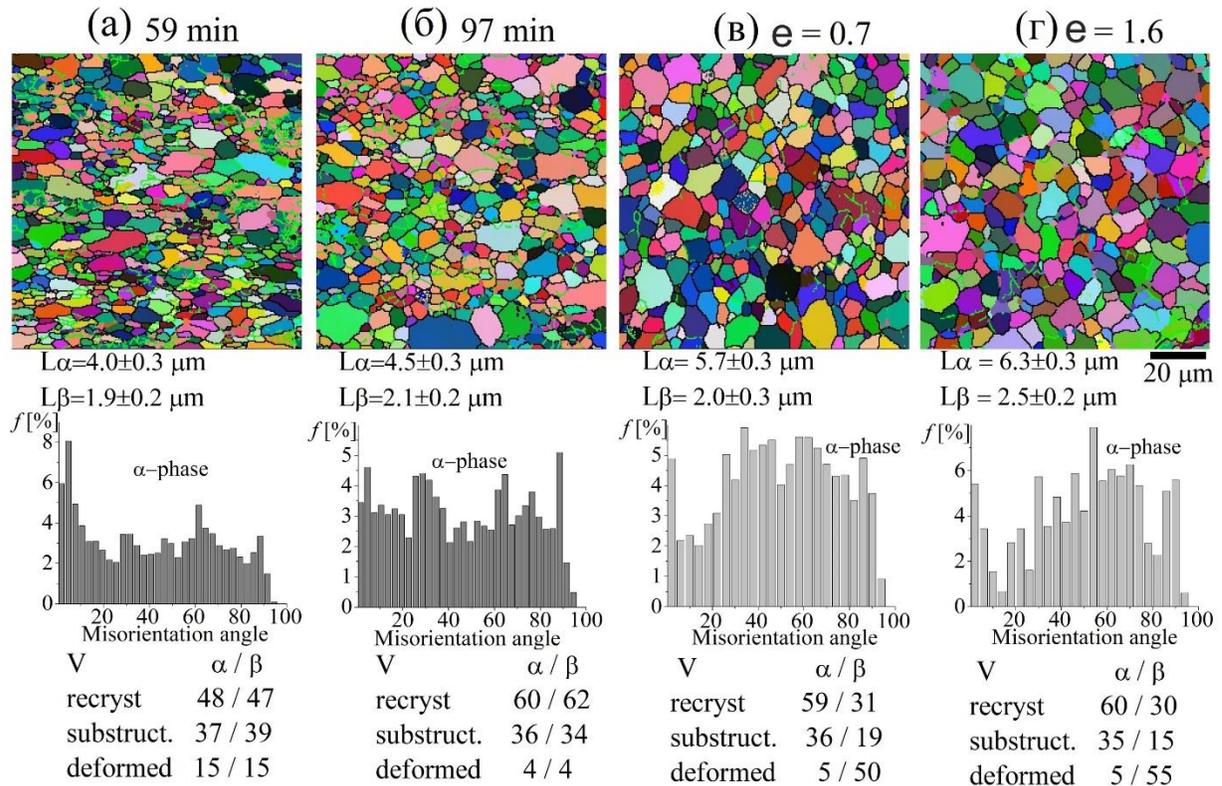


Рисунок 4.5 – EBSD анализ фаз ГПУ структуры в сплаве OT4-1 после отжига в течение 59 мин (а) и 97 мин (б) и после испытаний на растяжение при 840 °C со скоростью деформации $4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ на различных стадиях деформации: (в) $e=0.69$ и (г) $e=1.6$; черные линии на EBSD картах относятся к высокоугловым границам зерен, зеленые – к малоугловым

Средний размер зерна β -фазы варьируется от 1,9 до 2,5 мкм при доверительном интервале 0,3-0,5 мкм, т.е. не наблюдается явно выраженного различия в размерах зерен после деформации или отжига. В β -фазе при сверхпластической деформации доля деформированной фракции больше почти на порядок и достигает 50-55 %.

Неравноосные зерна α -фазы средним размером 4,0 мкм с высокой плотностью малоугловых границ (27 %) наблюдали после 59 мин отжига с деформированной фракцией (15 %) (зеленые линии на рисунке 4.5а). Процесс статической рекристаллизации приводит к глобуляризации структуры и формированию более равноосных зерен средним размером

4,5 мкм. Доля МУГ снижается до 18 %, а деформированная фракция уменьшается до 4 % после 97 минут отжига (рисунок 4.5б). Уменьшение доли малоугловых границ и деформированного объема говорит о процессах статической рекристаллизации при отжиге.

Растянутые на 0,7 и 1,6 деформации образцы имеют в основном равноосные α -зерна, средним размером 5,8 мкм и 6,3 мкм, соответственно. Доминируют углы разориентировки в интервале 30-80°, а доля малоугловых границ не превышает 10 % (рисунок 4.5в и г).

Сравнивая EBSD карты отожжённых и деформированных образцов можно заключить, что при сверхпластической деформации до степеней менее 100 % происходила динамическая рекристаллизация и динамический рост зерен, которые обеспечили снижение числа МУГ и равноосную зеренную структуру за более короткое время по сравнению с отжигом. Увеличение доли деформированного объема при сверхпластической деформации стабильной β фазы указывает на возможность ее деформации с активным участием дислокационных механизмов деформации – дислокационного скольжения и переползания, что согласуется с современными представлениями о сверхпластической деформации титановых сплавов, т.е. α/β межфазные границы обеспечивают основное ЗГС, а β фаза аккомодирует ЗГС, подстраивая форму зерен в результате деформации по дислокационному механизму.

4.3 Исследование эволюции структуры сплава ВТ14

На рисунке 4.6 показана микроструктура листов сплава ВТ14-СП и СТ, полученная после 42 мин отжига (необходимое время для достижения деформации 0,69 при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$), а также деформации до степени 0,69 при различных температурах. Из графика следует, что с повышением температуры размеры зерен α - и β -фаз значительно увеличиваются. Рост зерна в отожженном материале, а также в деформированном до 0,69 сплаве ВТ14-СП (рисунок 4.6а-е,о) слабее, по сравнению со сплавом ВТ14-СТ (рисунок 4.6ж-н,п) для всех исследуемых температур. Для ВТ14-СП Δd для β ($d_{e=0.69} - d_{42\text{min}}$) увеличилось с повышением температуры до 875 °С, но Δd для α ($d_{e=0.69} - d_{42\text{min}}$) уменьшилось с повышением температуры до 825 °С, и не изменилось при 875 °С (рисунок 4.6о). В случае ВТ14-СТ Δd как α , так и β значительно увеличилось с повышением температуры (рисунок 4.6п).

Анализ микроструктуры после 42 мин отжига также показал, что в образцах сохраняется неоднородность с участками равноосных зерен и участками вытянутых нерекристаллизованных зерен, как и после 30 минут отжига, при этом доля таких участков в образцах ВТ14-СП также в 2 раза меньше, чем ВТ14-СТ. Необходимо отметить, что

сверхпластическая деформация привела к существенной фрагментации и сфероидизации пластинчатых участков микроструктуры в образцах, что в большей степени выражено при повышенной температуре 875 °С.

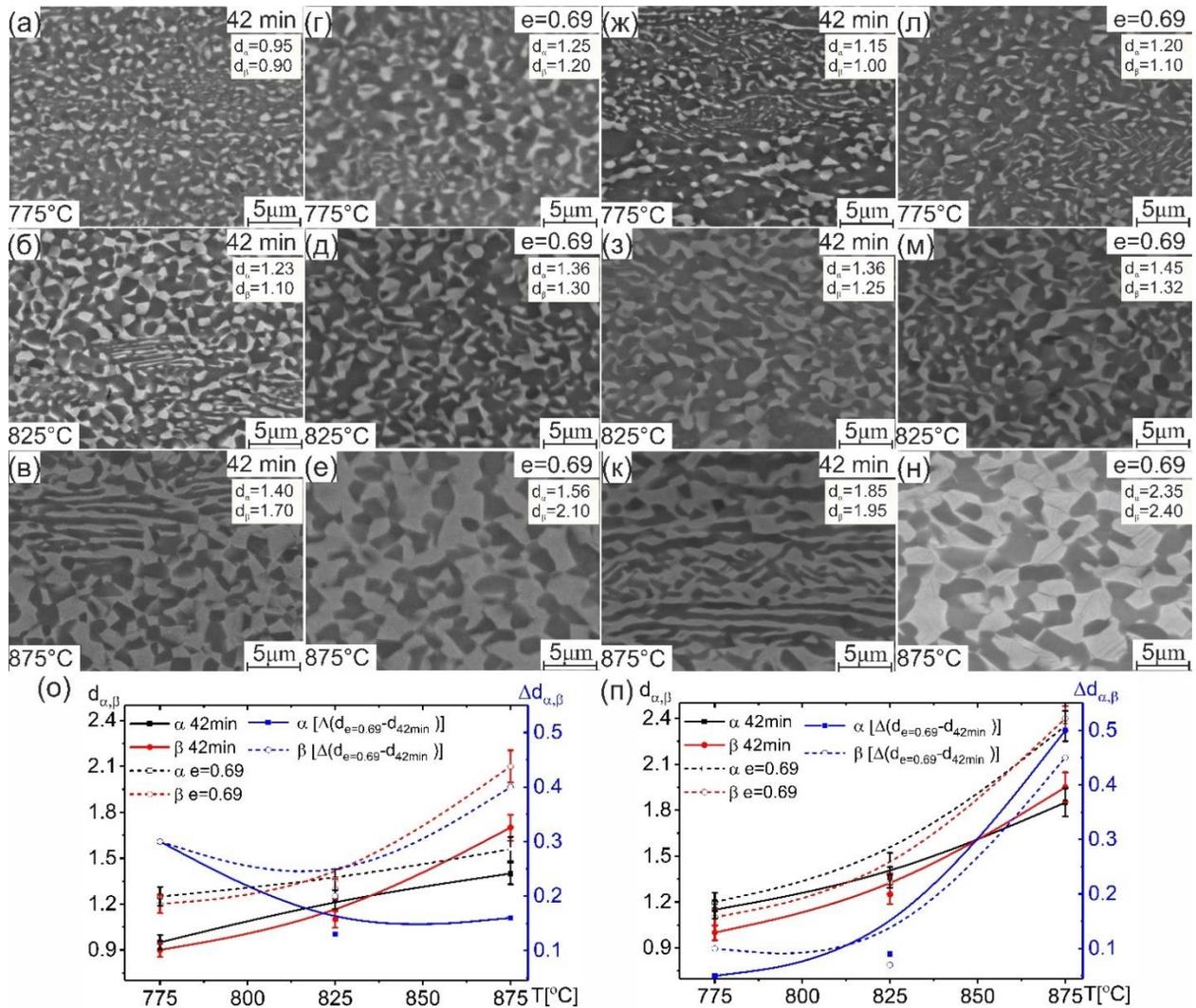


Рисунок 4.6 – Изменения в микроструктуре после отжига в течение 42 мин и деформации до степени 0.69 (а-е,о) VT14-СП, (ж-н,п) VT14-СТ (температуры, время отжига или деформация указаны на рисунках)

На рисунке 4.7 показано сравнение эволюции микроструктуры VT14-СП и VT14-СТ, вызванной деформацией при температуре 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, что соответствует оптимальным условиям деформации и обеспечивает максимум удлинения для обоих листов. Деформация сопровождалась разупрочнением в образцах СТ, и слабым изменением напряжения течения до степени 0,8 в образцах СП. После деформации 0,4, структура образцов VT14-СП практически рекристаллизованная, тогда как в СТ наблюдали участки с пластинчатой структурой. Более низкое значение напряжения течения в образцах VT14 СП, чем в образцах

VT14-СТ при деформации до 0,8 можно объяснить более рекристаллизованной структурой и несколько меньшим средним размером зерен. При увеличении степени деформации в обоих листах наблюдали динамический рост зерен. Зерна α - и β -фаз характеризуются относительно равноосной морфологией после деформации 1.6. Рост зерен привел к деформационному упрочнению при больших деформациях в обоих образцах. Для детального анализа зеренной/субзеренной структуры использовали EBSD метод.

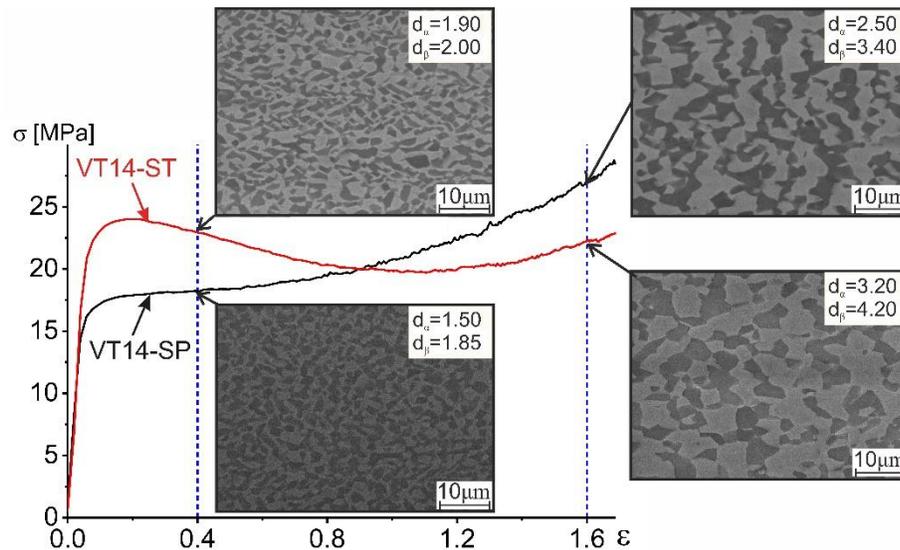


Рисунок 4.7 – Микроструктура титановых сплавов после испытаний до степеней деформации 0,4 и 1,6 при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

На рисунках 4.8 и 4.9 показаны EBSD карты, определяющие границы зерен и субзерен (рисунок 4.8а-в и 4.9а-в), распределение размеров зерен (рисунок 4.8 г-е и 4.9г-е) и углов разориентировки (рисунок 4.8 ж-к и 4.9ж-к) в образцах сплавов VT14-СП (рисунок 4.8) и VT14-СТ (рисунок 4.9) после 30 мин отжига, и 0,4 и 1,6 деформации при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Идентифицировать участки с ОЦК структурой в данном сплаве не удалось, они остались неразрешенными (черные участки на рисунках 4.8-4.9). В образцах VT14-СП после отжига в течение 30 минут структура частично рекристаллизованная; рекристаллизованные зерна имеют средний размер $(1,7 \pm 0,1) \text{ мкм}$ со стандартным отклонением 0,8 и равномерным распределением по размерам (рисунок 4.8а, г). Доля пластинчатой структуры не превысила 12 %. При деформации до 0,4, в структуре наблюдаются равноосные мелкие зерна со средним размером $d=1,8 \text{ мкм}$ и практически однородная рекристаллизованная структура, а зерна равномерно распределены со стандартным отклонением по размерам ($\text{STD}=0,8$) (рисунок 4.8б,д). С увеличением степени деформации происходит рост зерен ($d = 3,2 \text{ мкм}$) и их

распределение становилось более неоднородным ($STD=1,6$) по сравнению с микроструктурой, при 0,4 или исходной (рисунок 4.8в,е).

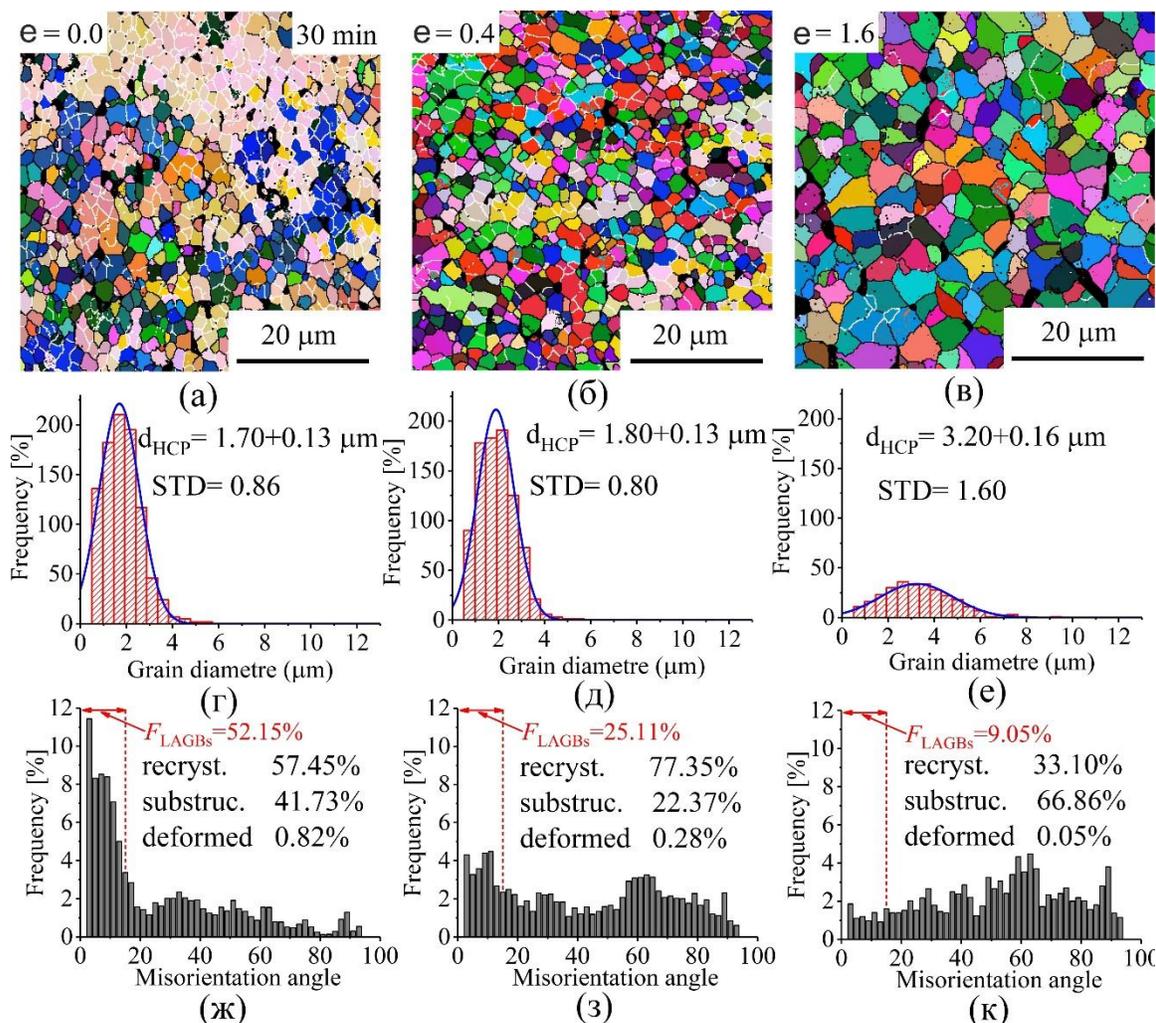


Рисунок 4.8 – EBSD карты и анализ ГПУ структуры сплава VT14-СП (а-в) зеренная/субзеренная структура, (г-е) распределение размеров рекристаллизованных зерен (окруженных ВУГ), и (ж-к) гистограммы разориентировок зерен после отжига (30 мин) и деформации при $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и $875 \text{ }^\circ\text{C}$

Проследим эволюцию углов разориентировки зерен. Доля МУГ ($<15^\circ$) составила 52 % после 30 мин отжига перед началом процесса деформации, присутствует большая доля нерекристаллизованного объема перед началом деформации. Зерна, окруженные высокоугловыми границами, разделены при этом малоугловыми, наблюдаются участки с доминирующими МУГ. В процессе деформации доля МУГ ($<15^\circ$) уменьшалась, тогда как доля высокоугловых границ зерен ($\geq 15^\circ$, ВУГ) увеличивалась (рисунок 4.8ж-к), что, свидетельствует о протекании динамической рекристаллизации в процессе деформации до степени 0,4. При деформации 0,4 число МУГ уменьшилось в 2 раза, а при деформации 1,6

уменьшилось в 5,8 раз по сравнению с исходным. Резкое уменьшение доли МУГ ($<15^\circ$), и увеличение ВУГ должно активизировать действие механизма зернограницного скольжения (ЗГС) уже при малых степенях деформации листа ВТ14-СП [100]. Необходимо отметить, что динамический рост зерна также может способствовать уменьшению доли малоугловых границ зерен, если он происходит по механизму коалиценции субзерен путем их разворота и слияния (непрерывный механизм рекристаллизации (термин иностранной литературы) [184] или рекристаллизация на месте [185]).

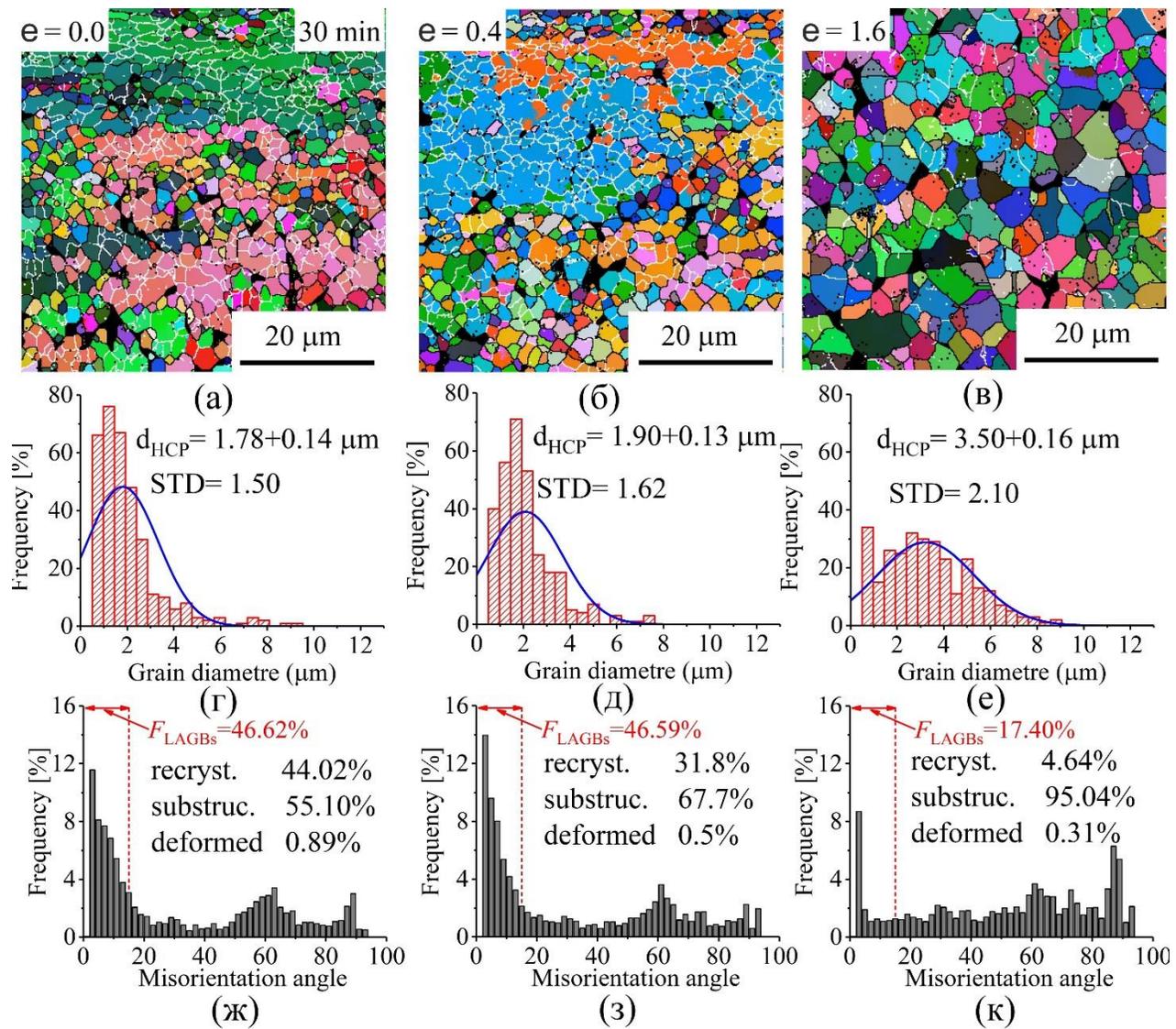


Рисунок 4.9 – EBSD картирование и анализ структуры ГПУ сплава ВТ14-СТ (а-в) зеренная/субзеренная структура, (г-е) распределение размеров зерен, и (ж-к) гистограммы разориентации зерен после отжига (30 мин) и деформации при $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и 875°C

В образцах ВТ14-СТ после отжига в течение 30 минут в структуре наблюдали много (25 %) некристаллизованных областей; зерна имели средний размер $(1,8 \pm 0,1)$ мкм, что близко к образцам СТ, однако стандартное отклонение зерен по размерам $STD=1,5$, что в 2 раза больше, чем у образцов ВТ14-СП при тех же условиях (рисунок 4.9а,г). С увеличением деформации до 0,4, в структуре доля некристаллизованных пластинчатых областей остается высокой; зерна имели средний размер $(1,9 \pm 0,1)$ мкм, и распределение зерен по размерам характеризовалось стандартным отклонением $STD = 1,6$ (рисунок 4.9б,д). По мере увеличения степени деформации увеличивался средний размер зерна ($d = 3,5$ мкм) и усиливалась неоднородность структуры, STD достиг 2,1 (рисунок 4.9в,е). Большие значения STD , полученные после отжига и деформации в образцах ВТ14-СТ по сравнению с ВТ14-СП, указывают на то, что зерна в ВТ14-СП более однородны по размеру. При этом, в листе ВТ14-СТ во время деформации структура состояла из рекристаллизованных (глобулярных) и некристаллизованных (пластинчатых) участков, так что на кривой распределения угла разориентировки зерен можно выделить два максимума (рисунок 4.9ж-к). Доля МУГ ($<15^\circ$) составляла 47 % после 30-минутного отжига практически не изменилась после деформации до степени 0,4 составив около 47 %, что указывает на сохранение частично некристаллизованной структуры после деформации 0,4 (тогда как в листах СП структура после такой деформации практически рекристаллизовалась). При увеличении деформации до 1,6, доля МУГ ($<15^\circ$) уменьшилась практически в 3 раза, а доля высокоугловых границ зерен ($\geq 15^\circ$, ВУГ) увеличилась, что также возможно благодаря процессам динамической рекристаллизации. Однако, динамическая рекристаллизация идет интенсивно на начальной стадии деформации в листах СП и менее интенсивно в листах СТ.

По сравнению с ВТ 14 в листах ВТ6 и ОТ4-1 при сверхпластической деформации зерна обеих фаз имели практически равноосную форму, а соотношение МУГ и ВУГ менялось менее значительно, т.е. динамическая рекристаллизация в этих сплавах оказывает более слабое влияние на процесс сверхпластического течения, чем в сплаве ВТ14.

4.4. Сравнение скорости роста зерен в исследуемых сплавах

Рисунки 4.10 и 4.11 демонстрируют сравнительные зависимости размера зерна от степени деформации (времени деформации или времени отжига) и скорость динамического или статического роста α и β зерен, соответственно. Измерения по фотографиям, полученным в СЭМ в отраженных электронах сравнили с результатами

EBSD анализа для тех точек, для которых он был проведен, и показали, что данные полученные по разным методикам различаются не существенно. Рост зерен ускоряется при больших степенях деформации в большинстве случаев, при этом зерна растут при сверхпластической деформации значительно, чем при отжиге.

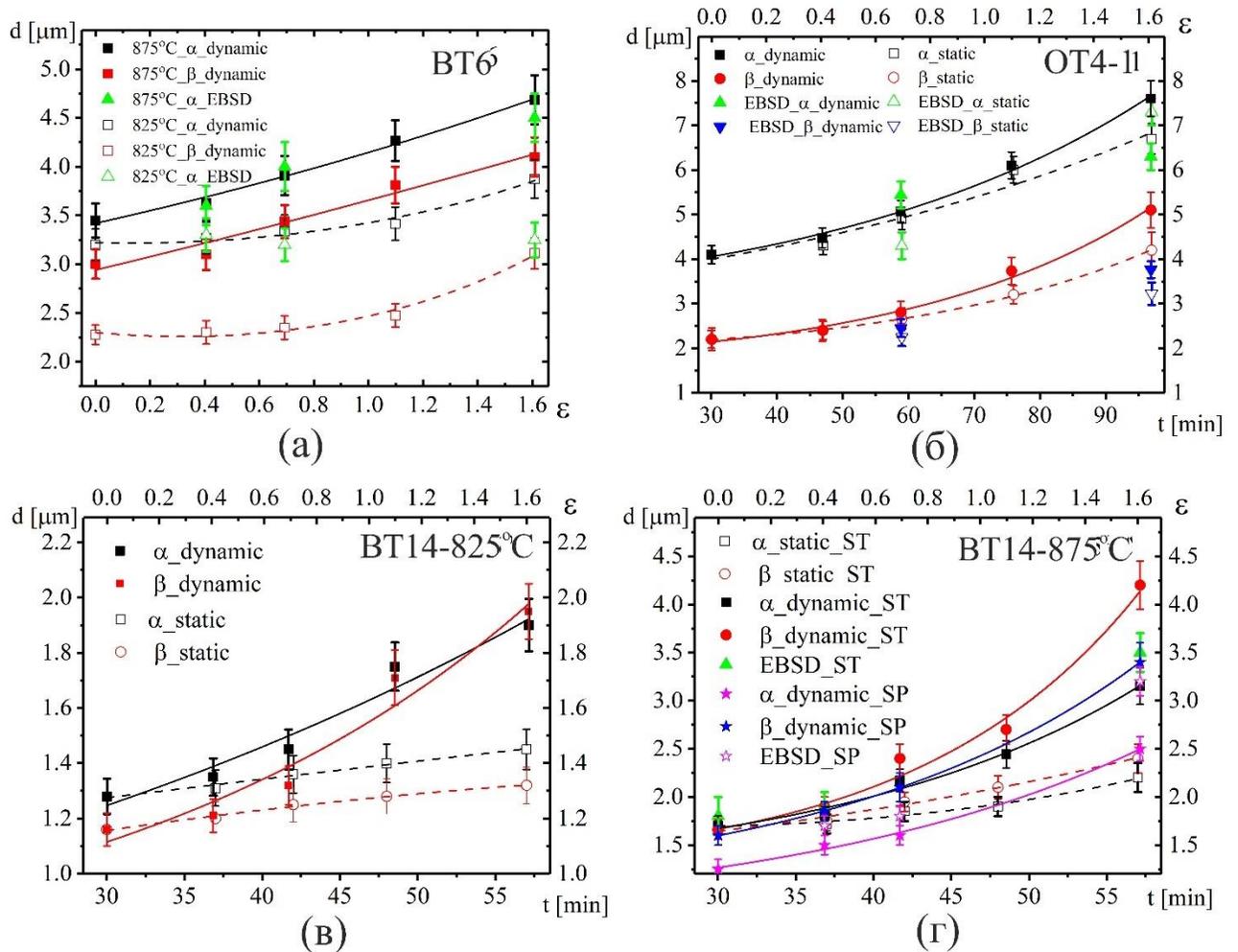


Рисунок 4.10 - Зависимость размера зерна от степени деформации (времени деформации или времени отжига) (а) VT6, (б) OT4-1 and (в,г) VT14-СТ

Если сравнивать низкотемпературную деформацию при 825 °С в сплаве VT6 с высокотемпературной при 875 °С, можно отметить, что при большей температуре деформации скорость роста зерна одинаково высокая, а при пониженной наблюдается слабое ускорение роста зерна с увеличением степени деформации (Рисунки 4.10а и 4.11а). В сплаве OT4-1 скорость статического и динамического роста зерен увеличивается с увеличением степени деформации или времени отжига, при этом, по характеру зависимости скорость динамического роста зерна при 840 °С и $4 \times 10^{-4} \text{c}^{-1}$ близка

к скорости динамического роста зерен в сплаве ВТ6 при $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ и $825 \text{ }^\circ\text{C}$ (Рисунки 4.10б и 4.11б). Скорость роста β -зерен увеличивается с увеличением степени деформации/времени отжига интенсивнее, чем α .

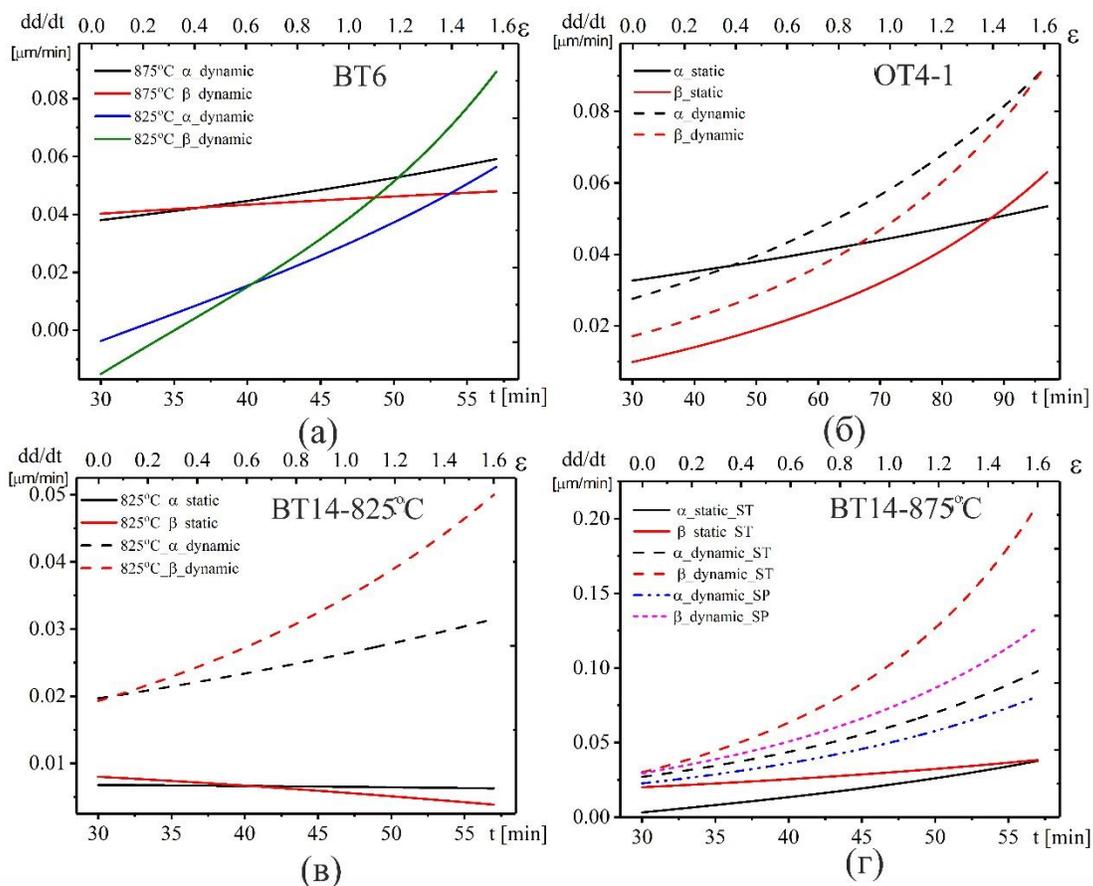


Рисунок 4.11 - Зависимость скорости динамического или статического роста α и β зерен от истинной деформации (времени деформации или времени отжига) (а) ВТ6, (б) ОТ4-1 and (в,г) ВТ14-СТ

На примере сплава ВТ14-СТ можно сравнить скорость статического роста зерен при отжиге и динамического роста зерен при сверхпластической деформации при $825 \text{ }^\circ\text{C}$ и $875 \text{ }^\circ\text{C}$ (Рисунки 4.10в,г и 4.11в,г). Скорость статического роста зерен слабо зависит от времени отжига и не превышает $0,01 \text{ мкм}/\text{мин}$ для $825 \text{ }^\circ\text{C}$, и $0,025 \text{ мкм}/\text{мин}$ для $875 \text{ }^\circ\text{C}$. Скорость динамического роста зерен увеличивается с увеличением степени деформации и достигает значений на порядок больших, чем скорость статического роста зерен при оптимальной для сверхпластического состояния температуре $875 \text{ }^\circ\text{C}$. При этом скорость роста β зерен больше, чем α , в большинстве случаев.

Если сравнивать скорость роста зерен в листах СП и СТ сплава ВТ14, то можно сделать вывод о более стабильной структуре, так, скорость динамического роста зерен β -фазы в СП при больших степенях деформации в два раза меньше, чем в случае образцов СТ (Рисунок 4.11 г).

4.5. Анализ эволюции текстуры

Чтобы предоставить более подробную информацию об ориентации зерен в процессе сверхпластической деформации, с помощью EBSD анализа были получены полюсные фигуры. Известно, что скольжение дислокаций в α -титане (ГП) происходит в базисных плоскостях $\{0001\}$, призматических плоскостях $\{10-10\}$ или пирамидальных плоскостях $\{11-20\}$ в направлении сдвига $\langle 1120 \rangle$ [32]. На рисунке 4.12 показаны полюсные фигуры зерен ГП-фазы сплава ВТ6.

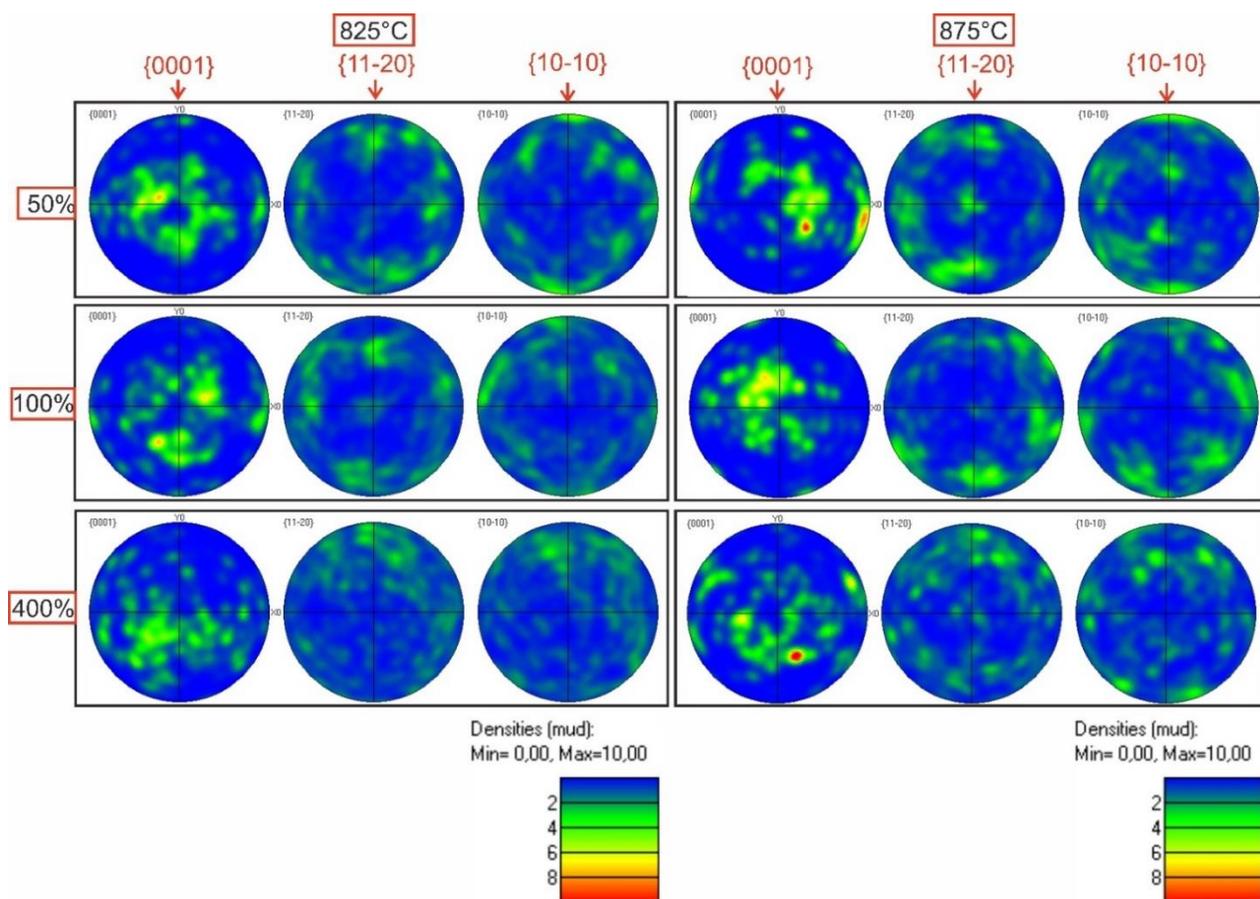


Рисунок 4.12 – Полюсные фигуры соответствующих ориентаций зерен α -фазы (ГПУ) после деформации сплава ВТ6 до различных степеней со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ при температурах 825 и 875 °C

Следует отметить, что X_0 и Y_0 являются перпендикулярными радиальными направлениями и не связаны с конкретными направлениями деформации. При степени деформации 0,4 при обеих температурах (825 и 875 °С) наблюдали острую текстуру. При 825 °С с увеличением деформации до 0,69 текстура ослабевает вследствие увеличения случайной ориентации кристаллитов, что характерно для развитого зернограничного скольжения. При увеличении деформации до 1,6 текстура ослабевала при обеих температурах деформации.

На рисунке 4.13 показаны полюсные фигуры для зерен с ГПУ решеткой сплава ОТ4-1 после отжига и деформации. После отжига в течение 59 мин, зерна с ГПУ-структурой имеют высокую степень упорядоченности, что отражается сильно выраженной текстурой на полюсной фигуре. При увеличении продолжительности отжига до 96 минут увеличивается разориентация кристаллов, и происходит ослабление текстуры. С увеличением степени деформации случайность разориентировок кристаллитов возрастает, что приводит к более интенсивному размытию текстуры. После деформации 1,6 наблюдается случайное ориентационное распределение, что выражается в слабой текстуре.

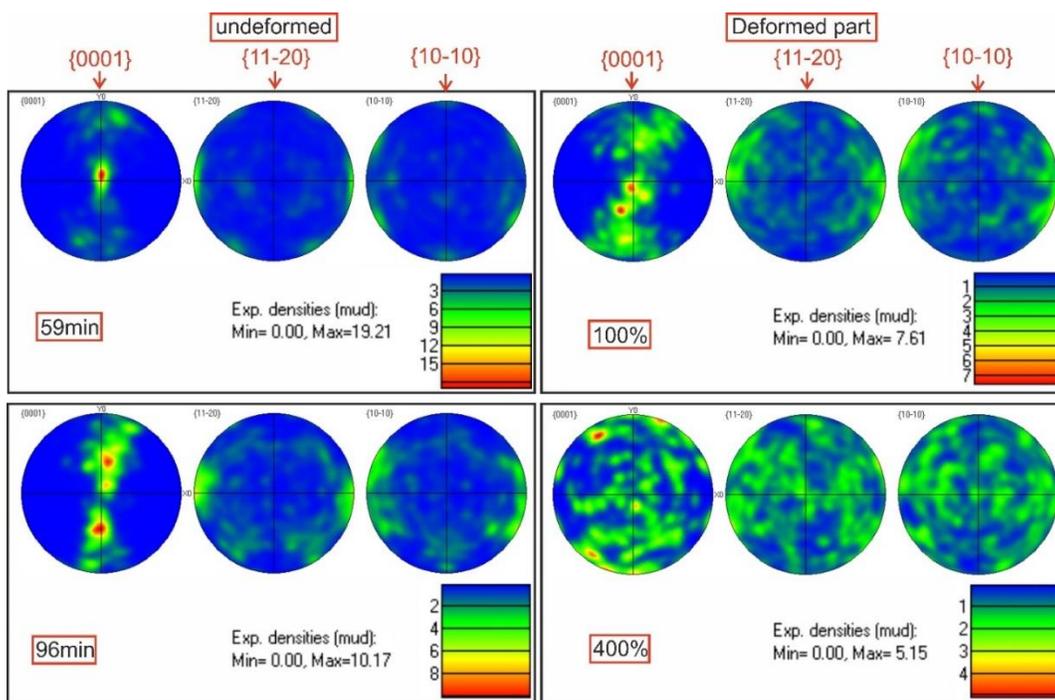


Рисунок 4.13 – Полюсные фигуры, построенные для деформированных и недеформированных образцов сплава ОТ4-1, соответствующих ориентаций зерен α -фазы (ГПУ), деформированных со скоростью $4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ и при температуре 840 °С

На рисунке 4.14 приведены полюсные фигуры для зерен с ГПУ структурой листов ВТ14-СП и ВТ14-СТ. В листах ВТ14-СП после отжига при 875 °С продолжительностью 30 мин, зерна с ГП структурой в нерекристаллизованных участках имеют схожую кристаллографическую ориентировку (расщепление на $\pm 45^\circ$ от X_0 к Y_0), что приводит к образованию острой текстуры. Напомним, что доля МУГ в обеих модификациях сплава ВТ14 составила примерно 50 % (рисунок 4,8ж и 4,9ж), т.е. структура после отжига была частично нерекристаллизована. Текстура сплава ВТ14-СТ содержала более сильное X_0 расщепление в плоскости базиса 0001, чем в остальных полюсных фигурах, т.е. можно сказать, что зерна в нерекристаллизованных зонах имеют аналогичную кристаллографическую ориентировку. Небольшая степень деформации (0,4) сплава ВТ14-СП привела к упорядоченности ориентации Y_0 на базисной полюсной фигуре, и слабой на других полюсных фигурах, т.е. переориентации зерен, при этом несмотря на сохранение текстуры число высокоугловых границ в данном случае значительно выросло, а структура стала практически равноосной. В сплаве ВТ14-СТ текстура демонстрировала сильное Y_0 -расщепление в базисной плоскости, а также сильное X_0 -расщепление в призматических и пирамидальных полюсных фигурах, что указывает на присутствие нерекристаллизованных зон при этой степени деформации. При этом, текстура хоть и ослабевала в процессе деформации до 0,4, но не полностью, острые текстурные максимумы наблюдали на всех полюсных фигурах в исследуемых модификациях сплава ВТ14. Увеличение деформации до 1,6 приводит к ослаблению текстуры во всех полюсах для обоих сплавов. При этом большинство соседних зерен ГПУ структуры разориентированы более чем на 15° . Доля LAGB составила 9,1 % для сплава ВТ14-СП и 17,4 % для сплава ВТ14-СТ (рисунок 4.8к и 4.9к) после деформации 1.6.

Вероятные причины ослабления текстуры в исследуемых сплавах при увеличении степени деформации заключаются:

- 1) динамической рекристаллизации, что очевидно наблюдается в ВТ14, так как при этом происходит существенное уменьшение доли деформированного объема и увеличение доли высокоугловых границ;

- 2) ЗГС, которое, сопровождаясь неупорядоченным разворотом зерен также приводит к ослаблению текстуры [186,187].

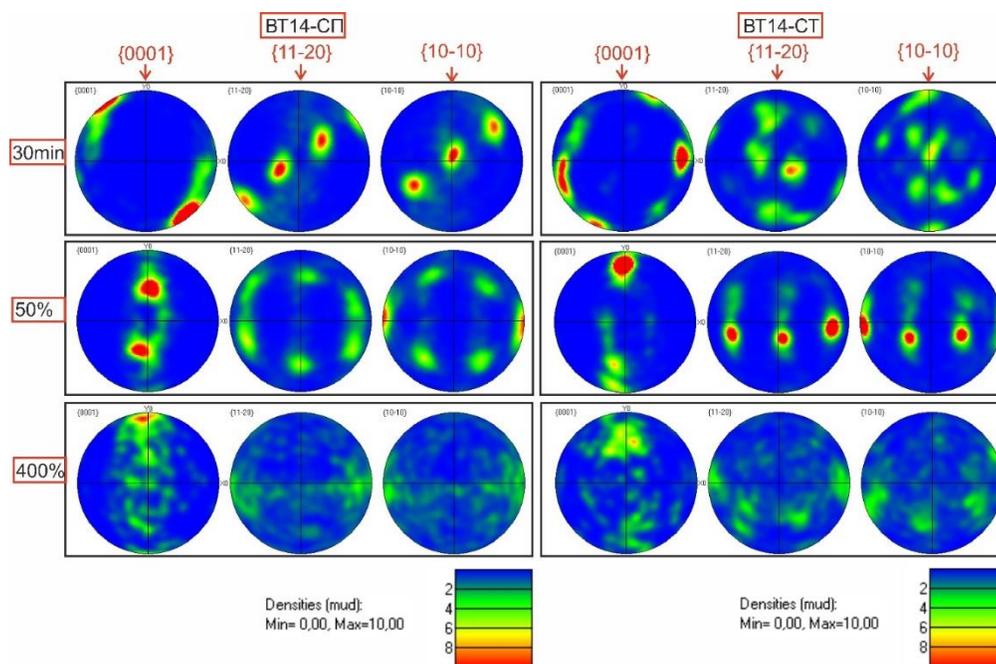


Рисунок 4.14 – Полюсные фигуры соответствующих ориентаций зерен α -фазы (ГПУ) после деформации сплава ВТ14 после 30 мин отжига и деформации 50 % (деформация=0,4) и 400 % (деформация=1,6) при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и температуре $875 \text{ }^\circ\text{C}$ для листов ВТ14-СП и ВТ14-СТ

4.6. Анализ остаточной пористости после сверхпластической деформации

Микроструктура вблизи зоны разрушения образцов сплава ВТ6, испытанных при 825 и $875 \text{ }^\circ\text{C}$ со скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, показана на рисунке 4.15б и в. Размер зёрен фаз составил $d_\beta = (3,5 \pm 0,2) \text{ мкм}$, а $d_\alpha = (4,0 \pm 0,2) \text{ мкм}$ при $825 \text{ }^\circ\text{C}$ и $d_\beta = (4,3 \pm 0,2) \text{ мкм}$, а $d_\alpha = (5,0 \pm 0,3) \text{ мкм}$ при $875 \text{ }^\circ\text{C}$, а объемная доля ОЦК фазы при температуре деформации $(28 \pm 3) \%$ при $825 \text{ }^\circ\text{C}$ и $(40 \pm 3) \%$ при $875 \text{ }^\circ\text{C}$. Несколько небольших пор обнаружено в деформируемой части образца доведенного до разрушения при $825 \text{ }^\circ\text{C}$ (деформация 635 %) (рисунок 4.15б). При $875 \text{ }^\circ\text{C}$ остаточная пористость была более выраженной (рисунок 4.15в). При этом поры при $825 \text{ }^\circ\text{C}$ были значительно более мелкими, чем дефекты, наблюдаемые при $875 \text{ }^\circ\text{C}$. Размер пор составлял 1-5 и 3-10 мкм при 825 и $875 \text{ }^\circ\text{C}$, соответственно. Несколько небольших остаточных пор (рисунок 4.15а) наблюдали в рабочей части образца при меньшей степени деформации 525 % соответствующей устойчивому течению ($1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1} / 825 \text{ }^\circ\text{C}$). Остаточные поры были небольшими и редкими и не могли вызвать раннее разрушение. Отметим, что остаточная пористость не превысила 0,5 % во всех случаях, что значительно меньше, чем в

сверхпластичных сплавах на других основах и наблюдалась только в зоне близкой к зоне разрушения.

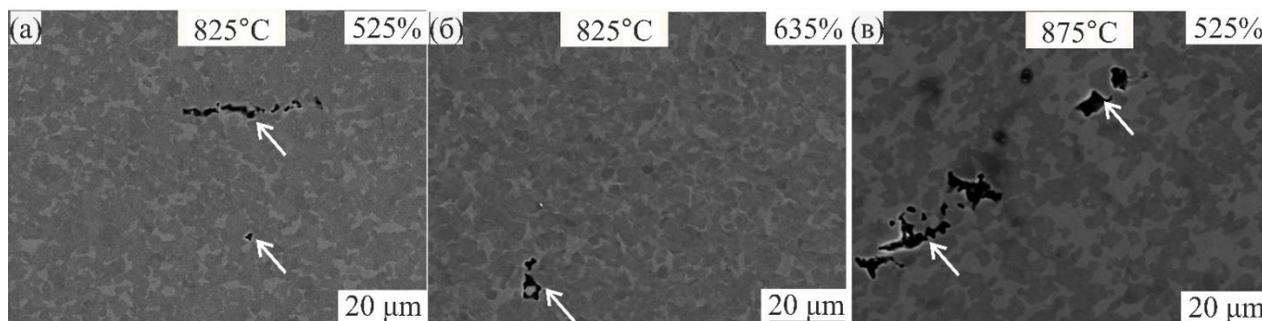


Рисунок 4.15 – СЭМ изображения сплава ВТ6, деформированного со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах (а,б) 825 °С и (в) 875 °С

На рисунке 4.16 показан участок микроструктуры, близкий к зоне разрушения образца сплава ОТ4-1, испытанного при температуре 840 °С и скорости деформации $4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Признаков пористости не наблюдали вплоть до разрушения образца (около 650 % деформации). Отметим, что в оптимальных деформационных условиях пористость менее выражена в сплаве ОТ4-1, при том что он имеет средний размер зерна близкий к сплаву ВТ6.

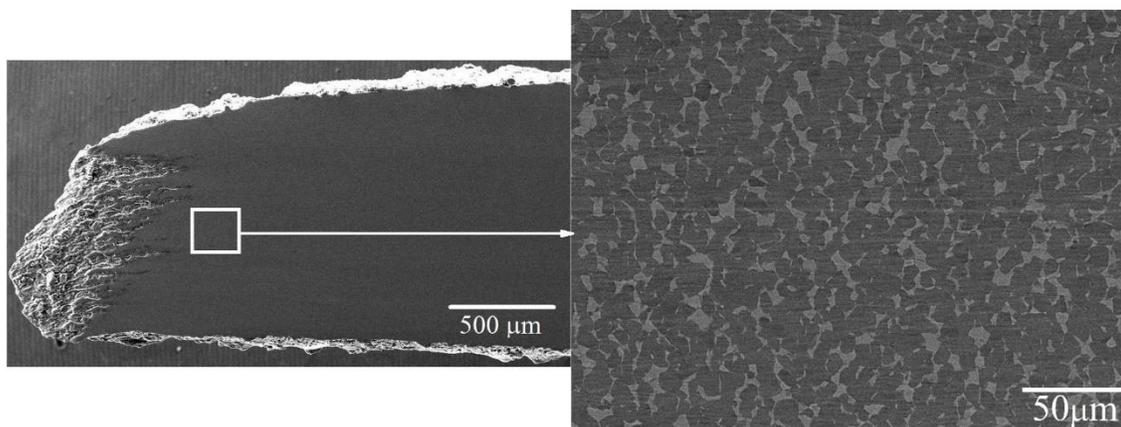


Рисунок 4.16 – Область разрушения образца сплава ОТ4-1 после деформации 650 % при 840 °С и скорости деформации $4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$

На рисунке 4.17 приведена микроструктура образцов ВТ14-СП и ВТ14-СТ деформированных на 2,1 (720 %) при оптимальных условиях – 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Остаточных пор не обнаружили, несмотря на значительную степень деформации. Как показал анализ, объемная доля β -фазы при этой деформации для обоих сплавов практически

одинакова (52-55 %) и соответствует равновесному состоянию. В случае образцов ВТ14-СП d_{β} и d_{α} составляют $(4,1 \pm 0,3)$ мкм и $(3,2 \pm 0,2)$ мкм, соответственно (рисунок 4.17а,б). В образцах ВТ14-СТ $d_{\beta} = (4,6 \pm 0,3)$ мкм, а $d_{\alpha} = (4,0 \pm 0,3)$ мкм (рисунок 4.17в,г).

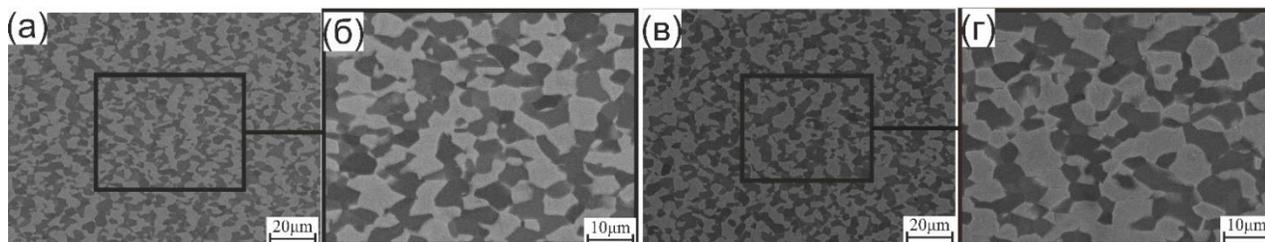


Рисунок 4.17 – Микроструктура после степени деформации 2,1 (720%) при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (а,б) ВТ14-СП и (в,г) ВТ14-СТ

Сплав ВТ14 демонстрирует наибольшие удлинения среди исследуемых сплавов, вероятно в результате его более мелкозернистой структуры и достаточного количества более пластичной ОЦК фазы с высокой диффузионной способностью.

4.7 Анализ эволюции микроструктуры при сверхпластической деформации методом просвечивающей электронной микроскопии

Анализ эволюции дислокационной структуры в β -фазе при сверхпластической деформации невозможен, так как именно β -фаза меняет тип решетки из-за полиморфного или мартенситного превращений при охлаждении до комнатной температуры. При этом, фазовое превращение вносит дефекты в структуру превращенных β -зерен, в структуру соседствующей α -фазы. Результирующие изменения дислокационной структуры зависят от условий охлаждения, фазового превращения и сверхпластической деформации. В этой связи, невозможно оценить эффект только сверхпластической деформации на дислокационную структуру β -фазы и межфазные границы. При использовании медленного охлаждения с печью дислокационная структура обеих фаз может существенно измениться, дислокации уйти в стоки на границах зерен, что также не позволит оценить ее изменения внесенные сверхпластической деформацией. В связи с этим, после сверхпластической деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях образцы немедленно закаливали в воду и в структуре β фазы, чаще всего, наблюдали мартенситные пластины, а на межфазных границах наблюдали повышенную плотность дислокаций. Согласно [188] повышенная плотность дислокаций на границах α/β является следствием интенсивного ЗГС и ее аккомодации

переползанием дислокаций. В данной работе неоднородное строение межфазных границ с повышенным числом дислокаций наблюдали в образцах подвергнутых и деформации и только отжигу, конечно, можно сделать качественный вывод, что в случае деформированных образцов дислокаций на межфазных границах больше, однако, однозначно судить о их природе сложно. Тип фазы на фольгах определяли по наличию мартенситной/трансформированной структуры и по форме частиц, так как α -фаза образовалась из β -фазы и имеет выпуклые в тело β -очертания, а β наоборот вогнутые. Основные выводы по дислокационной структуре сделаны, опираясь на качественные различия дислокационной структуры отожжённых и сверхпластически деформированных на разную степень образцов, одинаково охлажденных. При этом на одно состояние детально анализировали не менее 4 фольг.

Для сплава ВТ6, температура и скорость деформации обеспечивающие максимум удлинения составляют $825\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $1 \times 10^{-3}\text{ c}^{-1}$, при этом высокие значения относительного удлинения при закономерно более низких напряжениях течения были получены при температурах до $875\text{ }^{\circ}\text{C}$ при той же скорости деформации. Таким образом, эволюцию дислокационной структуры исследовали при 825 и $875\text{ }^{\circ}\text{C}$ температурных и скоростных условиях отжига и деформации.

ПЭМ исследования после 30 и 57 мин отжига при 825 и $875\text{ }^{\circ}\text{C}$ выявили дислокации в теле зерен α -фазы и стенки из дислокаций (рисунок 4.18). При $825\text{ }^{\circ}\text{C}$ наблюдали большее число дислокаций, чем при $875\text{ }^{\circ}\text{C}$. Стенки из дислокаций и отдельные дислокации в α -зернах наблюдали и после деформации 200-400 % при обеих температурах, при этом их число меньше, скоплений не наблюдается, кроме того, наблюдаются зерна с более совершенной структурой, в которых не обнаружили дислокаций (рисунок 4.19). Данные анализа дислокационной структуры сплава ВТ6 в данной работе согласуются результатами наблюдаемыми на поверхности образца *in-situ* в СЭМ в работе и подтверждают дислокационный механизм аккомодации ЗГС [130].

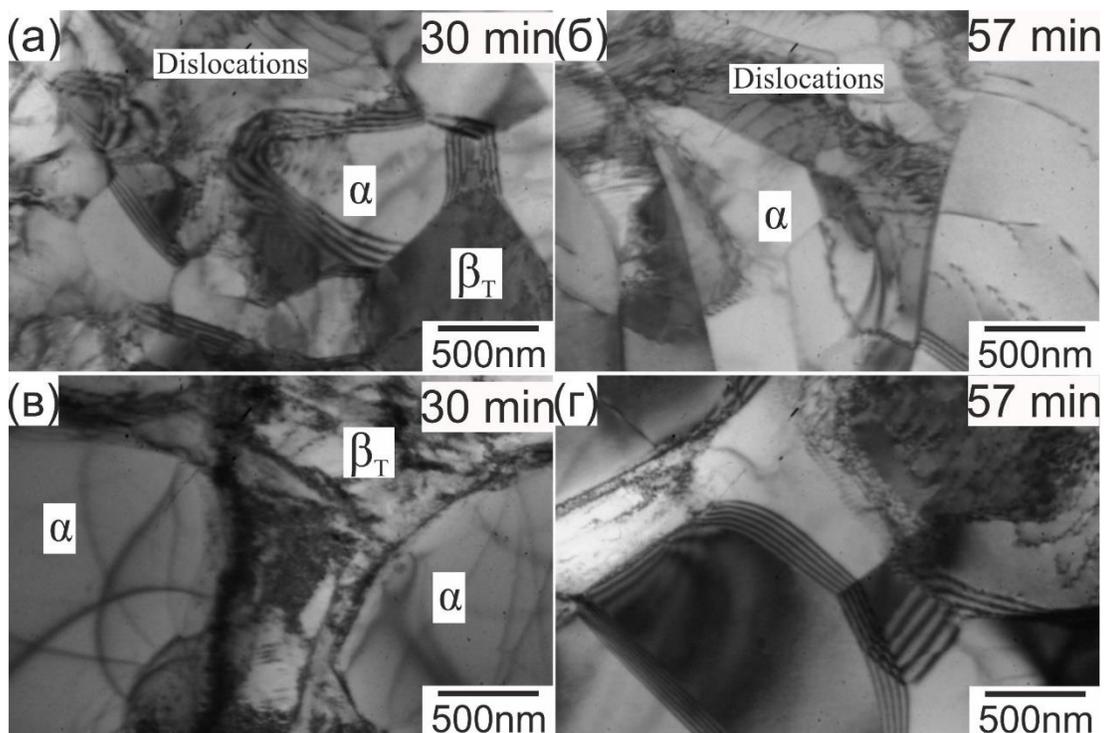


Рисунок 4.18 – ПЭМ изображения структуры сплава ВТ6 после (а,б) 825 °С и (в,г) 827 °С

Другим важным наблюдаемым эффектом в образцах подвергнутых сверхпластической деформации является образование отростков β фазы (β -усов), которые формируются на границе зерен α -фазы и что важно, могут прорасти в тело соседствующего с β -зернами зерна α -фазы по дислокационным стенкам. Этот эффект был обнаружен в образцах деформированных на 200 и 400 % как при 825, так и при 875 °С, при этом детальное исследование дислокационной структуры отожженных образцов не выявило подобных образований. Наиболее часто такие образования встречаются при температуре 875 °С.

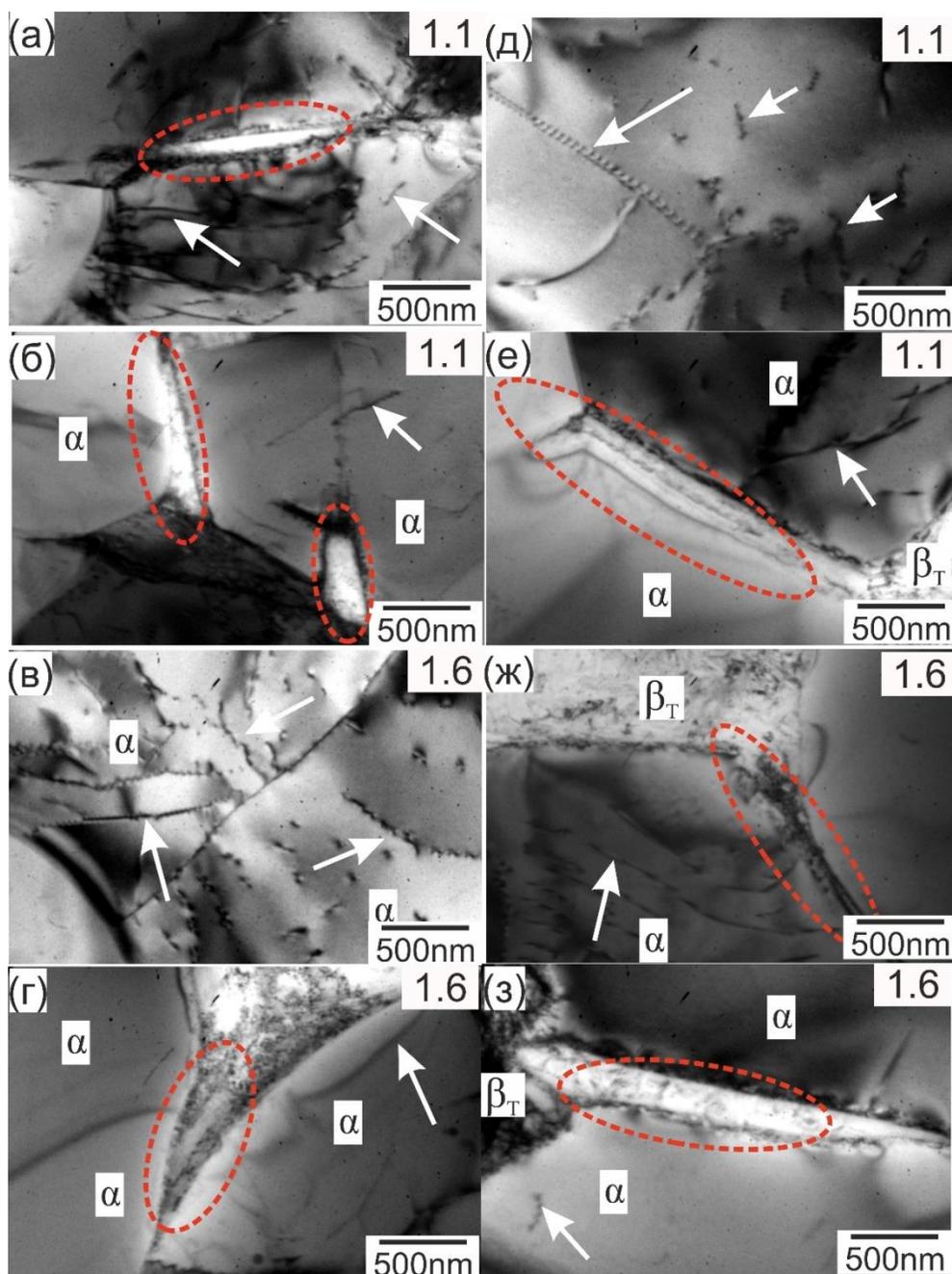


Рисунок 4.19 – ПЭМ изображения структуры сплава ВТ6 после сверхпластической деформации (а,б,д,е) 1.1 и (в,г,ж,з) 1.6 при температурах (а-г) 825 °С и (д-з) 875 °С

В случае сплава ОТ4-1, оптимальная температура деформации и скорость деформации составляли 840 °С и $4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, после деформации в данных условиях проводили анализ дислокационной структуры. На полученных ПЭМ изображениях в α -фазе после 76 мин отжига при 840 °С наблюдается незначительное количество свободных дислокаций (рисунок 4.20а), а с увеличением степени деформации их число в теле α -зерен несколько

увеличивается (рисунок 4.20б-г). Таким образом, аккомодация ЗГС в данном сплаве также могла осуществляться за счет дислокационного скольжения/ползучести. β -отростки были выявлены на границах α -зерен и в теле соседних с β -фазой α -зерен (рисунок 4.20б-г), также как и в сплаве ВТ6.

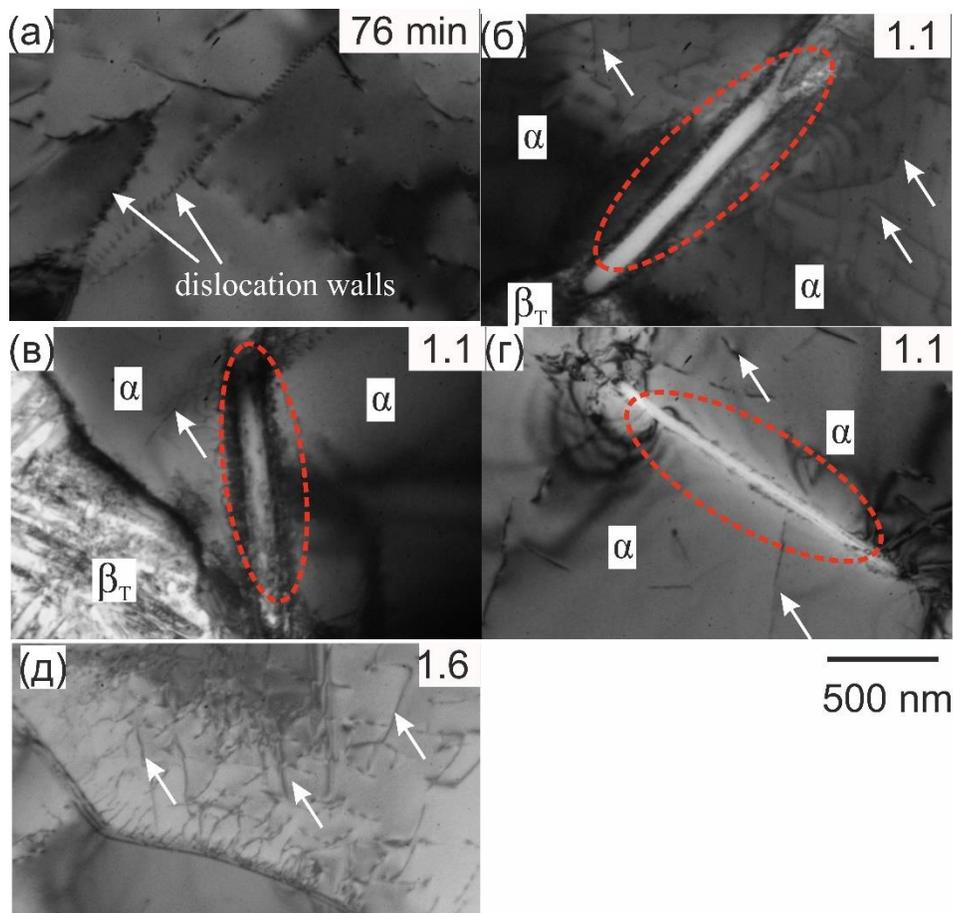


Рисунок 4.20 – ПЭМ изображения структуры ОТ4-1 α -фазы (а) после 76 мин отжига и деформации в условиях сверхпластичности до степеней деформации (Б-Г) 1,1 и (д) 1,6

На рисунке 4.21 показаны ПЭМ фотографии ВТ14-СТ после отжига 48 минут и деформации 0,4, 0,69 и 1,1 при режиме деформации 875°C и $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$, что являлось оптимальными условиями сверхпластической деформации сплава. В данном случае плотность дислокаций была повышенной в теле α -зерен перед началом деформации и после деформации 0,4-0,69. В случае деформации 1,1 тело зерен более свободно от дислокаций, однако наблюдали стенки из дислокаций и повышенная плотность сохранилась на межфазной границе α/β . Как уже выше отмечалось, такие дислокации могут быть результатом только аккомодации изменений решетки при фазовом превращении и

появляются только во время охлаждения, а могут быть и следствием действия аккомодационного скольжения/переползания дислокаций в результате зернограничного скольжения на межфазных границах при сверхпластической деформации.

Как это наблюдали в сплавах ВТ6 и ОТ4-1, β -фаза в виде отростков была обнаружена в сплаве ВТ14 только в образцах, подвергнутых сверхпластической деформации при 875 °С (Рисунок. 4.21б-з). Это явление не наблюдали после отжига в течение 48 минут при той же температуре (время, соответствующее нахождению образца в печи при деформации 1,1). (Рисунок. 4.21а), когда границы сохраняли ровные очертания.

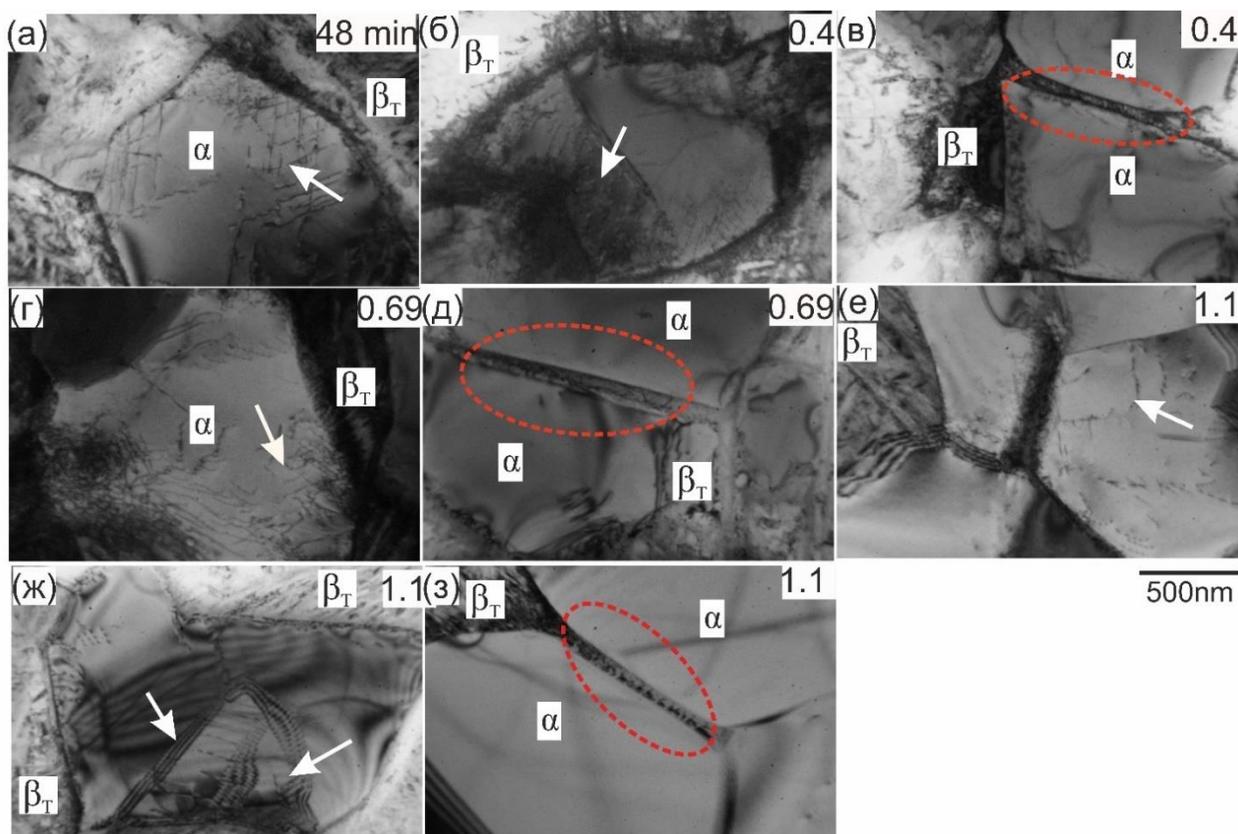


Рисунок 4.21 - ПЭМ микроструктура сплава ВТ14-СТ (а) после 48 минут отжига при температуре 875 °С и после сверхпластической деформации на (б,в) 0,4, (г,д) 0,69 и (е-з) 1,1 при температуре 875 °С и постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$

Сравнивая деформацию сплава ВТ14 при более низкой температуре 775 °С и оптимальной температуре 875 °С при той же скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, можно отметить, что число дислокации и дислокационных сплетений в теле зерен при 775 °С больше, чем при 875 °С (Рисунок. 4.22а,б). При меньшей скорости деформации $2 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ также выявлены дислокации в теле α -зерен, т.е. наблюдали признаки действия

дислокационных механизмов деформации при обеих температурах и скоростях. При этом, формирование β -отростков на границах α -зерен или в их теле после деформации при 775 °C не выявили.

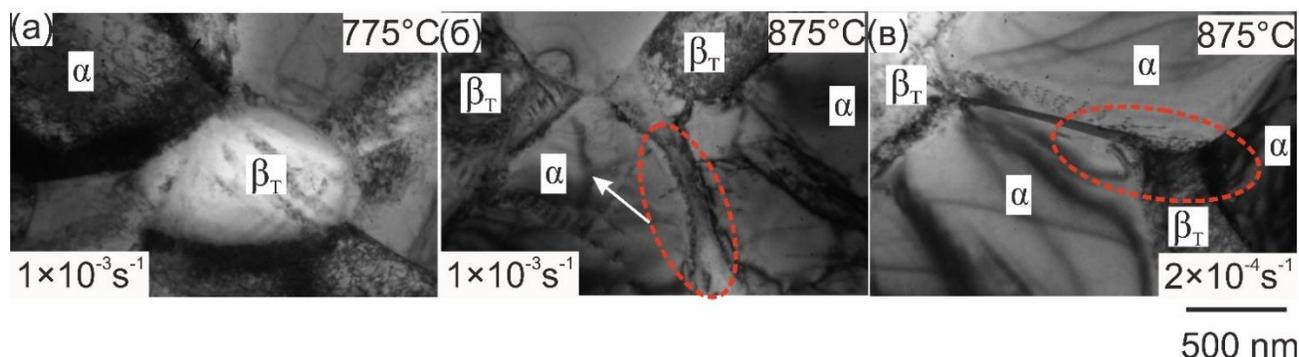


Рисунок 4.22 - ПЭМ микроструктура образцов сплава VT14-СТ деформированных на 200 % ($\epsilon=1.1$) при (а) 775 °C и $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$, (б) 875 °C и $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$, и (в) 875 °C и $2 \times 10^{-4} \text{c}^{-1}$.

Аналогичные образования отростков второй фазы у крупных частиц Al_2Cu при сверхпластической деформации были обнаружены в сплаве Д20, где они очень ярко выражены [189,190]. Формирование β -усов, тонких прожилок по α/α границам в фазы при деформации может быть результатом аккомодации ЗГС по механизму диффузионного массопереноса, что допустимо, если учесть большую диффузионную способность ОЦК β -фазы. Отметим, что образование таких β -отростков чаще всего наблюдали когда в теле соседнего α -зерна существовала стенка из дислокаций, что могло ускорять диффузионные процессы облегчать локальный диффузионный массоперенос и увеличивать протяженность межфазной границы, тем самым, облегчая ЗГС. При этом, механизм аккомодации в α -фазе скорее всего имеет дислокационную природу, так как дислокации в теле α -зерен и стенки из дислокаций обнаружены после разных степеней деформации, в том числе и после значительной сверхпластической деформации – 400 %.

4.8. Анализ эволюции микроструктуры поверхности образцов с маркерными сетками

В данных экспериментах образцы после растяжения в виду специфики конструкции разрывной машины и вакуумной печи (эксперименты были проведены в «Advance forming Research Center of Strathclyde University, GB и Ecole De Mine School», France) охлаждали относительно медленно, с печью, обеспечивая отсутствие нагрузки на образцах в процессе охлаждения и мартенситного превращения. Рисунок 4.23а показывает пример начальной

сетки, выполненной методом ФИП травления на полированной рабочей части образца, и микроструктуру того же участка после деформации 0,3 при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{с}^{-1}$ сплава ВТ6. Аналогичные сетки (в случае начальной стадии деформации сплава ВТ14 использовали сетки той же геометрии, но меньшего размера и шага, так как образцы имели малый размер зерен) наносили на поверхность других образцов.

Деформация даже при использовании атмосферы аргона и предварительной вакуумизации привела к практически полному исчезновению сетки с поверхности образца ВТ6 (Рисунок 4.23.). Исчезновение сетки может быть результатом недостаточной глубины вакуума и присутствия в защитной среде примеси кислорода, т.е. окисления поверхности, или склонности сплава к испарению титана с поверхности образца в вакууме без избыточного давления аргона. Было замечено, что после деформации 0,3 происходит смещение зерен и образуются полости, такое же поведение наблюдал Alabort с соавторами при деформации непосредственно в СЭМ-микроскопе в том же сплаве ВТ6 [130] при близких температурно-скоростных условиях. Наибольшие смещения, судя по исходному расположению фаз, вероятнее всего, происходят на межфазных границах, как это наблюдали в [130]. Характер рельефа в целом указывает на действие механизма зернограничного скольжения, других особенностей микроструктуры по полученным данным не выявлено из-за окисления поверхности и невозможности провести анализ маркерной сетки после деформации.

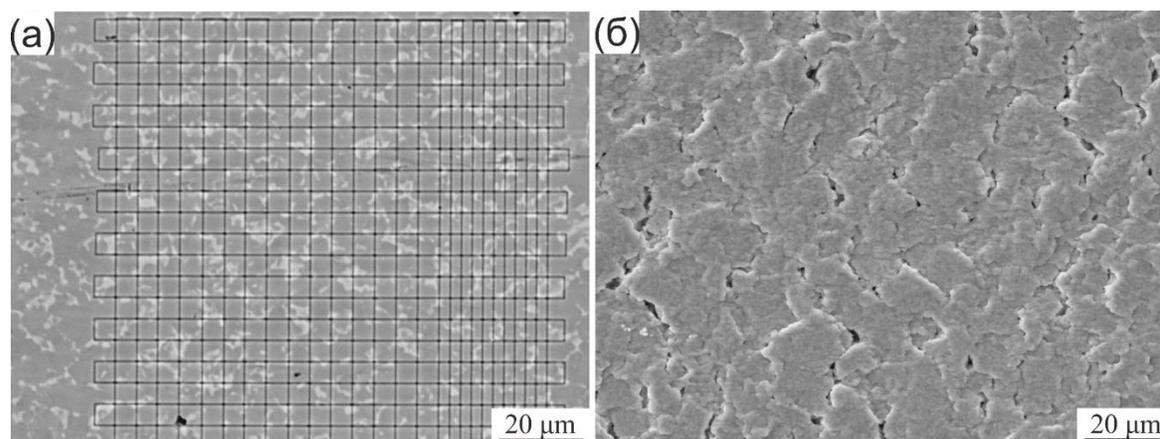


Рисунок 4.23 -(а) Сетки полученные методом ФИП-травления на исходном образце (б) и микроструктура после деформации 0.3

Рисунок 4.24 показывает микроструктуру образца с ФИП сеткой сплава ВТ14-СТ после деформации 0,1 при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{с}^{-1}$. В данном случае следов окисления на поверхности образца не обнаружили. При указанной степени деформации линии выхода дислокаций на

поверхность наблюдали как в α -, так и в β -зернах, что говорит о действии дислокационных механизмов деформации и согласуется с повышенной плотностью дислокаций, обнаруженной ПЭМ в α -зернах. Следы движения дислокации обнаружены во всех β -зернах (Рисунок 4.24а). При этом, только некоторые участки α -зерен не имеют ступеней на поверхности. Отметим, что линии сетки практически полностью размылись (Рисунок 4.24б) уже после небольшой деформации 0,1, что скорее всего является результатом серьезной внутризеренной деформации на начальном этапе и может быть объяснено тем, что на начальной стадии деформации, когда структура только формируется в данном сплаве, действует динамическая рекристаллизация при котором форма и строение зерен существенно меняется, а плотность дислокаций высокая. В отдельных участках структуры наблюдали рельеф характерный для ЗГС, оценить который из-за размытия маркеров в теле зерен после деформации сложно (Рисунок 4.24г)

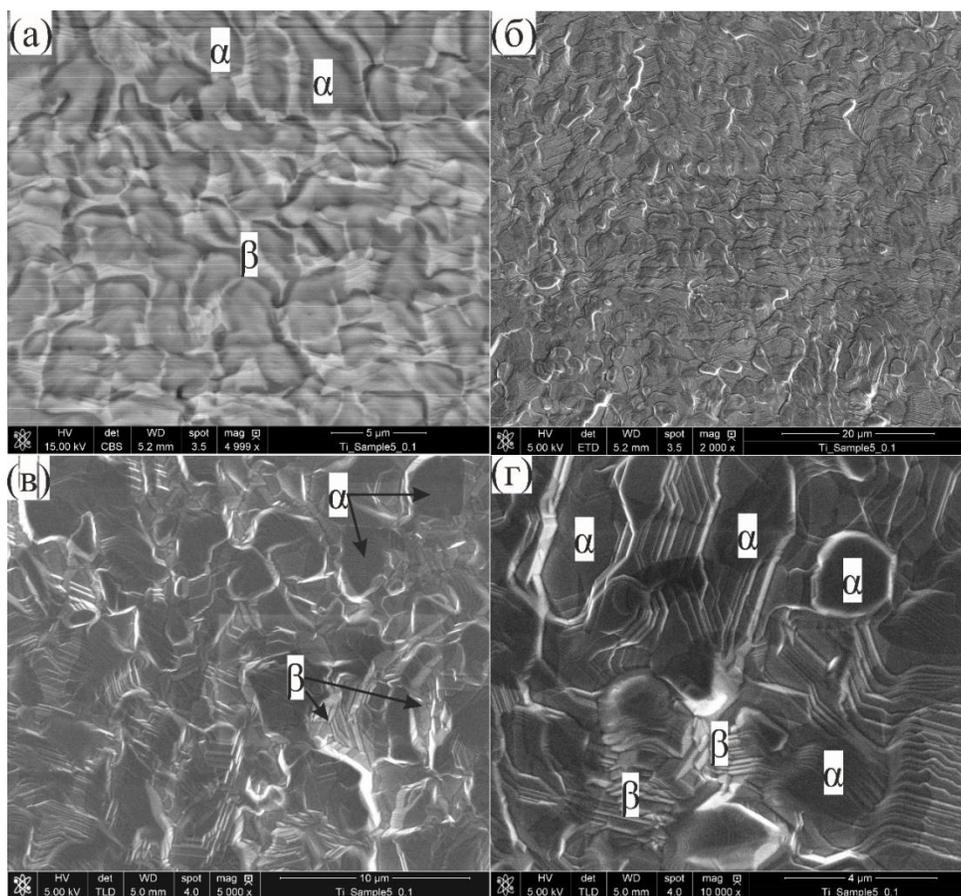


Рисунок 4.24 - Микроструктура деформированной поверхности сплава ВТ14-СТ деформации 0.1 при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{с}^{-1}$ (а) BSE, (б) SE (в,г) TLD

Увеличение деформации до 0,3 привело к увеличению плотности линий сдвига формированию большего числа ступенок на поверхности зерен обеих фаз (Рисунок 4.25), при этом обнаружены некоторые соседствующие α -зерна с признаками рельефа и смещения, т.е. действия ЗГС (рисунок 4.25 а, синий пунктир).

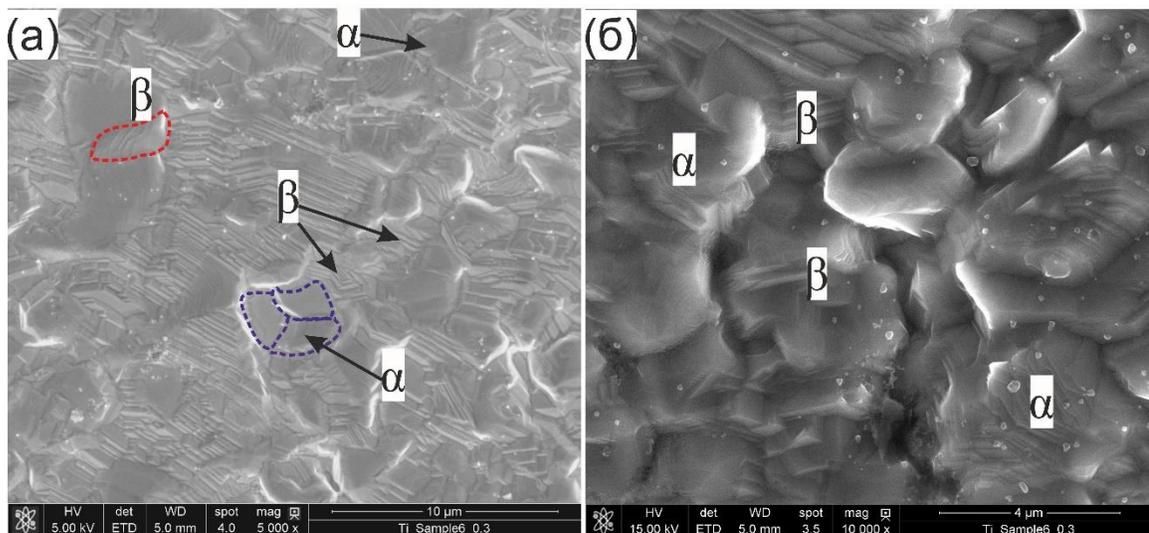


Рисунок 4.25 - Микроструктура деформированной поверхности сплава VT14-СТ деформации 0.3 при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ (а) низкое увеличение и (б) большое увеличение|

Для анализа эволюции микроструктуры на установившейся стадии проводили предварительную деформацию образца до 0,69 (100 %, так как при этой степени деформации глобулярная структура занимала около 90 % объема образца) при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, затем образец полировали и на него наносили ФИП-сетку. После деформации 0,3 наблюдали рельеф поверхности, смещения линий сетки, развороты зерен, т.е. все признаки зернограницного скольжения. Средний угол разворота зерен составил 10° , а максимальный 14° . При этом в областях, которые выглядели как одно зерно до деформации, происходили смещения и развороты зерен, обнаруживающие несколько более мелких зерен. Вклад ЗГС в общую деформацию достиг $(39 \pm 11) \%$ (расчет проводили по методике, описанной в [191]), при этом из-за большой дисперсности структуры и наличия отдельных смещений более мелких, чем сетка зерен, полученное значение вклада можно считать заниженным. Вклад внутрзеренной деформации оценивали по мелкой сетке, что удавалось сделать в случае наличия в теле одного зерна как минимум двух линий сетки, т.е. считали деформацию отдельных зерен и определяли долю этой деформации в общей деформации участка образца с сеткой. В среднем вклад внутрзеренной деформации, осуществляемой, по механизму

дислокационного скольжения/ползучести составил $(25\pm 5)\%$ при деформации 0,3. В отдельных зернах тонкие линии сетки также размылись, т.е. не были учтены в полученном значении вклада. Не удалось определить отдельно деформацию α и β фаз из-за наложения фазового контраста и рельефа поверхности (их трудно различить).

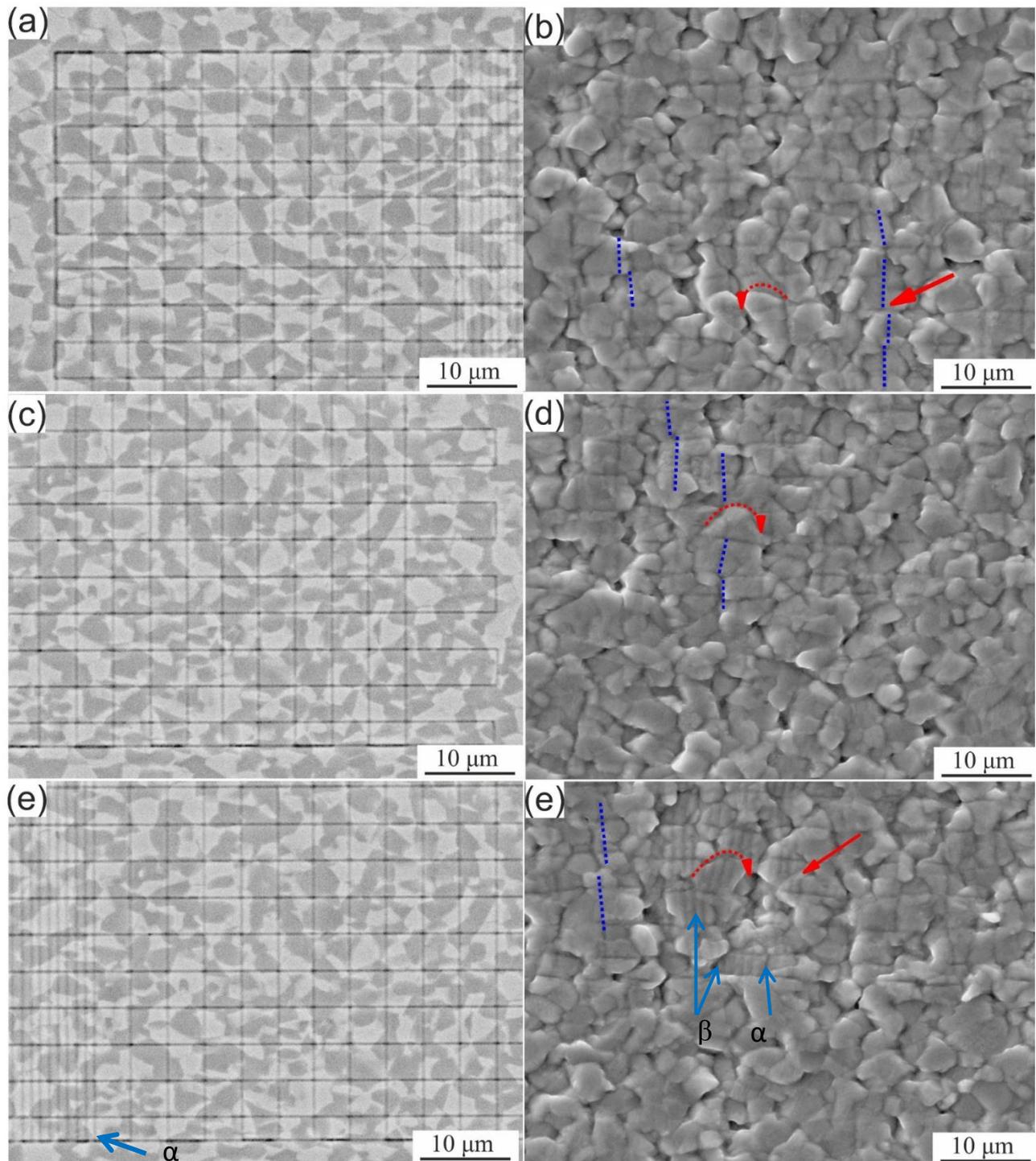


Рисунок 4.26 - Микроструктура сплава VT14-СТ после деформации 0,69+0,3 при 875°C и $1\times 10^{-3}\text{C}^{-1}$ (а,в,) исходная сетка до деформации и (б,г,ж) после деформации 0,69+0,3

Увеличение деформации до 0,43, привело к дополнительному размытию линий сетки и более значительным смещениям, что сделало невозможным анализ вкладов ЗГС и ВДС в общее удлинение, при этом качественно изменений структуры по сравнению с деформацией 0,3 не выявили, а очертания большинства зерен на поверхности сохранились и можно проследить их перемещение (Рисунок 4.27). Наблюдали появление новых границ зерен (например, зерно А поделилось на А1 и А2), выход зерен из объема на поверхность, смену соседей зерен (область зерен В и С). Линии мелкой сетки существенно размылись, сохранившись только в отдельных зернах.

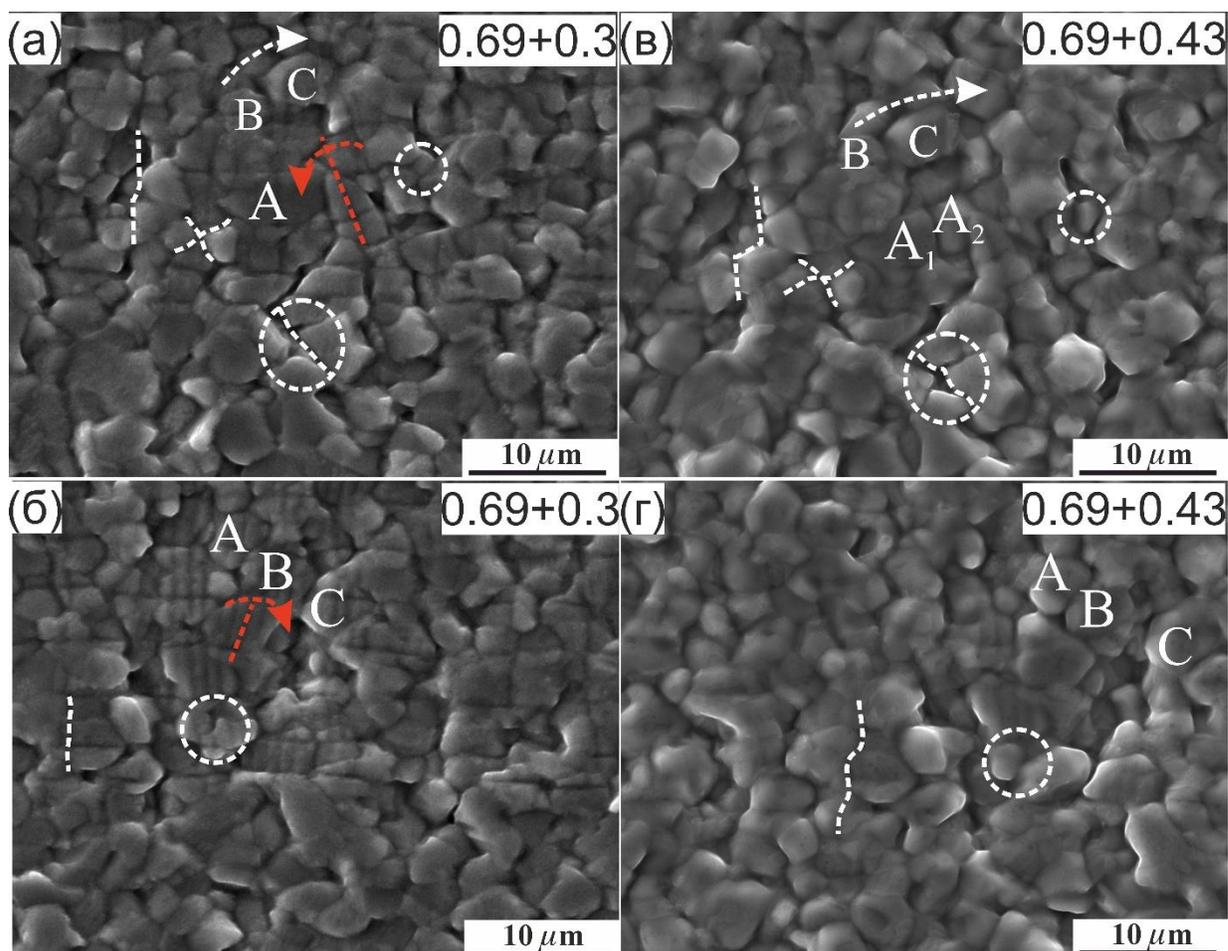


Рисунок 4.27 - Микроструктура сплава VT14-СТ после деформации 0,69+0,3 и 0,43 при 875°C и $1 \times 10^{-3} \text{C}^{-1}$ (а,б) 0,69+0,3 и (в,г) 0,69+0,43

На рисунке 4.28 показана микроструктура сплава VT14-СП после деформации 0,1 при 875°C и скорости $1 \times 10^{-3} \text{C}^{-1}$ (та же степень, что для образцов СТ на Рисунке 4.24.), т.е. после деформации на начальной стадии. Поперечных линий сетки, как и в образце VT14-СТ после деформации не обнаружили, сетка сохранила только очертания продольных линий, что,

вероятно, является следствием существенного дислокационного скольжения. Деформация на начальной стадии привела к появлению на поверхности образца ступенек и линий - следов выхода на поверхность дислокаций. Линии выхода на поверхность дислокаций обнаружены на всей поверхности β -фазы (Рисунке 4.28а) и в большинстве α -зерен (Рисунке Рисунке 4.28в.). С увеличением степени деформации до 0.14 существенных изменений по сравнению с 0,1 не наблюдали (Рисунке 4.28г,д).

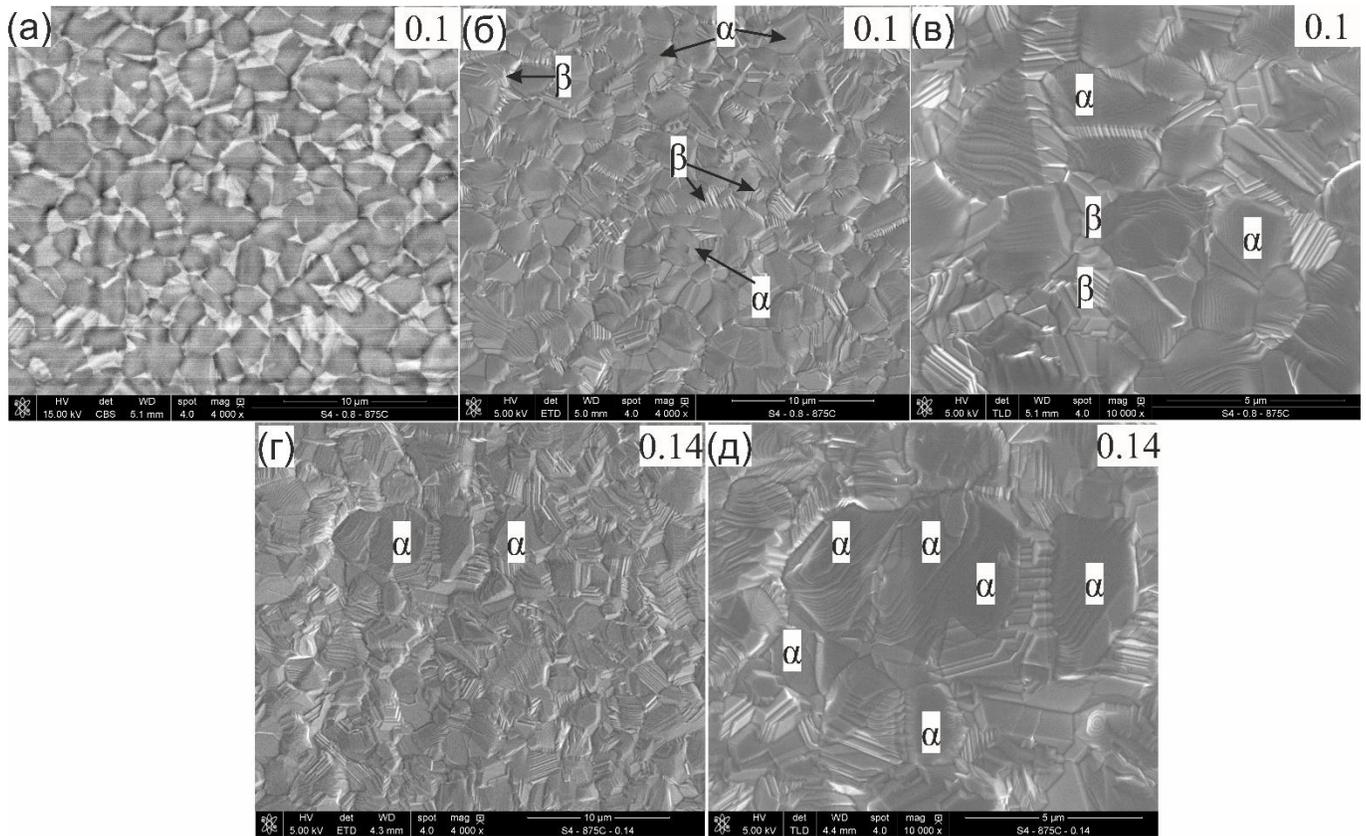


Рисунок 4.28 - Микроструктура деформированной поверхности сплава VT14-СП деформации (а-в) 0.1 и (г,д) 0,14 при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{с}^{-1}$

4.9. Технологические карты

Как обсуждалось в обзоре статей, материалы, подвергающиеся горячей деформации, рассеивают приложенную мощность нелинейно [134]. Индекс чувствительности напряжения к скорости деформации (m) является фактором, который распределяет приложенную мощность между выделением тепла и микроструктурой. Эффективность рассеивания мощности η и параметр неустойчивости $\xi_{(\epsilon)}$, которые связаны с работой горячей

деформации, могут быть выражены чувствительностью скорости деформации m следующим образом (уравнения 4.1 и уравнения 4.3) [95,135–140].

$$\eta = \frac{2m}{m+1} \quad (4.1)$$

$$m = \left(\frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} \right)_{T, \dot{\epsilon}} \quad (4.2)$$

$$\xi_{(\dot{\epsilon})} = \frac{\partial \left(\frac{m}{m+1} \right)}{\partial \ln(\dot{\epsilon})} + m < 0 \quad (4.3)$$

где значения η и ξ с различными температурами и скоростями деформации могут быть представлены в виде трехмерного графика, называемого «технологическая карта (processing map)».

В целом, карты обработки помогают определить температурный диапазон деформации, в котором встречаются микроструктурно «безопасные» механизмы и избежать нестабильного течения [135,142,192]. Согласно [193] и [95], более высокие значения η и ξ представляют лучшие условия горячей деформации. На Рисунке 4.29 показаны карты обработки при деформации 0,4 и 1,1 для сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14. В исследованных диапазонах скоростей температурного деформирования каждого сплава зеленые области указывают области с высоким ξ , красные области с низким ξ и нестабильной областью деформации при этом уровне деформации, Рисунок 4.29.

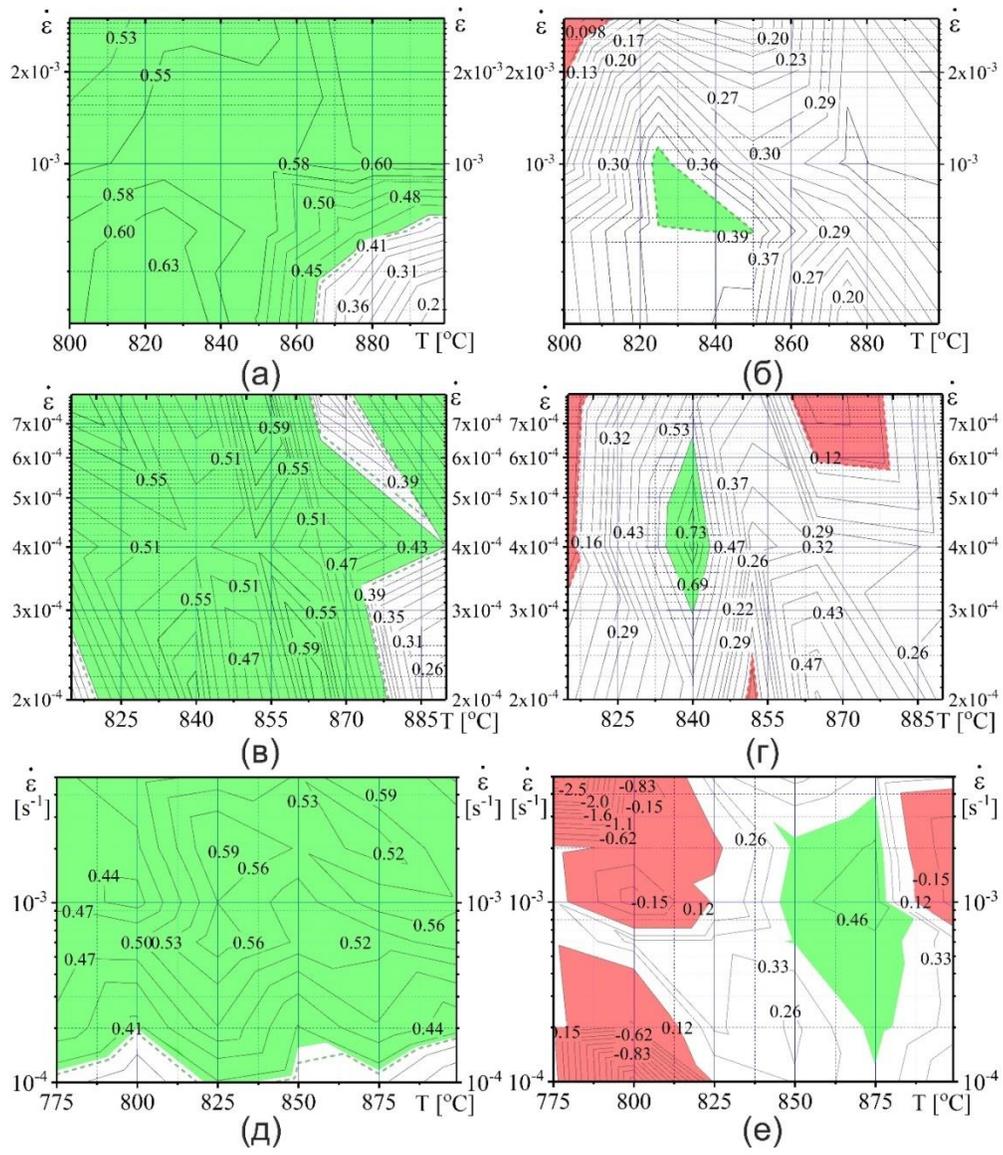


Рисунок 4.29 - Карты обработки при деформации (а,в,д) 0,4 и (б,г,е) 1,1 для сплавов (а,б) ВТ6, (в,г) ОТ4-1 и (е,ж) ВТ14

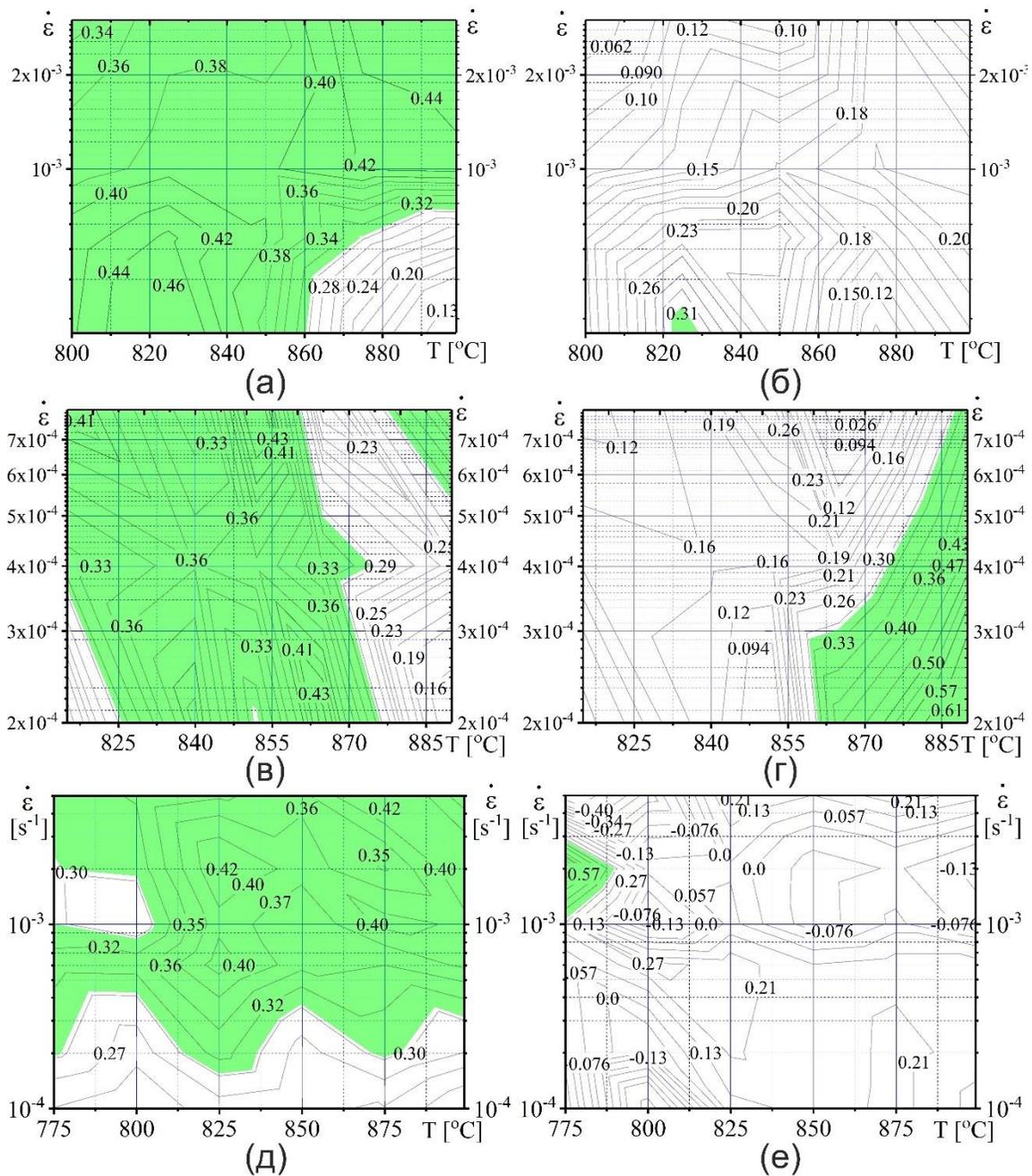


Рисунок 4.30 -Значения коэффициента m при деформации (а,в,д) 0,4 и (б,г,е) 1,1 для сплавов (а,б) ВТ6, (в,г) ОТ4-1 и (е,ж) ВТ14

Микроструктура играет важную роль как для значений напряжения течения, так и для стабильности процесса деформации. Дисперсная и глобулярная (рекристаллизованная) структура обеспечивает равномерное течение и большое удлинение [18]. Как показал анализ технологических карт, после деформации 0,4 все сплавы демонстрируют высокую эффективность в исследуемом диапазоне скоростей деформации и степеней деформации, за исключением условий с наиболее высокой температурой и наиболее низкими скоростями

деформации. Рисунок 4.29. В данном случае высокие значения ξ совпадают с высокими значениями m , что скорее всего является результатом широкого температурно-скоростного интервала повышенных значений параметров при малой степени деформации.

Максимальные значения коэффициента η и ξ для ВТ6 после деформации 1,1 получены при 825 °С и скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (Рисунок 4.29б), что обеспечило максимальные удлинения исследуемых листов этого сплава. Это условие показало равноосную стабильную структуру во время сверхпластической деформации. При 815 °С со скоростью деформации $\geq 2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в структуре обнаруживали неоднородные по размерам и форме зерна, что вызвало нестабильное течение и низкую эффективность (красная зона на карте) (Рисунок 4.29б).

Для ОТ4-1, после деформации 1,1, максимальная эффективность была получена при режиме деформации: 840 °С и $4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, что также совпадало с максимальным удлинением (Рисунок 4.29г) этого сплава.

Для сплава ВТ14 максимальные значения ξ соответствовали скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и 875 °С (Рисунок 4.29е). При этом режиме деформации микроструктура была равноосной и однородной благодаря успешной динамической рекристаллизации. Аналогичная структура с мелкими зёрнами обеих фаз наблюдалась при низких скоростях деформации $(2-6) \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и более низкой температуре 825 °С. Этот режим также обеспечил высокие значения ξ и хорошую сверхпластичность с удлинением около 600 %. Низкая скорость деформации $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ при 875 °С привела к значительному динамическому росту зерна, что стало причиной нестабильности течения и снижения коэффициента эффективности. Деформация 1,1 при 775 °С со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ неэффективна из-за неоднородной вытянутой структуры, что можно объяснить недостаточностью скорости диффузионных процессов при низкой температуре деформации (красная зона на карте) (Рисунок 4.29е).

Отметим, что во всех сплавах при деформации 1.1 значения m существенно снизились, только узкие области сохранили высокие значения скоростной чувствительности, при этом, области значительных удлинений и высоких значений m не совпадали, а области экстремумов ξ соответствовали режимам устойчивого течения с наибольшим удлинением.

Исходя из анализа значений коэффициента m в главе 3 были получены температурно-скоростные режимы, соответствующие максимумам данного коэффициента, однако анализ данных полученных по результатам испытаний с постоянными скоростями деформации

показал, что в результате эволюции структуры при деформации необходимой для реализации СПФ сложнопрофильных деталей происходит изменение оптимальных режимов сверхпластического течения и максимальные удлинения наблюдали при отличающихся режимах деформации (в случае анализа при 200%). Использование технологических карт, как показал данный анализ, позволяет адекватно определить оптимальные режимы деформации.

Выводы по главе 4

1. Методами электронной сканирующей, включая анализ дифракции обратно-отраженных электронов, и просвечивающей электронной микроскопии проанализирована эволюция микроструктуры при сверхпластической деформации листов промышленных сплавов ВТ6, ОТ4-1, ВТ14, отличающихся разной долей β фазы, а для сплава ВТ14 разным соотношением пластинчатой и глобулярной микроструктуры.
2. Обнаружено, что соотношение α/β фаз при сверхпластической деформации в оптимальных условиях практически не меняется в пределах ошибки измерения во всех сплавах.
3. Показано, что деформационное упрочнение в сплавах ВТ6 и ОТ4-1 с исходной близкой к глобулярной структуре вызвано динамическим ростом зерна, скорость которого увеличивается с увеличением температуры сверхпластической деформации и степени сверхпластической деформации, но не превышает 0,1 мкм/мин. Динамический рост зерен более выражен в β фазе, чем в α , при этом, скорость динамического роста β -зерен может на порядок превышать скорость их статического роста.
4. Обнаружены признаки динамической рекристаллизации, а именно уменьшение доли малоугловых и увеличение доли высокоугловых границ зерен (в 1.7 раза) с увеличением степени сверхпластической деформации при сохранении среднего размера зерен при пониженной температуре сверхпластической деформации 825 °С в сплаве ВТ6, и в сплаве ОТ4-1 при 840 °С и деформации до 100%, имеющих перед началом сверхпластического течения практически равноосную зеренную структуру.
5. В сплавах ВТ6 и ОТ4-1 дислокации в теле α -зерен и стенки из дислокаций обнаружены после 50-400% сверхпластической деформации, что свидетельствует о процессах возврата при деформации и о действии дислокационного скольжения/ползучести, необходимого для аккомодации зернограничного скольжения.

6. Показано, что деформационное разупрочнение при сверхпластической деформации сплава ВТ14 является следствием динамической рекристаллизации, обеспечивающей трансформацию пластинчатой структуры в глобулярную при уменьшении плотности дислокаций в α фазе в процессе сверхпластического течения. Нерекристаллизованные, пластинчатые участки структуры сохраняются до $\epsilon=1,1$ (200 %) в случае образцов с исходной долей пластинчатой структуры 45 % и до $\epsilon=0,4$ в случае образцов с долей пластинчатой структуры 22 %, в процессе деформации доля малоугловых границ зерен уменьшается с ≈ 50 % до 17-9 %, при этом, дислокации и стенки из дислокаций в α -зернах наблюдали и при 400 % сверхпластической деформации.
7. Анализом эволюции микроструктуры поверхности сплава ВТ14 с маркерными сетками после деформации на начальной стадии от 0 до 0,3 и на стадии устойчивого течения от 0,69 до 1,12 при температуре 875 °С и постоянной скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, обеспечивающих коэффициент чувствительности напряжения к скорости деформации около 0,5 показано:
- а) образование ступеней и линий сдвига на поверхности зерен обеих фаз на начальной стадии деформации при размытии линий сетки
 - б) смещения линий сетки на границах зерен, развороты зерен, смена соседей зерен, т.е. признаки зернограничного скольжения на стадии устойчивого течения, при этом, вклад зернограничного скольжения в общее удлинение превысил 40 %, а вклад внутриверной деформации составил 25 %.
8. Анализом в электронном просвечивающем микроскопе образцов закаленных после сверхпластической деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях обнаружены следы образования около β фазы на границах зерен/субзерен и в теле соседствующих α зерен, при наличии в них стенок из дислокаций, тонких пластин / “усов“ β фазы, что указывает на действие механизма диффузионного массопереноса, обеспечивающего дополнительную аккомодацию зернограничного скольжения и малую остаточную пористость.

Глава 5. Математическое моделирование связи напряжения с параметрами сверхпластической деформации

В данной главе представлены результаты разработки математических моделей связи напряжения течения при сверхпластической деформации с температурно-скоростными и степенными режимами деформации сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14-СТ. В качестве исходных данных использовали результаты испытаний на одноосное растяжение при постоянных скоростях деформации. За основу брали различные типы моделей связи напряжения и параметров деформации: модель, основанная на уравнении Аррениуса, модель Джонсона Кука, искусственная нейронная сеть и эмпирически предложенная модель, которая включала исходные параметры микроструктуры ($d_{\alpha,\beta}, V_{\alpha,\beta}$). Полученные экспериментальные данные, рассматриваемые в предыдущем разделе, показывают, что сплавы ВТ6 и ОТ4-1 характеризуются деформационным упрочнением, в то время, как сплав ВТ14-СТ разупрочняется при сверхпластическом течении, и скорость разупрочнения особенно при пониженных температурах нелинейно зависит от степени деформации.

Математические модели типа Jonson-Cock (J-C) [54] и модифицированная Jonson-Cock (M J-C) [194] были сравнены непосредственно для моделирования поведения течения сплава ВТ6, так как для данного сплава характерно деформационное упрочнение и получено большое число экспериментальных данных.

5.1 Классические уравнения связи основанные на уравнении Аррениуса (АСЕ)

Зависимость скорости деформации ($\dot{\epsilon}$) от температуры можно выразить через параметр Зинера-Холломона и уравнения 5.1 и 5.2 [146,147].

$$Z = \dot{\epsilon} \times \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (5.1)$$

$$\dot{\epsilon} = \begin{cases} A_1 \times \sigma^{n_1} \times \exp\left(-\frac{Q_1}{RT}\right) - \text{степенное уравнение } (\alpha\sigma < 0.8) \\ A_2 \times \exp(\beta\sigma) \times \exp\left(-\frac{Q_2}{RT}\right) - \text{экспоненциальное уравнение } (\alpha\sigma > 1.2) \\ A_3 \times [\sinh(\alpha\sigma)]^{n_2} \times \exp\left(-\frac{Q_3}{RT}\right) - \text{уравнение гиперболического синуса для всех } \sigma \end{cases} \quad (5.2)$$

где, Z – это параметр Зинера-Холломона. $A_1, A_2, A_3, \beta, n_1, n_2$ и α – константы материала, $Q_{1,2,3}$ (кДж/моль) – эффективная/кажущаяся энергия активации, R (8.314 Дж/(моль·К)) – универсальная газовая постоянная.

5.1.1. Определение констант модели

Деформационные кривые, полученные по результатам испытаний на одноосное растяжение при постоянных скоростях деформации (рисунок 3.10-3.13) использовали для

определения значений констант в модели Аррениуса. Ниже, в качестве примера приведена процедура расчетов констант модели для степени деформации 0,4. Логарифмируя обе части уравнения 5.3, были получены следующие уравнения (5.4-5.6):

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A_1 + n_1 \ln \sigma - \frac{Q_1}{RT} \Rightarrow n_1 = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln \sigma} \right]_T \quad (5.4)$$

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A_2 + \beta \sigma - \frac{Q_2}{RT} \Rightarrow \beta = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} \right]_T \quad (5.5)$$

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A_3 + n_2 \ln \sinh(\alpha \sigma) - \frac{Q_3}{RT} \Rightarrow n_2 = \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha \sigma)]} \right]_T \quad (5.6)$$

Значения $Q_{1,2,3}$ могут быть получены дифференцированием уравнений 5,5 и 6

$$Q_1 = R \times \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln \sigma} \right]_T \times \left[\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\varepsilon}} \quad (5.7)$$

$$Q_2 = R \times \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma} \right]_T \times \left[\frac{\partial \sigma}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\varepsilon}} \quad (4.8)$$

$$Q_3 = R \times \left[\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha \sigma)]} \right]_T \times \left[\frac{\partial \ln[\sinh(\alpha \sigma)]}{\partial \left(\frac{1}{T} \right)} \right]_{\dot{\varepsilon}} \quad (4.9)$$

На рисунке 5.1 приведены линейные графики в координатах $\ln \dot{\varepsilon} - \ln \sigma$ (рисунок 5.1а), $\ln \dot{\varepsilon} - \sigma$ (рисунок 5.1б), $\ln \dot{\varepsilon} - \ln \sinh(\alpha \sigma)$ (рисунок 5.1в) и $\ln \sinh(\alpha \sigma) - \frac{1000}{RT}$ (рисунок 5.1г). Средние значения углов наклонов линий из графиков $\ln \dot{\varepsilon} - \ln \sigma$ и $\ln \dot{\varepsilon} - \sigma$ (рисунок 5.1а,б) использованы для вычислений n_1 , β и $Q_{1,2}$. Таким же образом, средние значения углов наклонов линий $\ln \dot{\varepsilon} - \ln \sinh(\alpha \sigma)$ и $\ln \sinh(\alpha \sigma) - \frac{1000}{RT}$ (рисунок 5.1в,г) использованы для определения значений n_2 и Q_3 . Вычисленные параметры приведены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Расчетные значения A_1 , A_2 , A_3 , n_1 , n_2 , β , $Q_{1,2,3}$ и α констант в определяющей модели Аррениуса для степени деформации 0,4

	$\ln(A_1)$	n_1/m *	Q_1 [кДж/моль]	$\ln(A_2)$	β [МПа ⁻¹]	Q_2 [кДж/моль]	A	$\ln(A_3)$	n_2	Q_3 [кДж/моль]
ВТ6	10.2	2.5/0.40	251	13.6	0.05	220	0.019	19.0	1.97	242
ОТ4-1	14.6	2.8/0.35	288	17.5	0.16	265	0.057	21.5	2.20	279
ВТ14- СТ	11.0	2.8/0.36	258	16.3	0.07	239	0.023	21.0	2.14	257

* Средние значения коэффициента скоростной чувствительности m в исследуемом температурно-скоростном интервале были рассчитаны с использованием соотношения $m = \frac{1}{n_1}$.

Согласно функции гиперболического синуса, которая используется для наиболее широкого интервала значений напряжения, скорость деформации и напряжение течения могут быть выражены в соответствии с уравнениями 5.10-5.12:

$$\dot{\epsilon} = A_3 \times [\sinh(\alpha\sigma)]^{n_2} \times \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (5.10)$$

$$\dot{\epsilon} = 2.5 \times 10^9 \times [\sinh(0.019\sigma)]^{1.97} \times \exp\left(-\frac{242 \times 1000}{RT}\right) \quad (5.11)$$

$$\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{A_3} \right)^{\frac{1}{n_2}} + \left[\left(\frac{Z}{A_3} \right)^{\frac{2}{n_2}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \quad (5.12)$$

где Z – параметр Зинера-Холломона, вычисленный из уравнения 5.1. Следовательно, зависимость напряжения течения (σ) от температуры деформации (T) и скорости деформации ($\dot{\epsilon}$) можно выразить в форме следующего уравнения 5.13:

$$\sigma = \frac{1}{0.019} \ln \left\{ \left(\frac{\dot{\epsilon} \times \exp\left(\frac{242 \times 10^3}{RT}\right)}{1.78 \times 10^8} \right)^{\frac{1}{1.97}} + \left[\left(\frac{\dot{\epsilon} \times \exp\left(\frac{242 \times 10^3}{RT}\right)}{1.78 \times 10^8} \right)^{\frac{2}{1.97}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\} \quad (5.13)$$

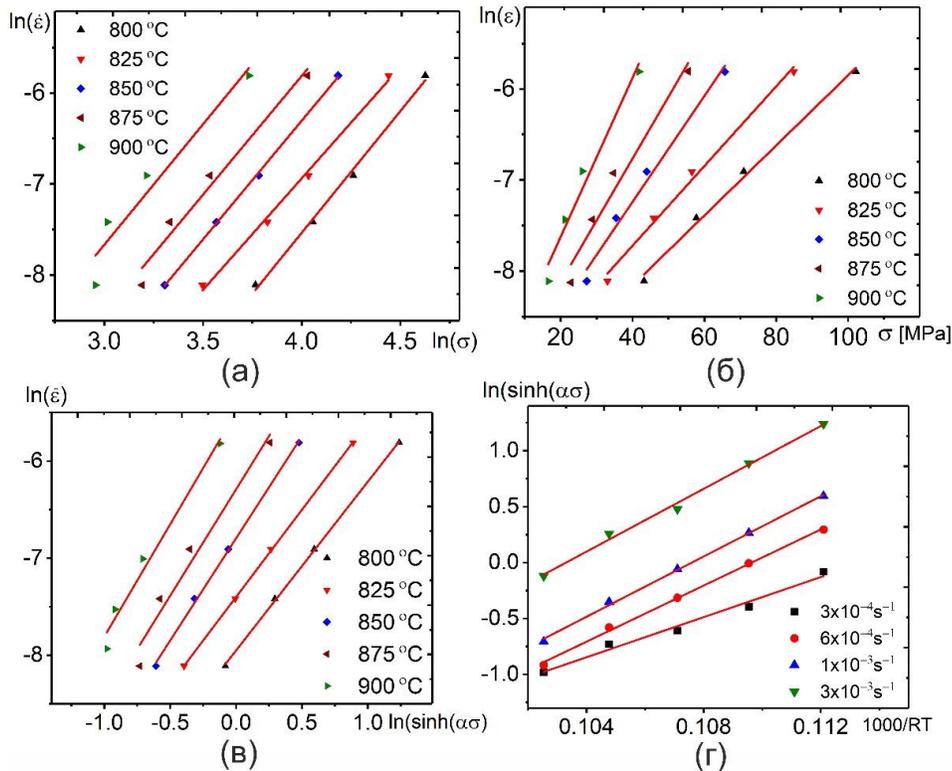


Рисунок 5.1 – Графики зависимостей (а) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$; (б) $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$; (в) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sinh(\alpha\sigma)$ и (г) $\ln \sinh(\alpha\sigma) - \frac{1000}{RT}$ для сплава ВТ6.

5.1.2. Зависимость констант материала от степени деформации

В интервале истинной деформации от 0,1 до 1, вычисляли константы материала n_2 , α , Q_3 и A_1 в зависимости от степени деформации. Методика определения констант аналогична ранее приведенному примеру для деформации 0,4. На рисунке 5.2 показана полученные

зависимости констант от степени деформации из которых следует, что константы материала существенно зависят от степени деформации при всех условиях испытаний, что, вероятно, вызвано эволюцией микроструктуры сплавов. Для анализа влияния степени деформации на значения констант материала применяли регрессионный анализ и данные аппроксимировали с использованием полинома пятого порядка. Аппроксимирующие уравнения выражаются зависимостями 5.14. Коэффициенты регрессии для каждого уравнения приведены в таблице 5.2. Учет влияния степени деформации приводит к более точному прогнозированию величины напряжения течения при повышенной температуре для сплавы ВТ6 [58,195], хотя требует введения большого числа коэффициентов.

$$\begin{cases} \alpha = Y_{10} + B_{11}e^1 + B_{12}e^2 + B_{13}e^3 + B_{14}e^4 + B_{15}e^5 \\ n_2 = Y_{20} + B_{21}e^1 + B_{22}e^2 + B_{23}e^3 + B_{24}e^4 + B_{25}e^5 \\ A_3 = Y_{30} + B_{31}e^1 + B_{32}e^2 + B_{33}e^3 + B_{34}e^4 + B_{35}e^5 \\ Q_3 = Y_{40} + B_{41}e^1 + B_{42}e^2 + B_{43}e^3 + B_{44}e^4 + B_{45}e^5 \end{cases} \quad (5.14)$$

Таблица 5.2 – Коэффициенты полиномиального тренда для α , n_2 , A_3 и Q_3 и R^2 для сплава ВТ6

Параметр	Y_0	B_1	B_2	B_3	B_4	B_5	R^2
α	$Y_{10} = 0.025$	$B_{11} = -0.034$	$B_{12} = 0.077$	$B_{13} = -0.099$	$B_{14} = 0.068$	$B_{15} = -0.017$	0.998
n_2	$Y_{20} = 1.33$	$B_{21} = 0.62$	$B_{22} = 4.63$	$B_{23} = -8.27$	$B_{24} = 7.33$	$B_{25} = -1.79$	0.995
$\ln(A_3)$	$Y_{30} = 13.7$	$B_{31} = 32.76$	$B_{32} = -85.97$	$B_{33} = 121.95$	$B_{34} = -80.5$	$B_{35} = 22.3$	0.997
Q_3	$Y_{40} = 190.9$	$B_{41} = 314.5$	$B_{42} = -840.3$	$B_{43} = 1218.68$	$B_{44} = -824.9$	$B_{45} = 237.1$	0.997

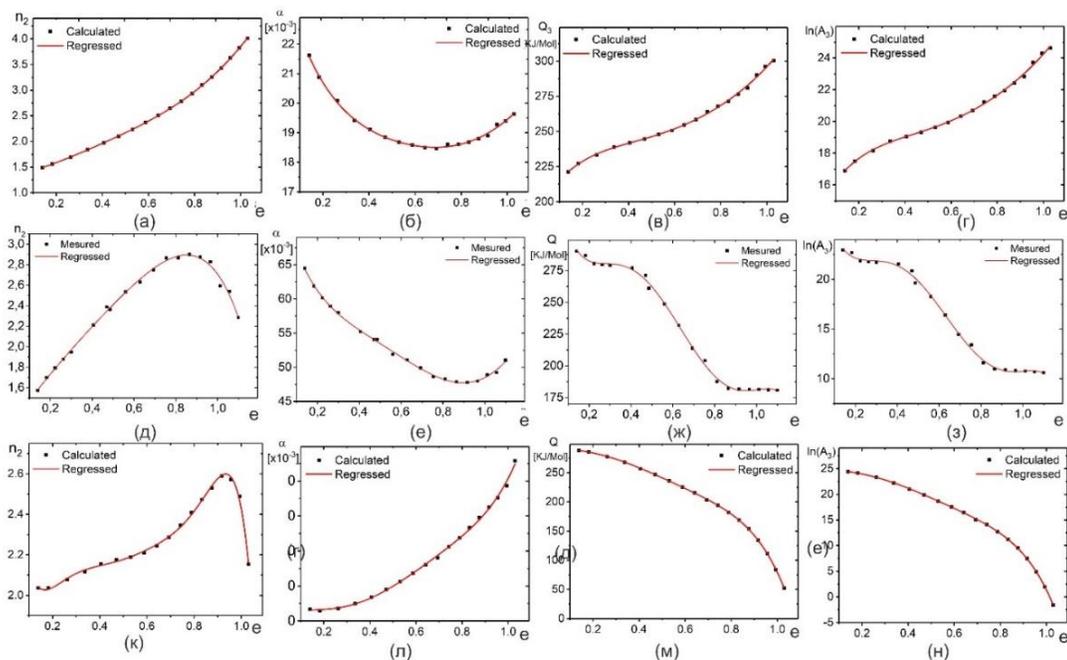


Рисунок 5.2 – Зависимость констант (а,д,к) n_2 , (б,е,л) α , (в,ж,м) Q_3 и (г,з,н) $\ln(A_3)$ от истинной деформации (e) для образцов сплавов (а-г) ВТ6 , (д-з) ОТ4-1 и (к-н) ВТ14-СТ.

Механизмы, контролирующие процесс деформации при повышенных температурах, можно косвенно проанализировать, используя показатель степени напряжения течения n_2 , значения которого являются обратной величиной коэффициента скоростной чувствительности m . Считается, что механизм зернограничного скольжения реализуется при значениях n_2 близких к 2, вязкое скольжение дислокаций (dislocation glide – скольжение дислокаций с примесными атмосферами) происходит при значениях n_2 близких к 3, а переползание дислокаций характерно для интервала значений n_2 от 4 до 6 [196,197]. В этом исследовании, n_2 изменялось от 1,5 до 4 (рисунок 5.2а), что может указывать на изменение деформационных механизмов при увеличении степени деформации вызванных изменениями микроструктуры. При небольших степенях деформации, согласно значениям n_2 , зернограничное скольжение и скольжение дислокаций являются механизмами, контролирующими деформацию. С увеличением степени деформации (до 1), значение n_2 возрастает до 4, что предполагает механизм деформации, связанный с переползанием дислокаций, т.е. процесс деформации контролируется диффузией по телу зерен. Зависимость константы материала α и деформации описывается восходящей параболой, со значениями в интервале от $(18,5-22) \times 10^{-3}$.

Другая константа материала, которая косвенно указывает на механизмы деформации при горячей деформации – это эффективная энергия активации [198]. Наблюдали схожий характер зависимости эффективной энергии активации (Q_3) и $\ln(A_3)$ (рисунок 5.2с,d). В сплаве ВТ6 эффективная энергия активации Q_3 увеличивается с увеличением степени деформации и варьируется в интервале от 225 до 300 кДж/моль (рисунок 5.2с). Значение Q_3 незначительно увеличивается до значений деформации 0,6, достигая 250 кДж/моль, а затем при увеличении деформации от 0,6 до 1 растет до 300 кДж/моль. Рост энергии активации также косвенно указывает на эволюцию вкладов действующих механизмов деформации при увеличении степени деформации, и, вероятно, связан с динамическим ростом зерна обеих фаз. С увеличением степени деформации роль дислокационных механизмов может активизироваться в результате динамического роста зерен, приводящего к усилению дислокационных механизмов деформации и ослаблению зернограничного скольжения. Отметим, что полученные значения эффективной энергии активации сверхпластической деформации согласуются данными работ [130] полученными для сплава ВТ6.

В сплаве ОТ4-1 и ВТ14-СТ значения n_2 также растут до деформации 0,9, но затем уменьшаются, т.е. проходят через максимум в районе 100-120% деформации, вероятно, рост

значений n_2 на начальной связан с процессами формирования зеренной структуры и активным движением (скольжением и переползанием) дислокаций, повышенная плотность которых обнаружена ПЭМ исследованиями образцов, и подтверждается при малых деформациях анализом эволюции микроструктуры поверхности при сверхпластической деформации. При больших степенях деформации, когда структура в основном глобулярная активнее протекает зернограничное скольжение, что приводит к снижению n_2 . Анализ изменений эффективной энергии активации также показывает ее снижение с увеличением степени деформации, что может косвенно свидетельствовать о усилении менее энергозатратного процесса ЗГС, контролируемого зернограничной диффузией [130,199] в результате формирования новых высокоугловых границ зерен.

После определения констант материала при различных степенях деформации, рассчитывали напряжение течения, с использованием уравнения 5.13. Для оценки точности модели, рассчитывали следующие сравнительные статистические величины (уравнения 5.15-5.18):

$$\text{Коэффициент корреляции } (R) = \frac{\sum_{i=1}^N (E_i - \bar{E})(P_i - \bar{P})}{\sqrt{\sum_{i=1}^N (E_i - \bar{E})^2 \sum_{i=1}^N (P_i - \bar{P})^2}} \quad (5.15)$$

$$\text{Абсолютная ошибка среднего } (AARE) = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \left| \frac{E_i - P_i}{E_i} \right| \quad (5.16)$$

$$\text{Корень из среднеквадратической ошибки } (RMSE) = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (E_i - P_i)^2} \quad (5.17)$$

$$\text{Ошибка} = \frac{1}{\varepsilon_{max}} \int_0^{\varepsilon_{max}} |E_i(\varepsilon) - P_i(\varepsilon)| d\varepsilon \quad (5.18)$$

где E_i – экспериментальное напряжение течения и P_i – прогнозируемое напряжение течения. \bar{E} и \bar{P} – средние значения экспериментального и прогнозируемого напряжения течения, соответственно. N – это общее количество значений напряжения течения, полученных в работе. R – статистический параметр, широко используемый для оценки качества корреляции между различными величинами.

Значение R во многом определяется количеством данных N . Если количество значений N недостаточно, то не рекомендуется использование данного метода для оценки влияния экспериментально полученных напряжений течения и значений, предсказанных моделью, основываясь только на R . В дополнение, рекомендуется вычислить среднее абсолютное значение относительной ошибки, которое является независимым статистическим показателем для оценки предсказуемости предлагаемого уравнения.

На рисунке 5.3 показаны графики зависимости экспериментального напряжения течения (линии) и прогнозируемого моделью (точки) для сплава ВТ6. На рисунке 5.3 (д-е) приведены эффективность и ошибка предлагаемой модели. Рисунок 5.3 подтверждает, что расчетные значения напряжения течения хорошо согласуются с экспериментальными значениями для сплава ВТ6. Значения коэффициента корреляции R, AARE и RMSE равны 0,99, 4% и 2МПа, соответственно (рисунок 5.3 д). Общая ошибка показана на рисунке 5.3 е.

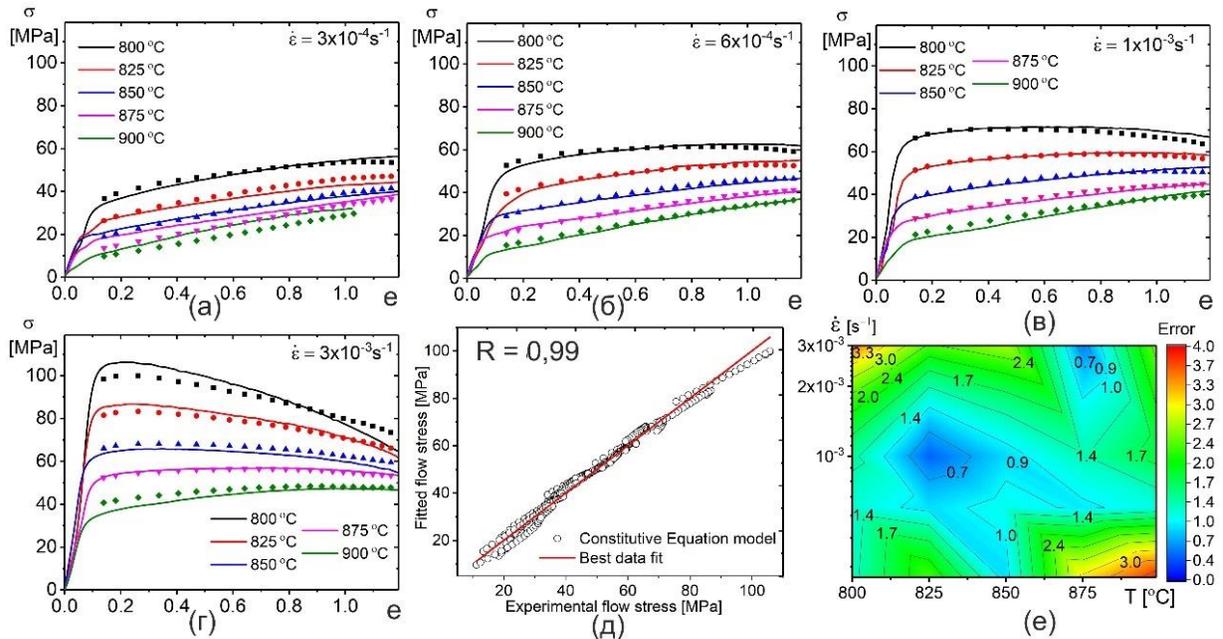


Рисунок 5.3 – Сравнительные графики экспериментальных результатов (линии) и значения, предложенные моделью на основе уравнений Аррениуса (точки) для сплава ВТ6 при скоростях деформации (а) $4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (б) $6 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (в) $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и (г) $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ (д) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями напряжения течения и (е) ошибка между экспериментальными и расчетными напряжениями течения

Аналогично рассчитывали константы материалов для других изучаемых сплавов. Зависимость деформации от констант материалов для ОТ4-1 и ВТ14-СТ представлена полиномом пятой степени. Коэффициенты регрессии для каждого уравнения приведены в таблице 5.3 (ОТ4-1) и 5.4 (ВТ14-СТ). На рисунках 5.4а-г и 5.5а-г приведены графики для экспериментальных значений напряжения течения (линии) и величин, рассчитанных при помощи модели (разброс значений) для сплавов ОТ4-1 и ВТ14-СТ. На рисунках 5.4 д,е и 5.5д-е дана эффективность и ошибка используемой модели. Результаты подтверждают, что расчетное значение напряжения течения для сплавов ОТ4-1 и ВТ14-СТ хорошо согласуется с экспериментальными значениями, особенно в области малых скоростей деформации и повышенных температур, которые используются для сверхпластической формовки. Большие

ошибки (отклонения модельных и экспериментальных величин напряжения более 10%) получены для температуры ниже 800 °С, и скоростей выше $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$.

Таблица 5.3 – Коэффициенты полинома для α , n_2 , A_3 и Q_3 и величина R^2 для сплава ОТ4-1

Параметр	Y_0	B_1	B_2	B_3	B_4	B_5	R^2
α	$Y_{10} = 0.077$	$B_{11} = -0.135$	$B_{12} = 0.363$	$B_{13} = -0.55$	$B_{14} = 0.387$	$B_{15} = -0.096$	0.998
n_2	$Y_{20} = 1.19$	$B_{21} = 2.99$	$B_{22} = -1.57$	$B_{23} = 0.48$	$B_{24} = 2.193$	$B_{25} = -2.58$	0.995
$\ln(A_3)$	$Y_{30} = 33.17$	$B_{31} = -137.03$	$B_{32} = 621.85$	$B_{33} = -1272$	$B_{34} = 1112.9$	$B_{35} = -348.2$	0.997
Q	$Y_{40} = 384.76$	$B_{41} = -1269.25$	$B_{42} = 5751.1$	$B_{43} = -11719$	$B_{44} = 10220.4$	$B_{45} = -3187$	0.997

Таблица 5.4 – Коэффициенты полиномиального тренда для α , n_2 , A_3 и Q_3 и величина R^2 для сплава ВТ14-СТ

Параметр	Y_0	B_1	B_2	B_3	B_4	B_5	R^2
α	$Y_{10} = 0.02$	$B_{11} = 0.019$	$B_{12} = -0.13$	$B_{13} = 0.39$	$B_{14} = -0.43$	$B_{15} = 0.17$	0.998
n_2	$Y_{20} = 2.36$	$B_{21} = -5.3$	$B_{22} = 29.68$	$B_{23} = -68.59$	$B_{24} = 71.84$	$B_{25} = -27.43$	0.999
$\ln(A_3)$	$Y_{30} = 25.28$	$B_{31} = -7.74$	$B_{32} = 32.64$	$B_{33} = -184.74$	$B_{34} = 273.87$	$B_{35} = -137.96$	0.999
Q_3	$Y_{40} = 295.46$	$B_{41} = -62.9$	$B_{42} = 263.47$	$B_{43} = -1627.41$	$B_{44} = 2466$	$B_{45} = -1255.6$	0.999

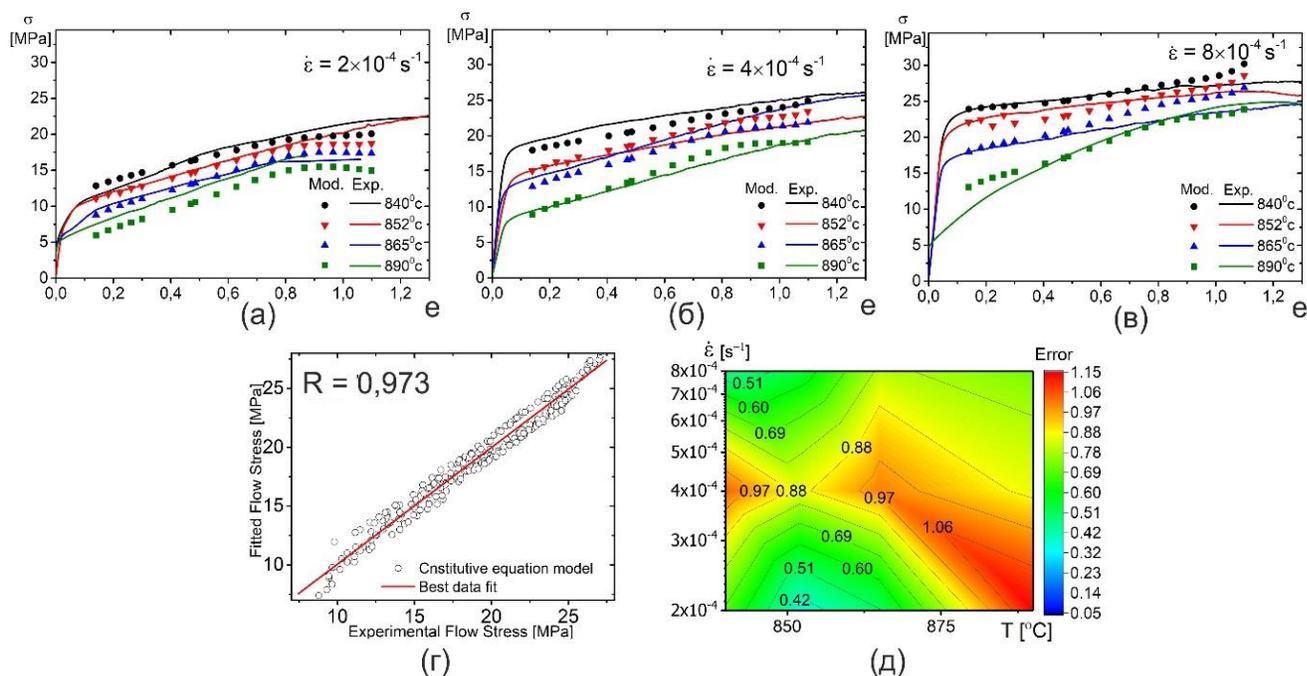


Рисунок 4.4 – Сравнительные графики экспериментальных результатов (линии) и значения, рассчитанные по модели типа Аррениуса (точки) для сплава ОТ4-1 при скоростях деформации (а) $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (б) $4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (в) $8 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, (г) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями напряжения течения и (д) ошибка расчетных значений напряжения течения по сравнению с экспериментальными

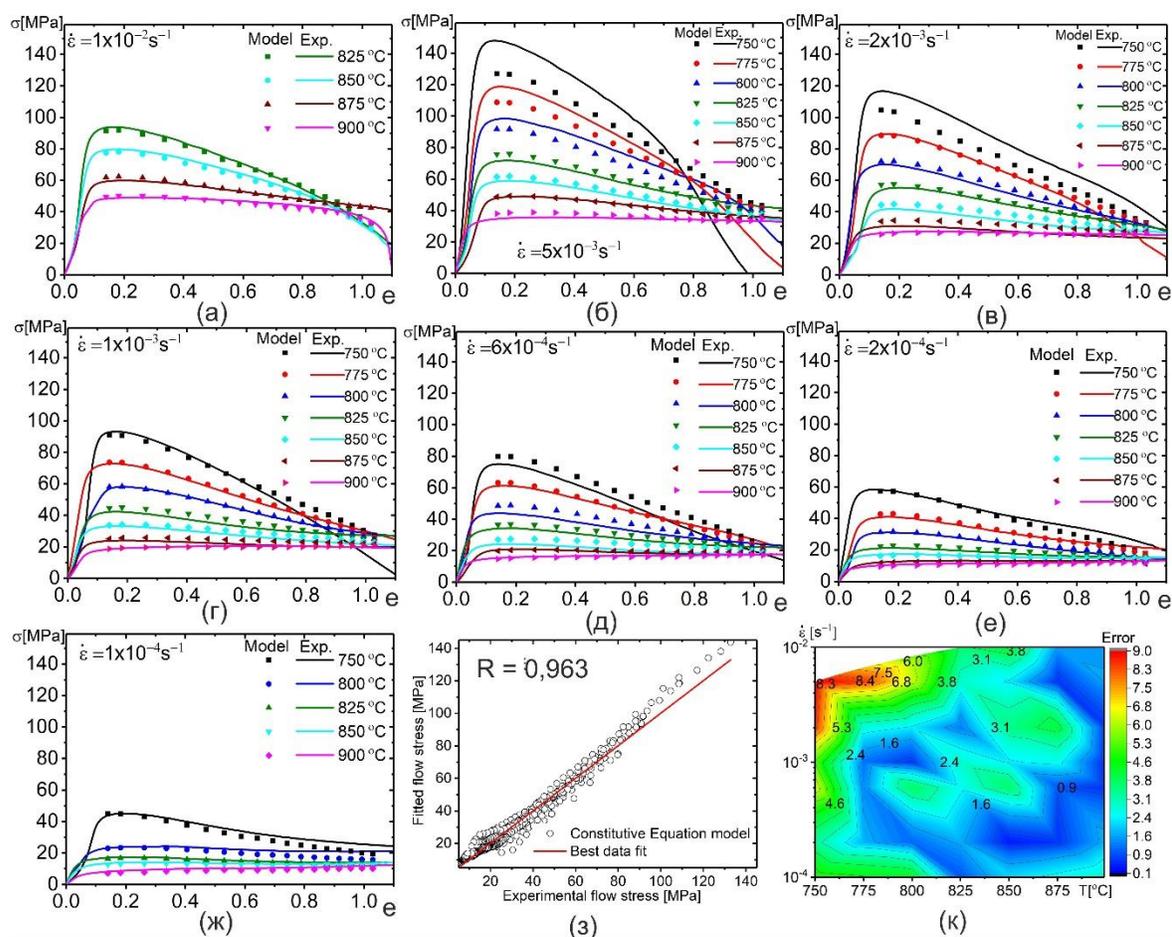


Рисунок 5.5 – Сравнительные графики экспериментальных результатов (линии) и значения, предложенные моделью на основе уравнений Аррениуса (точки) для образцов VT14-СТ при скоростях деформации (а) $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$, (б) $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, (в) $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и (г) $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ (д) $6 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (е) $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (ж) $1 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (з) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями напряжения течения и (к) ошибка расчетных значений напряжения течения по сравнению с экспериментальными

5.2 Разработка искусственной нейронной сети

В настоящей работе, для предсказания напряжения течения исследуемых титановых сплавов использовали типичную трехслойную искусственную нейронную сеть, обученную методом обратного распространения ошибки. В качестве вводных параметров модели использовали следующие переменные - деформация, скорость деформации и температура; целевым параметром являлось напряжение течения. Архитектура используемой ИНС показана на рисунке 5.6.

работу сети. В качестве оценки работоспособности ИНС использовали среднеквадратичную ошибку, минимальное значение которой было достигнуто при использовании 20 нейронов.

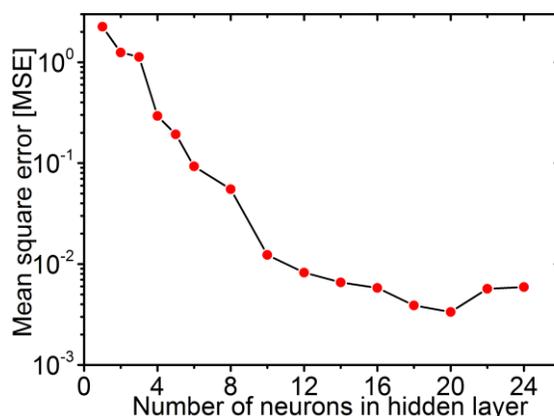


Рисунок 5.7 – Зависимость среднеквадратичной ошибки от числа нейронов в скрытом слое

Уточнение прогнозируемости нейронной сети осуществлялось в процессе ее обучения на основе доступных данных и надежности целевых параметров. Обучающие функции и алгоритмы, функции передачи использовали для ИНС. В качестве функций активации были использованы тангенциально-сигмоидальная и линейная (purelin) функции. Обученная нейронная сеть должна быть протестирована и обеспечивать необходимую достоверность и надежность прогнозируемых результатов. Среди различных используемых алгоритмов, метод обратного распространения ошибки наиболее популярный при обучении ИНС [202].

ИНС была разработана для предсказания поведения различных титановых сплавов в условиях сверхпластичности. Оптимизированная ИНС состояла из трех входных нейронов; одного скрытого слоя с 20-ю нейронами, и одного выходного нейрона с сигмоидальной и линейными функциями. Параметры для алгоритма обучения методом обратного распространения ошибки приведены в таблице 4.5.

Таблица 5.5 – Настройки параметров для обучения нейронной сети

Параметры	Содержание
Сеть	Обратное распространение
Обучающая функция	TrainLM
Производительность функции	MSE
Цикл /эпоха обучения нейронной сети	8000
Цель	1×10^{-6}
Активационная (передаточная) функция скрытого (промежуточного) слоя	Сигмоидальная
Активационная (передаточная) функция выходного слоя	Линейная (purelin)

Процедуру проводили с использованием программного пакета для ИНС в MATLAB 2015b. Среднеквадратичная ошибка для обучения была установлена на уровне 10^{-6} . Один полный проход в процессе обучения с получением пары входных и выходных значений параметров рассматривали как один цикл (эпоху) [203]. Проводили обучение сети на стабилизацию значений ошибки, что было достигнуто примерно после 8 тыс. циклов, что согласуется с данными источников [203].

На рисунке 5.8а-г приведены два вида кривых зависимости напряжения течения от степени деформации для сплава ВТ6: экспериментально полученные (линии) и рассчитанные нейронной сетью (точки). На рисунке 4.8д-е показаны производительность и достоверность модели. Рисунок 5.9 подтверждает, что значения напряжения течения в исследуемом сплаве предсказываются ИНС с высокой степенью точности и достоверности. Аппроксимированные значения напряжения течения совпадают с экспериментальными значениями. Значения R , $AARE$ и $RMSE$ равны 0,999, 0,2% и 0,2 МПа, соответственно (рисунок 5.8). Сравнение модельных и экспериментальных данных приведено на рисунке 5.8е. Из данных рисунков 4.3 и 4.8 следует, что ИНС лучше аппроксимирует функции напряжений течения по сравнению с моделями типа Аррениуса, обеспечивая точный результат, что согласуется с данными [51–53, 172, 175, 177, 201–208].

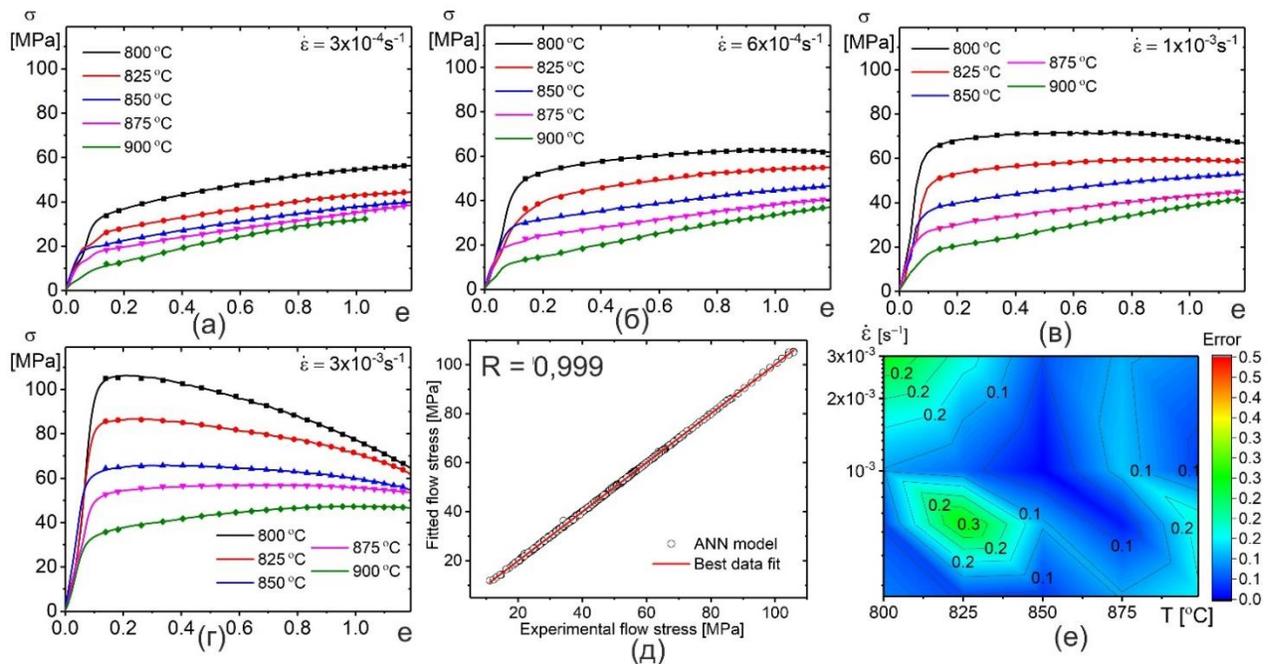


Рисунок 5.8 – Сравнительные графики, включающие экспериментальные данные (линии) и значения, прогнозируемые ИНС (символы) для сплава ВТ6 деформированного со скоростью (а) $4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (б) $6 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (в) $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и (г) $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ (д) корреляция между значениями

напряжения течения, полученными экспериментально и с использованием модели и (е) оценка ошибки между экспериментальными и расчетными значениями

Аналогичным образом определяли константы материала для других сплавов. На рисунках 5.9а-в и 5.10а-ж приведены графики экспериментальных зависимостей (линии) и расчетных данных напряжений течения, полученных с использованием ИНС (точки) для сплавов ОТ4-1 и ВТ14-СТ, соответственно. На рисунках 5.9г-д и 5.10з-к представлены ошибки модели ИНС. Полученные результаты подтверждают, что ИНС более точно предсказывает значения напряжений течения для сплавов ОТ4-1 и ВТ14-СТ в сравнении с моделями типа Аррениуса.

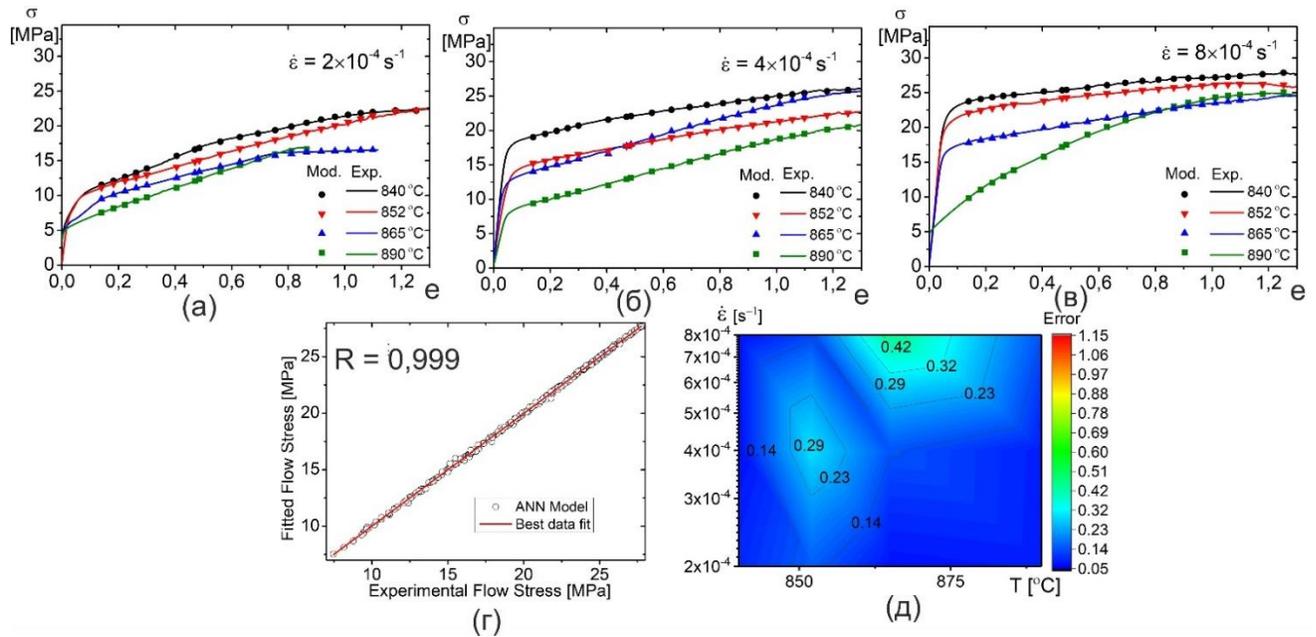


Рисунок 5.9 – Сравнительные графики, включающие экспериментальные данные (линии) и значения, расчетные ИНС (символы) для сплава ОТ4-1 после деформации со скоростью (а) $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (б) $4 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (в) $8 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (г) корреляция между значениями напряжения течения, полученными экспериментально и с использованием модели и (д) оценка ошибки между экспериментальными и прогнозируемыми значениями

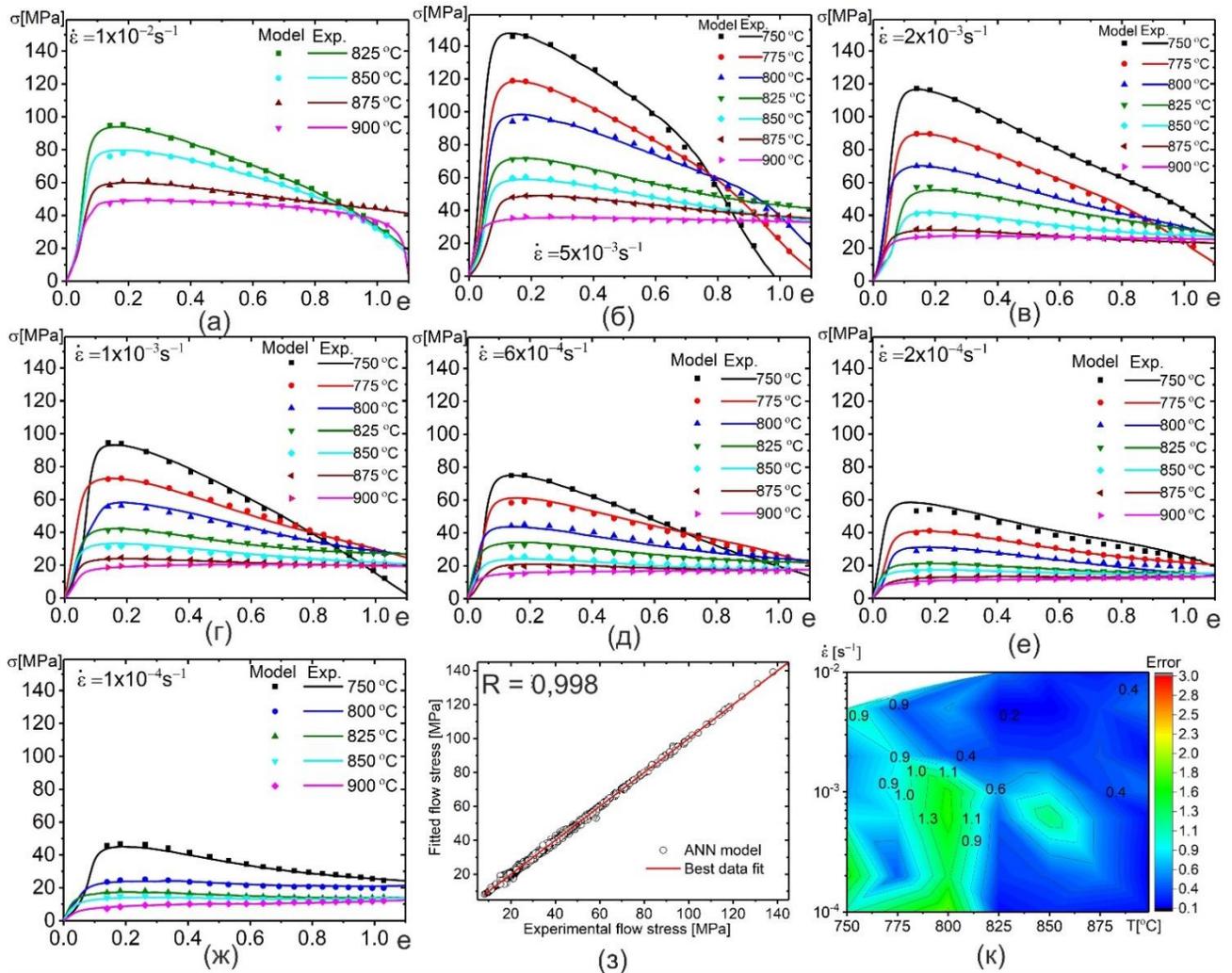


Рисунок 5.10 – Сравнительные графики, включающие экспериментальные данные (линии) и значения, расчетные ИНС (символы) для сплава VT14-СТ после деформации со скоростью (а) $1 \times 10^{-2} \text{ c}^{-1}$, (б) $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, (в) $2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, (г) $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, (д) $6 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (е) $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (ж) $1 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, (з) корреляция между значениями напряжения течения, полученными экспериментально и с использованием модели и (к) оценка ошибки между экспериментальными и прогнозируемыми значениями

5.3 Перекрестная проверка моделей

Для определения, какая из моделей более адекватно и точно предсказывает поведение материала при сверхпластической деформации, была использована процедура перекрестной проверки (кросс-проверки) вышеописанных моделей типа Аррениуса и ИНС. Каждая модель была оценена путем исключения из массива исходных данных экспериментальных графиков напряжения течения-деформация одна за одной. Использовали двадцать массивов данных для сплава VT6, полученных при различных температурах и скоростях деформации (таблица 5.4). Каждая модель была перестроена для оставшегося набора экспериментальных данных, а

немодельные условия были рассчитаны для условий исключенной зависимости напряжение-деформация. Ошибку модели определяли, сравнивая расчетные и экспериментальные данные для режима деформации, неучтенного при построении модели. Исключенные условия в пробных наборах значений для сплавов ОТ4-1 и ВТ14 показаны в Таблицах 5.7 и 5.8.

Таблица 5.6 – Исключенные условия в пробных наборах значений для сплава ВТ6

Номер попытки	Исключенные условия		Номер попытки	Исключенные условия	
	T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (с ⁻¹)		T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (с ⁻¹)
Trial 1	800	3×10^{-4}	Trial 11	850	1×10^{-3}
Trial 2	800	6×10^{-4}	Trial 12	850	3×10^{-3}
Trial 3	800	1×10^{-3}	Trial 13	875	3×10^{-4}
Trial 4	800	3×10^{-3}	Trial 14	875	6×10^{-4}
Trial 5	825	3×10^{-4}	Trial 15	875	1×10^{-3}
Trial 6	825	6×10^{-4}	Trial 16	875	3×10^{-3}
Trial 7	825	1×10^{-3}	Trial 17	900	3×10^{-4}
Trial 8	825	3×10^{-3}	Trial 18	900	6×10^{-4}
Trial 9	850	3×10^{-4}	Trial 19	900	1×10^{-3}
Trial 10	850	6×10^{-4}	Trial 20	900	3×10^{-3}

Таблица 5.7 – Исключенные условия в пробных наборах значений для сплава ОТ4-1

Номер попытки	Исключенные условия		Номер попытки	Исключенные условия	
	T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (с ⁻¹)		T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (с ⁻¹)
Trial 1	800	3×10^{-4}	Trial 11	865	2×10^{-4}
Trial 2	800	6×10^{-4}	Trial 12	865	4×10^{-4}
Trial 3	800	1×10^{-3}	Trial 13	865	8×10^{-4}
Trial 4	800	3×10^{-3}	Trial 14	890	2×10^{-4}
Trial 5	825	3×10^{-4}	Trial 15	890	4×10^{-4}
Trial 6	825	6×10^{-4}	Trial 16	890	8×10^{-4}

Таблица 5.8 – Исключенные условия в пробных наборах значений для сплава ВТ14-СТ

Номер попытки	Исключенные условия		Номер попытки	Исключенные условия	
	T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (с ⁻¹)		T (°C)	$\dot{\epsilon}$ (с ⁻¹)
Trial 1	750	1×10^{-4}	Trial 23	825	5×10^{-3}
Trial 2	750	2×10^{-4}	Trial 24	825	1×10^{-4}
Trial 3	750	6×10^{-4}	Trial 25	850	2×10^{-4}
Trial 4	750	2×10^{-3}	Trial 26	850	6×10^{-4}
Trial 5	750	1×10^{-3}	Trial 27	850	2×10^{-3}
Trial 6	750	5×10^{-3}	Trial 28	850	1×10^{-3}
Trial 7	775	2×10^{-4}	Trial 29	850	5×10^{-3}
Trial 8	775	6×10^{-4}	Trial 30	850	1×10^{-4}
Trial 9	775	2×10^{-3}	Trial 31	850	1×10^{-2}
Trial 10	775	1×10^{-3}	Trial 32	875	2×10^{-4}
Trial 11	775	5×10^{-3}	Trial 33	875	6×10^{-4}
Trial 12	800	1×10^{-4}	Trial 34	875	2×10^{-3}
Trial 13	800	2×10^{-4}	Trial 35	875	1×10^{-3}
Trial 14	800	6×10^{-4}	Trial 36	875	5×10^{-3}

Trial 15	800	2×10^{-3}	Trial 37	875	1×10^{-2}
Trial 16	800	1×10^{-3}	Trial 38	900	1×10^{-4}
Trial 17	800	5×10^{-3}	Trial 39	900	2×10^{-4}
Trial 18	825	1×10^{-4}	Trial 40	900	6×10^{-4}
Trial 19	825	2×10^{-4}	Trial 41	900	2×10^{-3}
Trial 20	825	6×10^{-4}	Trial 42	900	1×10^{-3}
Trial 21	825	2×10^{-3}	Trial 43	900	5×10^{-3}
Trial 22	825	1×10^{-3}	Trial 44	900	1×10^{-2}

На рисунках 5.11-5.13 показаны зависимости n_2 , α , Q_3 и $\ln(A_3)$ от степени деформации для всех попыток в исследуемых сплавах для модели типа Аррениуса. Изменение констант материала демонстрирует близкий характер зависимости коэффициентов от степени деформации для всех наборов данных (попыток).

Для сплава ВТ6 (рисунок. 5.11) разброс значений показателя степени напряжения течения n_2 незначительный (менее 1%), а для остальных констант несколько больше – до 8 % для коэффициента α и 6% для Q_3 .

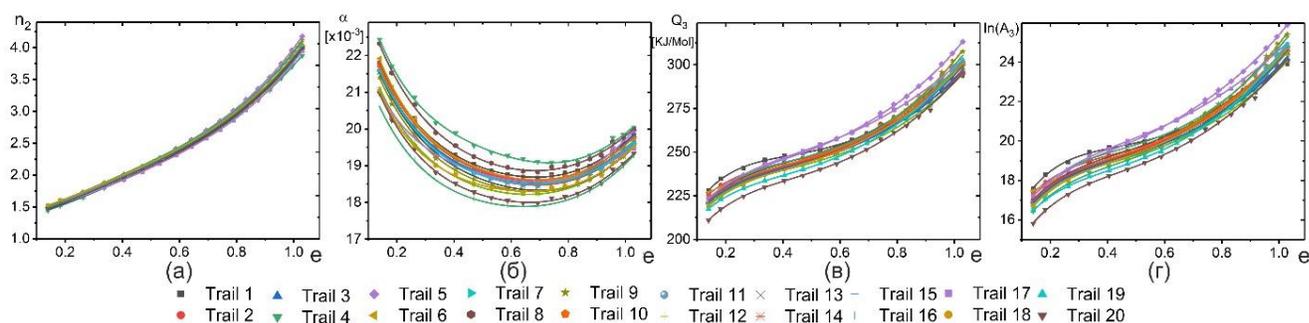


Рисунок 5.11 – Зависимость n_2 , α , Q_3 и $\ln(A_3)$ от деформации для всех попыток на примере сплава ВТ6: (а) n_2 ; (б) α ; (в) Q_3 ; и (г) $\ln(A_3)$ используя модель типа Аррениуса

На рисунке 5.12 показаны зависимости констант материала от степени деформации, вычисленные для каждой попытки для сплава ОТ4-1. Константы материала демонстрируют близкие зависимости от степени деформации для всех попыток, за исключением условий «trail 1» и «trail 12». Когда была исключена кривая, полученная при 890 °С и $8 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ (максимальная температура, попытка 12), эффективная энергия активации при низких степенях деформации имела более низкие значения по сравнению с другими вариантами. Наоборот, значение эффективной энергии активации выше по сравнению с остальными вариантами для случая исключения 840°С и $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ (минимальная скорость, попытка 1). В сплаве ВТ14-СТ (рисунок 5.13) отклонения значений коэффициентов наименьшие.

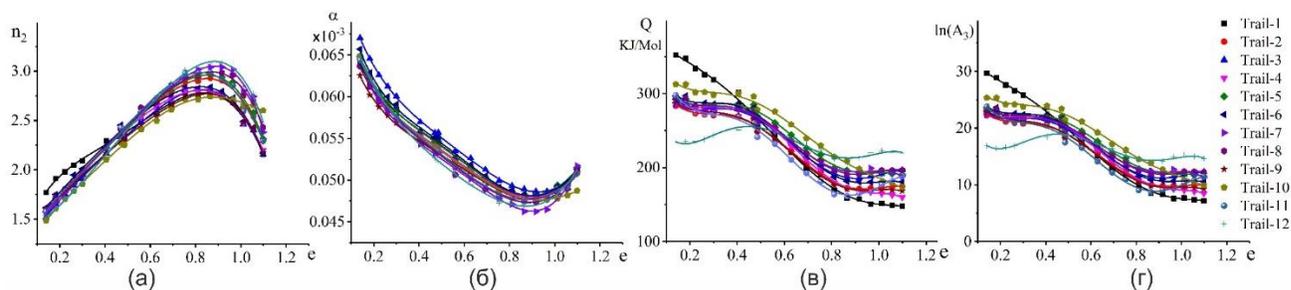


Рисунок 5.12 – Изменение n_2 , α , Q_3 и $\ln(A_3)$ в зависимости от истинной деформации для всех попыток в сплаве ОТ4-1: (а) n_2 ; (б) α ; (в) Q_3 ; и (г) $\ln(A_3)$ используя модель типа Аррениуса

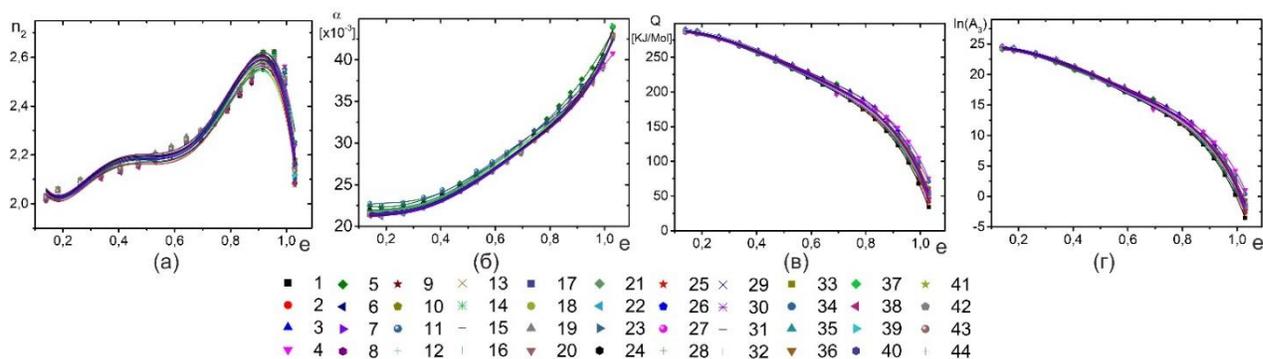


Рисунок 5.13 – Изменение n_2 , α , Q_3 и $\ln(A_3)$ в зависимости от истинной деформации для всех попыток в сплаве ВТ14: (а) n_2 ; (б) α ; (в) Q_3 ; и (г) $\ln(A_3)$ используя модель типа Аррениуса

Сравним ошибки прогнозирования моделей ИНС и уравнения связи типа Аррениуса. Для сплава ВТ6, точки экстремумов (минимальная температура – максимальная скорость деформации и максимальная температура – минимальная скорость деформации) модели связи демонстрировали большую ошибку по сравнению с другими точками (рисунок 5.14 а). Максимальный интервал ошибок немоделируемых условий по ИНС характерен для температуры 825 °С, как показано на рисунке 5.14 б. Модель ИНС была точнее при аппроксимации данных в сравнении с классической моделью на основе Аррениуса (АСЕ), однако, ошибка модели ИНС при прогнозировании зависимости напряжение-деформация для всех испытаний выше, чем в модели АСЕ (рисунок 5.14).

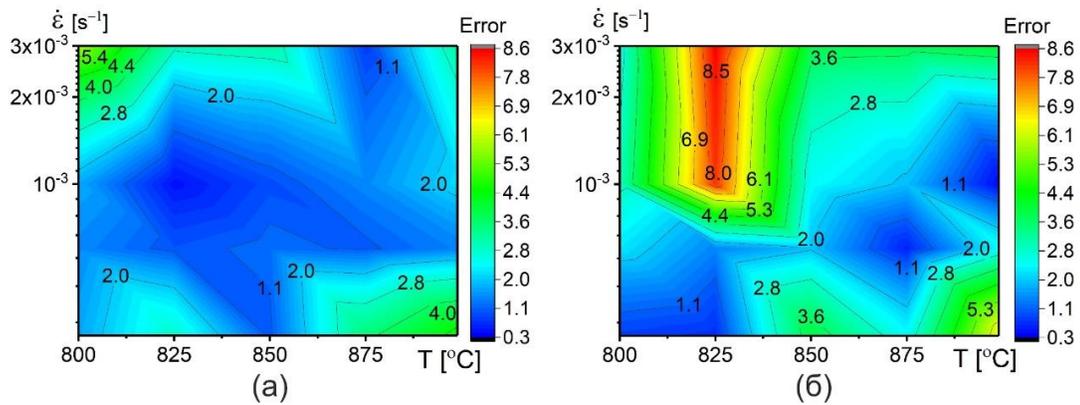


Рисунок 5.14 – Значения ошибки между экспериментальными и расчетными значениями напряжения для сплава ВТ6 после проведения перекрестной проверки для моделей: (а) на основе уравнения Аррениуса и (б) модели ИНС

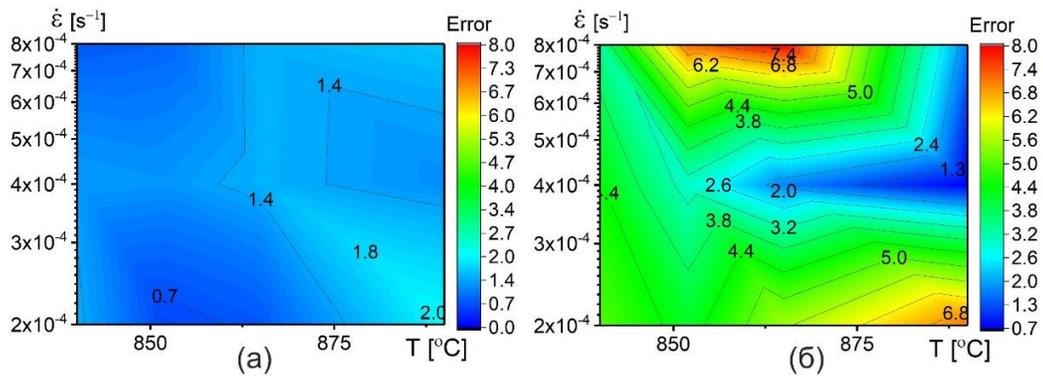


Рисунок 5.15 – Значения ошибки между экспериментальными и расчетными значениями напряжения для сплава ОТ4-1 (а) на основе уравнения Аррениуса и (б) модели ИНС после проведения перекрестной проверки для моделей

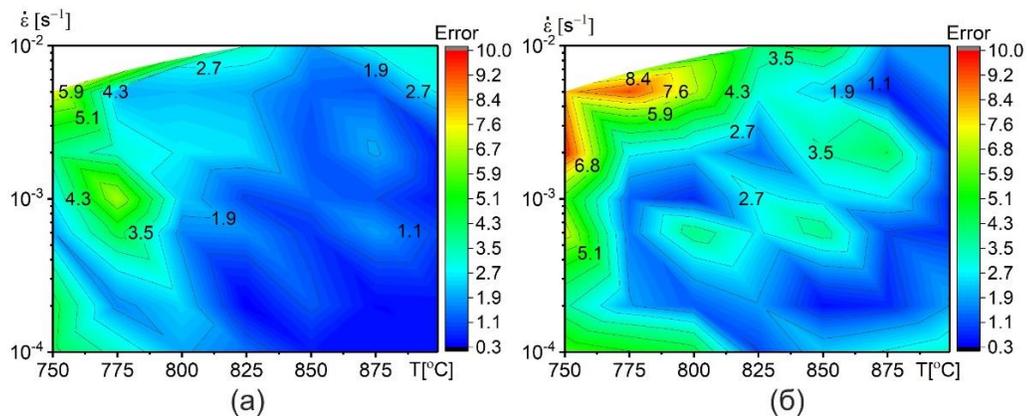


Рисунок 5.16 - Значения ошибки между экспериментальными и расчетными значениями напряжения для сплава ВТ14-СТ (а) на основе уравнения Аррениуса и (б) модели ИНС после проведения перекрестной проверки для моделей

Из полученных результатов видно, что несмотря на то, что ИНС более аккуратно аппроксимирует исходные данные в сравнении с моделью Аррениуса, перекрестная проверка моделей показала, что ошибка модели ИНС для всех попыток выше, чем в модели АСЕ (рисунок 5.14-16). Т.е. модель связи типа Аррениуса (АСЕ) обеспечивает лучшую предсказуемость значений напряжений сверхпластического течения, по сравнению с прогнозируемостью ИНС для всех исследуемых сплавов. Т.е. несмотря на растущую популярность искусственных нейронных сетей, следует проявлять осторожность при их использовании для прогнозирования механического поведения материалов. Перекрестная проверка должна быть обязательной для такого вида использования ИНС. В некоторых случаях, как показано в этой работе, методика проверки показала, что классический подход, основанный на определяющих уравнениях типа Аррениуса, является более эффективным и надежным, чем использование искусственных нейронных сетей.

5.4 Модель Джонсон-Кука (Johnson-Cook (S J-C))

Горячая деформация металлических материалов может быть описана с использованием модели связи Джонсона-Кука (S J-C). В данной работе проводили оценку применимости данного уравнения для описания сверхпластического течения на примере сплава ВТ6. Модель учитывает самостоятельное влияние скорости деформации, степени деформации и температуры и описывается уравнением 5.20:

$$\sigma = (A + B\epsilon^n)(1 + C_1 \ln \dot{\epsilon}^*)(1 - T^{*m1}) \quad (5.20)$$

Определения составных частей уравнения приведены в таблице 5.9.

Таблица 5.9. Обозначения констант модели Джонсон-Кука

$(A + B\epsilon^n)$	Вклад деформационного упрочнения	$\dot{\epsilon}$	Текущая скорость деформации
$(1 + C_1 \ln \dot{\epsilon}^*)$	Вклад скорости деформации в упрочнение	$T^* = \frac{(T - T_r)}{(T_m - T_r)}$	Безразмерная температура
$(1 - T^{*m1})$	Вклад температуры	T_m	Температура плавления сплава (1650 °C)
σ	Напряжение течения	T	Текущая абсолютная температура
ϵ	Истинная деформация	T_r	Сравнительная температура
$\dot{\epsilon}^* = \dot{\epsilon} / \dot{\epsilon}_0$	Безразмерная скорость деформации	A	Предел текучести в сравнительных условиях
$\dot{\epsilon}_0$	Сравнительная скорость деформации	$B, n, C_1, \text{ and } m1$	Константы материала в модели Джонсона-Кука

Сравнительная скорость деформации и температура были выбраны $3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и $800 \text{ }^\circ\text{C}$.

4.5.1. Определение A, B и n

Константы материала A, B и n определяли без учета влияния температуры и скорости деформации, при следующих заданных условиях: $3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и $800 \text{ }^\circ\text{C}$. Уравнение 5.20 можно представить в виде уравнения 5.21,

$$\sigma = A + B e^n \Rightarrow \ln(\sigma - A) = \ln B + n \ln e \quad (5.21)$$

Из результатов экспериментов, предел текучести равен 31 МПа ($3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и $800 \text{ }^\circ\text{C}$) (рисунок 3.13). На рисунке 4.17 приведена линейная графическая зависимость между $\ln(\sigma - A)$ и $\ln e$ в интервале деформации 0,15-1,1. Значения B и n можно определить из наклона и точки пересечения линейной зависимости, которые равны $B = 24.11$, $n = 0.808$.

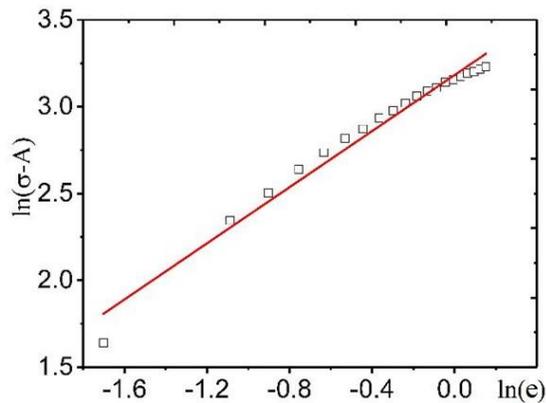


Рисунок 5.17 – Зависимость $\ln(\sigma - A)$ от $\ln e$ в интервале истинной деформации 0,15-1,1

4.5.2. Определение C_1

C_1 вычисляли также при 800°C , следовательно, уравнение 5.20 можно представить в виде уравнения 5.22,

$$\sigma = (A + B \varepsilon^n)(1 + C_1 \ln \dot{\varepsilon}^*) \Rightarrow \frac{\sigma}{(A + B e^n)} - 1 = C_1 \ln \dot{\varepsilon}^* \quad (5.22)$$

Из уравнения 5.22, значение C_1 определяется из наклона линий в координатах графика $(\frac{\sigma}{(A + B e^n)} - 1) - \ln \dot{\varepsilon}^*$ в интервале деформаций от 0,1 до 1 (рисунок 5.18а). Рисунок 5.18б иллюстрирует значения C_1 в зависимости от степени деформации. Значения C_1 представлены регрессионным уравнением 5.23.

$$C_1 = -0.82 + 1.95 \times \exp(-0,7 \times e) \quad (5.23)$$

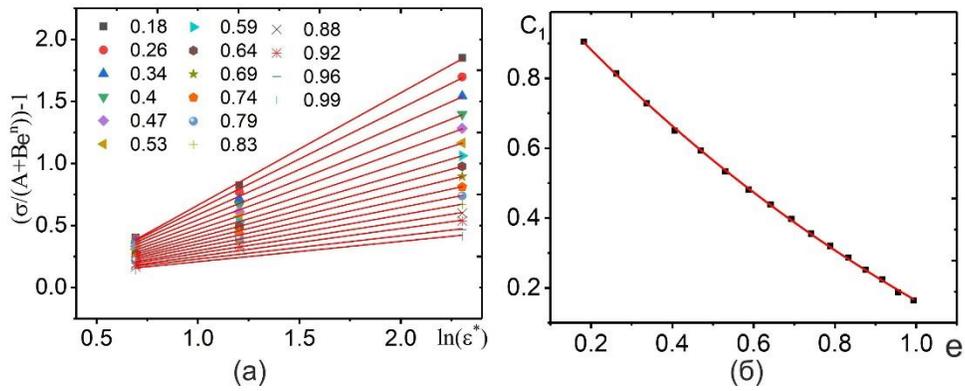


Рисунок 5.18 - (а) Зависимость между $\frac{\sigma}{(A+Be^n)} - 1$ и $\ln \epsilon^*$ для истинной деформации в интервале 0.1 до 1 и (б) зависимость C_1 от деформации.

4.5.3. Определение константы m_1

При скорости деформации $3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, влияние температуры на напряжение течения можно отделить. Таким образом, уравнение 5.20 можно преобразовать в уравнение 5.24 для определения константы m .

$$\sigma = (A + Be^n)(1 - T^{*m_1}) \Rightarrow 1 - \frac{\sigma}{(A+Be^n)} = T^{*m_1} \Rightarrow \ln\left(1 - \frac{\sigma}{(A+Be^n)}\right) = m_1 \ln T^* \quad (5.24)$$

Зависимость $\ln(1 - \frac{\sigma}{(A+Be^n)})$ от $\ln T^*$ графически представлена на рисунке 5.19а. Значения m_1 определяются из наклона линий при различных степенях деформации. Зависимость константы m_1 от степени деформации приведена на рисунке 5.19б и описывается регрессионным уравнением 5.25.

$$m_1 = 0.44 + 0.43 \times \exp(-2.6 \times e) \quad (5.25)$$

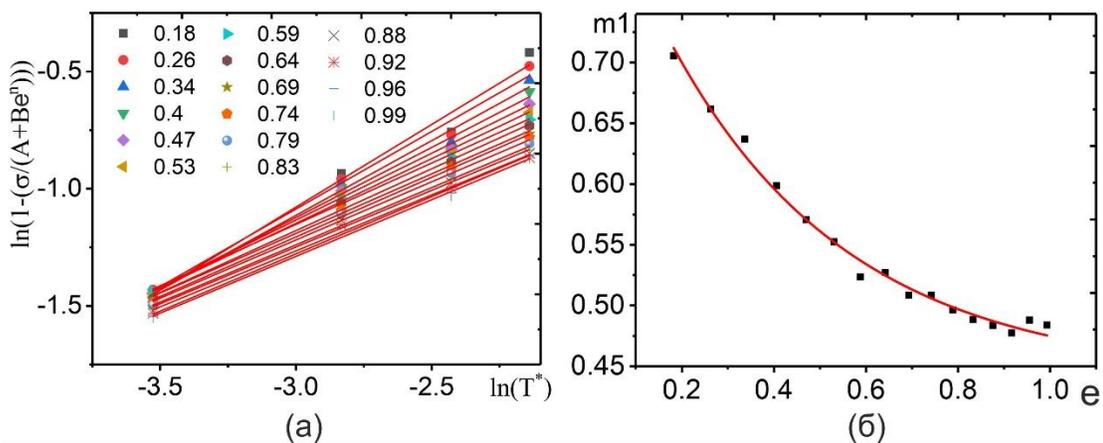


Рисунок 5.19 (а) – Зависимость между $\ln(1 - \frac{\sigma}{(A+Be^n)})$ и $\ln T^*$ для степеней деформации от 0.1 до 1 и (б) значения константы m_1 в зависимости от деформации

Исходя из полученных зависимостей, простая модель Джонсона-Кука (S J-C) для сплава Ti-6%Al-4%V представлена следующей системой уравнений 5.26,

$$\begin{cases} \sigma = (30 + 24.11e^{0.808})(1 + C_1 \ln \dot{\epsilon}^*)(1 - T^{*m1}) \\ C_1 = -0.82 + 1.95 \times \exp(-0.7 \times e) \\ m1 = 0.44 + 0.43 \times \exp(-2.6 \times e) \end{cases} \quad (5.26)$$

На рисунке 5.20 приведено сравнение между экспериментальными и расчетными значениями, полученными из уравнения 5.26. Адекватность модели Джонсон-Кука оценивали путем использования стандартных статистических параметров, описываемых уравнениями 5.15, 5.16 и 5.17.

R, AARE, и RMSE составляли 0.88, 26 %, и 13.2МПа, соответственно. Уровень полученных ошибок показал, что простая модель Джонсон-Кука не пригодна для предсказания напряжений течения при сверхпластической деформации исследуемого сплава.

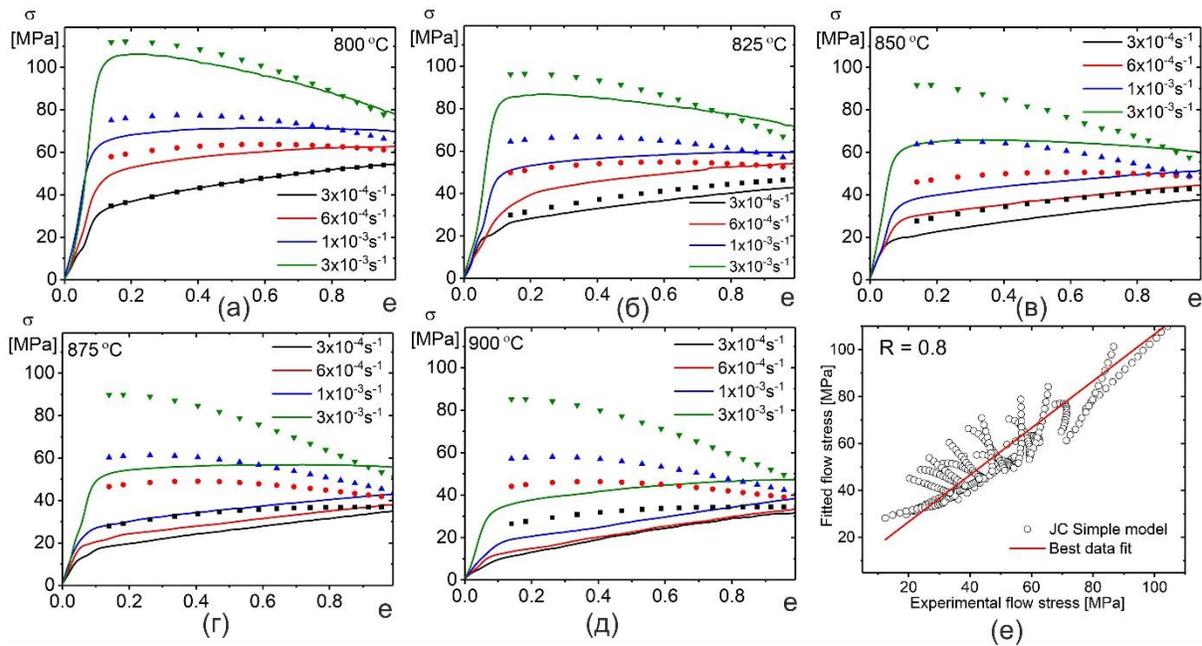


Рисунок 5.20 – Сравнительные графики для экспериментальных результатов (линии) и расчетные значения модели S J-C (символы), полученные при различных скоростях деформации и температурах; (а) 800 °C, (б) 825 °C, (в) 850 °C, (г) 875 °C, (д) 900 °C и (е) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями напряжения течения.

5.5 Модифицированная модель Джонсон-Кука (М J-C)

Модель Джонсон-Кука была модифицирована для прогнозирования поведения течения сплава ВТ6 в соответствии с уравнением 2.27.

$$\sigma = (\sigma_0 + A_1 \exp(X_0 e))(1 + C \ln \dot{\epsilon}^*)(\exp(\lambda(T - T_r))) \quad (2.27)$$

где A_1 , X_0 , σ_0 , C и λ константы материалов. Для данной модели сравнительная (исходная) скорость деформации и температура были также выбраны $3 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ и $800 \text{ }^\circ\text{C}$. По аналогии с простой моделью Джонсона-Кука, определяли константы σ_0 , A_1 , X_0 , C и λ .

Следовательно, зависимость между σ , e , $\dot{\epsilon}$ и T можно представить следующей системой уравнений:

$$\begin{cases} \sigma = [63.8 - 35.2 \times \exp(-1.3 \times e)][1 + C \ln \frac{\dot{\epsilon}}{0.0003}][\exp(\lambda(T - 800))] \\ C = 1.24 - 1.96e + 1.47e^2 - 0.58e^3 \\ \lambda = [-0.01037 - 0.00511 \ln \dot{\epsilon}^* + 0.00202 (\ln \dot{\epsilon}^*)^2] + [+0.00569 - 0.0027 \ln \dot{\epsilon}^* - 0.00103 (\ln \dot{\epsilon}^*)^2]e \end{cases} \quad (2.28)$$

Корреляция между экспериментальными и прогнозируемыми данными напряжения течения показана на рисунке 5.21.

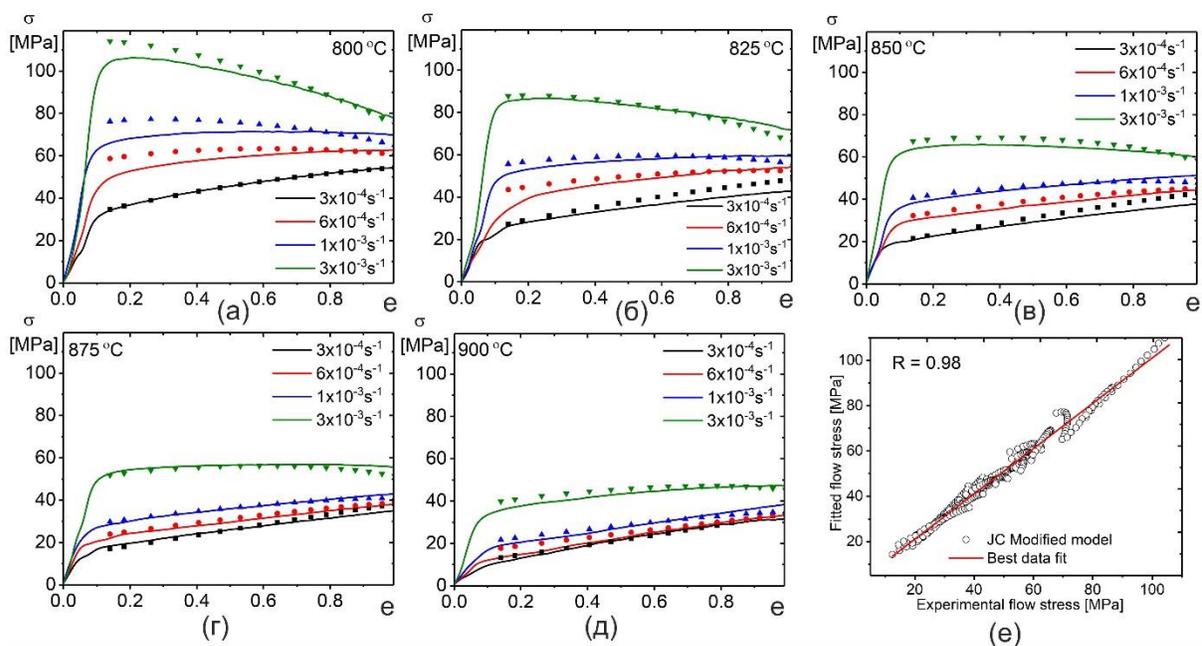


Рисунок 5.21 – Сравнительные графики для экспериментальных результатов (линии) и расчетными значениями модифицированной модели Джонсона-Кука (символы), полученные при различных скоростях деформации и температурах; (а) $800 \text{ }^\circ\text{C}$, (б) $825 \text{ }^\circ\text{C}$, (в) $850 \text{ }^\circ\text{C}$, (г) $875 \text{ }^\circ\text{C}$, (д) $900 \text{ }^\circ\text{C}$ и (е) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями напряжения течения.

R , $AARE$, и $RMSE$ составляли 0.98 , 4.4% , и 2.5 МПа , соответственно. Уровень полученных ошибок показал хорошее соответствие между экспериментальными и расчетными данными для исследуемого сплава. Модифицированная модель Джонсона-Кука способна описывать деформационное поведение сплава ВТ6 в отличие от простой модели Джонсон-Кука.

5.6 Математическое моделирование связи напряжения течения со степенью и скоростью деформации учитывающее параметры микроструктуры

В этом разделе продемонстрирован подход к использованию математического моделирования учитывающего микроструктурные особенности сплавов для предсказания деформационного поведения исследуемых сплавов. Напряжение течения зависит от степени, скорости и температуры деформации и параметров микроструктуры (уравнение 5.29).

$$\sigma = f(e, \dot{\varepsilon}, T, d_{\alpha,\beta}, V_{\alpha,\beta}) \quad (4.29)$$

где,

σ , ε , $\dot{\varepsilon}$ и T – напряжение течения, деформация, скорость деформации и температура, соответственно.

$d_{\alpha,\beta}$, $V_{\alpha,\beta}$ - микроструктурные параметры размер зерен и объемная доля фаз ($D_0 = f(d_{\alpha,\beta}, V_{\alpha,\beta})$).

Уравнение 5.29 может быть представлено в следующем виде (уравнение 5.30):

$$\sigma = K(t) \times D_0 \times e^n \times \left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \quad (5.30)$$

$K(t) \times D_0 \times e^n \rightarrow$ вклад деформационного упрочнения

$\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)^{m_0} \rightarrow$ вклад скорости деформации в упрочнение

$\left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \rightarrow$ вклад температуры в разупрочнение

$K(t)$ – коэффициент, зависящий от температуры. $\dot{\varepsilon}_0$ и T_0 – скорость деформации и температура.

Выбранная скорость деформации и температура для каждого сплава представлена в таблице 5.10.

Таблица 5.10 – Используемая скорость деформации и температура для каждого сплава

Сплав	$\dot{\varepsilon}_0$ [с ⁻¹]	T_0 [°C]
ВТ6	3×10^{-3}	800
ОТ4-1	2×10^{-4}	840
ВТ14	2×10^{-4}	800

4.4.1 Определение констант модели

В этом разделе описана процедура определения констант модели на примере сплава ВТ6, характеризующегося деформационным упрочнением.

5.6.1 Определение $K(t)$, D_0 и n

Используя скорость деформации, $3 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, и температуру, 800°C , уравнение 5.29 может быть представлено в следующей форме (уравнение 5.5.31 и 5.5.32);

$$\sigma = K(t) \times D_0 \times e^n \quad (5.31)$$

$$\ln(\sigma) = \ln(K(t) \times D_0) + n \ln(e) \quad (5.32)$$

где $D_0(T) = \frac{d_\beta \cdot V_\beta + d_\alpha \cdot V_\alpha}{\sqrt{d_\alpha \cdot d_\beta}}$ (безразмерный микроструктурный параметр) зависящий от температуры, так каждый параметр микроструктуры зависит от температуры деформации, $K(t)$ – температурный фактор.

На рисунке 5.22 представлены линейные графики в координатах $\ln(\sigma) - \ln(\epsilon)$ (рисунок 4.16а) и зависимость микроструктурного параметра (D_0) от температуры (рисунок 5.22б). Средние значения коэффициента угла наклона и пересечения с осью Y, полученные из графика $\ln(\sigma) - \ln(\epsilon)$ использованы для вычисления $K(t) \times D_0$ и n .

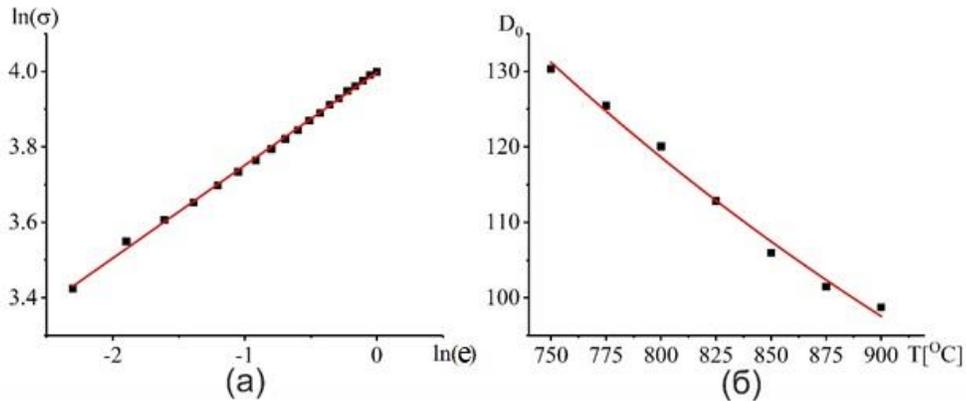


Рисунок 5.22 – (а) зависимость $\ln(\sigma)$ от $\ln(\epsilon)$ и (б) параметры микроструктуры от температуры

Значение $n = 0.25$. Значения $k(t)$ и $D_0(T)$ вычислены через уравнения 5.33 и 5.34

$$D_0(T) = 19.6 + 670.4 \times \exp(-0.0024 \times T[^\circ\text{C}]) \quad (5.33)$$

$$K(t) = -0.3 + 9.53 \times T[^\circ\text{C}] \quad (4.34)$$

5.6.2 Определение m_0

При температуре 800°C , уравнение 5.30 может быть представлено в следующей форме (уравнение 5.35 и 5.36):

$$\sigma = K(t) \times D_0 \times e^n \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{m_0} \rightarrow \frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n} = \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{m_0} \quad (5.35)$$

$$\ln\left(\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n}\right) = m_0 \times \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right) \quad (5.36)$$

Из уравнения 5.36, значения (m_0) вычисляются из коэффициента угла наклона линейных зависимостей $\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n} - \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)$ на графике в интервале деформаций от 0.1 до 1, рисунок. 5.23а. Рисунок 5.23б представляет значения (m_0) в зависимости от степени деформации. Регрессионная зависимость значений m_0 от степени деформации представлена уравнением 5.37.

$$m_0 = -2.25 + 2.8 \times \exp(-0.15 \times e) \quad (5.37)$$

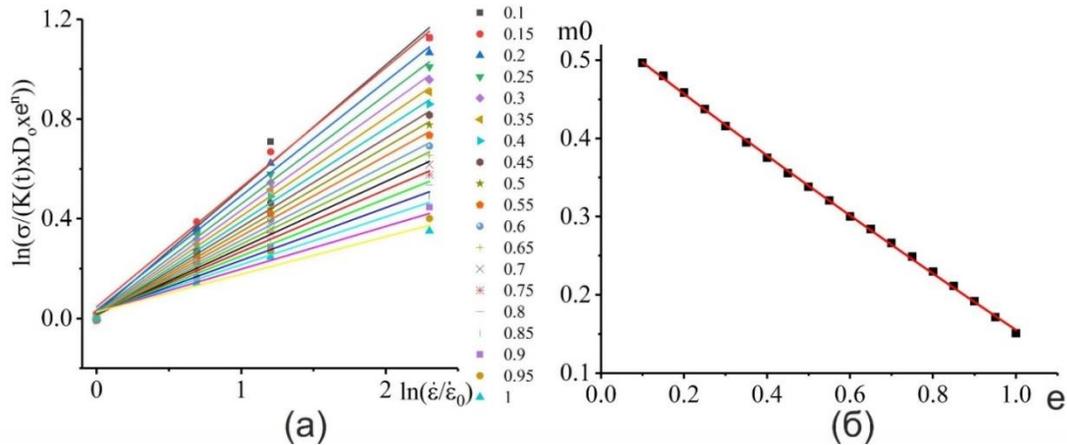


Рисунок 5.23 – (а) Зависимость между $\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n}$ и $\ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)$ для деформации в интервале от 0.1 до 1 и (б) зависимость m_0 от деформации

5.6.3 Определение величины θ

При скорости деформации $3 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, влияние разупрочнения при повышении температуры на напряжение течения может быть отделено. Уравнение 5.30 можно представить в виде уравнений 5.38 и 5.39.

$$\sigma = K(t) \times D_0 \times e^n \times \left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \rightarrow \frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n} = \left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \quad (5.38)$$

$$\ln\left(\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n}\right) = \theta \times \ln\left(\frac{T}{T_0}\right) \quad (8.39)$$

Зависимость $\ln\left(\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n}\right)$ от $\ln\left(\frac{T}{T_0}\right)$ показана на рисунке 5.24а. Значения θ определены из угла наклона линейной зависимости при различных степенях деформации (рисунок 4.24б) Регрессионная зависимость значений θ от степени деформации представлена уравнением 5.40

$$\theta = -3.025 - 7.22 \times \exp(-1.73 \times e) \quad (5.40)$$

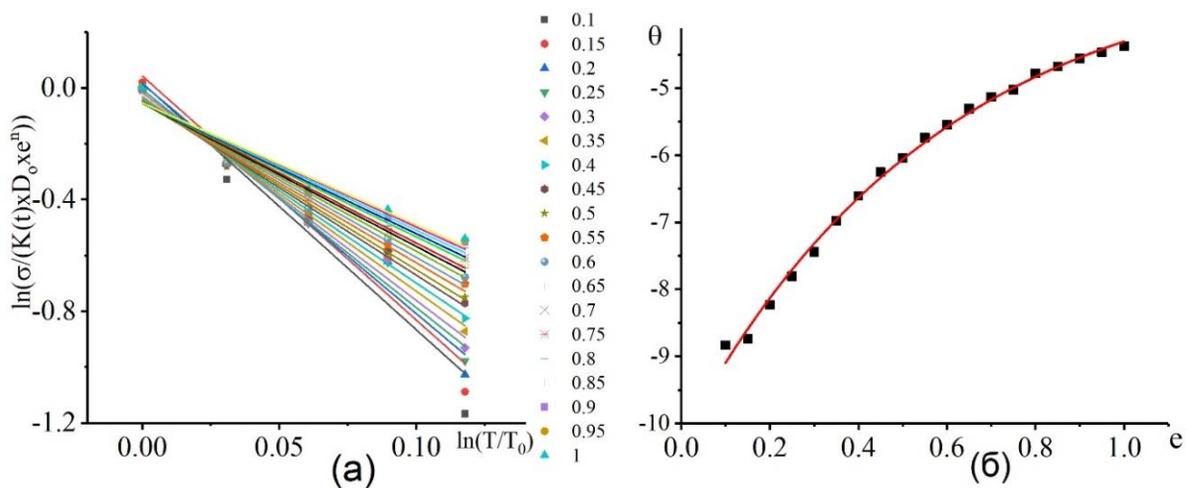


Рисунок 5.24 – (а) Зависимость между $\ln\left(\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times e^n}\right)$ и $\ln\left(\frac{T}{T_0}\right)$ для деформации в интервале от 0.1 до 1 и (б) зависимость θ от степени деформации

Предложенная модель для сплава ВТ6 может быть описана серией уравнений 5.41

$$\begin{cases} \sigma = K(t) \times D_0 \times e^{0.25} \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \\ D_0(T) = 19.6 + 670.4 \times \exp((-0.0024 \times T[^\circ\text{C}]) \\ K(t) = -0.3 + 9.53 \times T[^\circ\text{C}] \\ m_0 = -2.25 + 2.8 \times \exp(-0.15 \times e) \\ \theta = -3.025 - 7.22 \times \exp(-1.73 \times e) \end{cases} \quad (5.41)$$

На рисунке 5.25 сравнены экспериментальные и модельные значения данных в соответствии с уравнением 5.41 для сплава ВТ6. Качество прогнозирования предложенной модели оценивали с использованием стандартных статистических характеристик (уравнения 5.15-5.17). Вычисленные значения R, AARE и RMSE для этого сплава составили 0.98, 5.7% и 2.8МПа, соответственно. Рисунок 5.25 и стандартные статистические величины доказывают способность предложенной модели давать надежный прогноз деформационного поведения для сплава ВТ6.

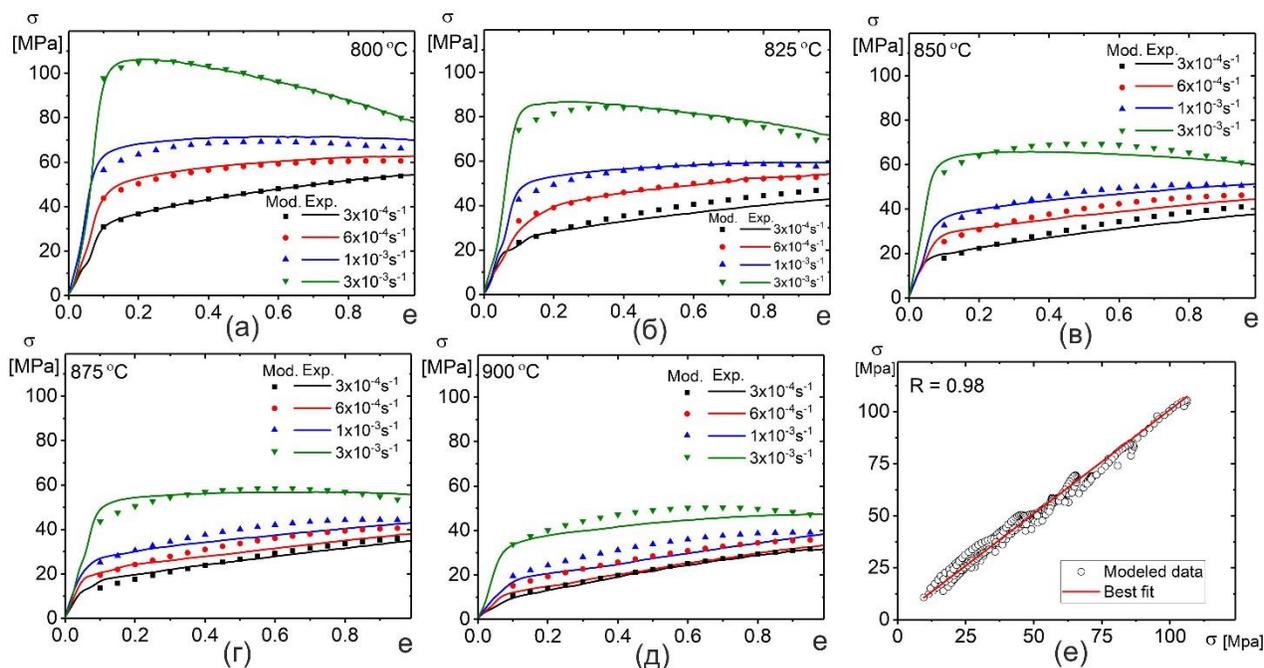


Рисунок 5.25 – Сравнительные графики зависимостей, включающие экспериментальные данные (линии) и расчетные значения (символы) для сплава ВТ6, полученные при различных скоростях деформации и температурах; (а) 800 °С, (б) 825 °С, (в) 850 °С, (г) 875 °С, (д) 900 °С и (е) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями

Используя аналогичную последовательность действий, получены результаты для сплава ОТ4-1. На рисунке 5.26 приведены графики, определяющие константы модели. Пересечение и угол наклона кривой в координатах $\ln(\sigma)$ - $\ln(\epsilon)$ (рисунок 5.26а) определяют $K(t)$, D_0 (рисунок 5.26б) и n , соответственно. Среднее значение углов наклона линий на рисунке 5.26в использовали, чтобы определить значения m_0 (рисунок 5.26г). Среднее значение коэффициента угла наклона линий на рисунке 5.26д использовали для определения значений θ (рисунок 5.26е). Предлагаемую математическую модель для оценки поведения титанового сплава ОТ4-1 можно представить серией зависимостей, описываемых уравнениями 5.42.

$$\left\{ \begin{array}{l} \sigma = K(t) \times D_0 \times e^{0,3} \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \\ D_0(T) = \frac{d_\beta \cdot V_\alpha + d_\beta \cdot V_\alpha}{\sqrt{d_\alpha \cdot d_\beta}} = 57.9 + 0.0012 \times \exp(0.012 \times T[^\circ\text{C}]) \\ K(t) = 0.3463 - 1.508 \times \exp(0.008 \times T[^\circ\text{C}]) \\ m_0 = 0.088 + 0.563 \times \exp(-1.9 \times e) \\ \theta = -1.94 - 6.8 \times \exp(-1.5 \times e) \end{array} \right. \quad (5.42)$$

Степень предсказуемости предложенной модели оценивали путем анализа стандартных статистических величин, представленных уравнениями 5.15-17. Значения R, AARE и RMSE для этого сплава были 0.95, 5.2% и 1.1МПа, соответственно.

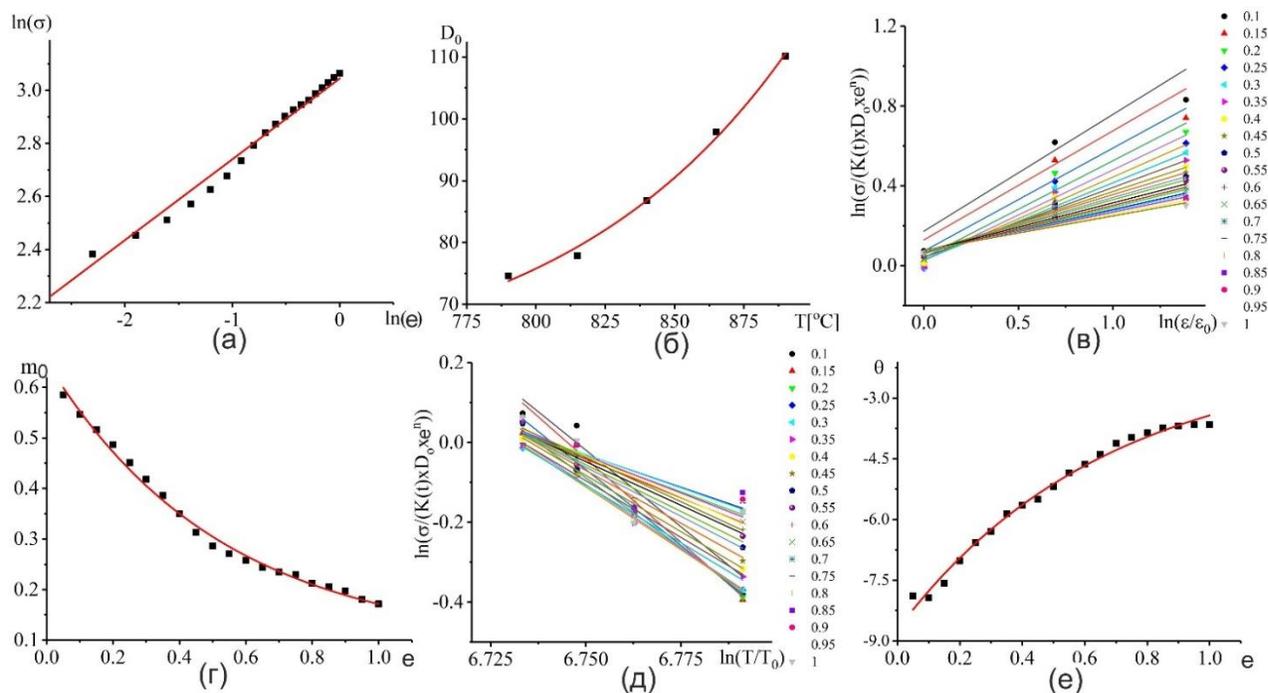


Рисунок 5.26 – (а) зависимость $\ln(\sigma)$ от $\ln(\epsilon)$, (б) микроструктурный параметр (D_0) от температуры, (в) зависимость между $\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times \epsilon^n}$ и $\ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)$ для деформации в интервале от 0.1 до 1, (г) зависимость значения m от деформации, (д) зависимость между $\ln\left(\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times \epsilon^n}\right)$ и $\ln\left(\frac{T}{T_0}\right)$ для деформации в интервале от 0.1 до 1 и (е) зависимость θ от деформации

На рисунке 5.27 приведено сравнение между данными, полученными экспериментальным и расчетным путем с использованием предложенной модели (уравнение 5.42) для сплава ОТ4-1. Модельные значения при деформации менее 0,9 хорошо согласуются с результатами экспериментов, что доказывает возможность предлагаемой модели прогнозировать сверхпластическое течение сплава.

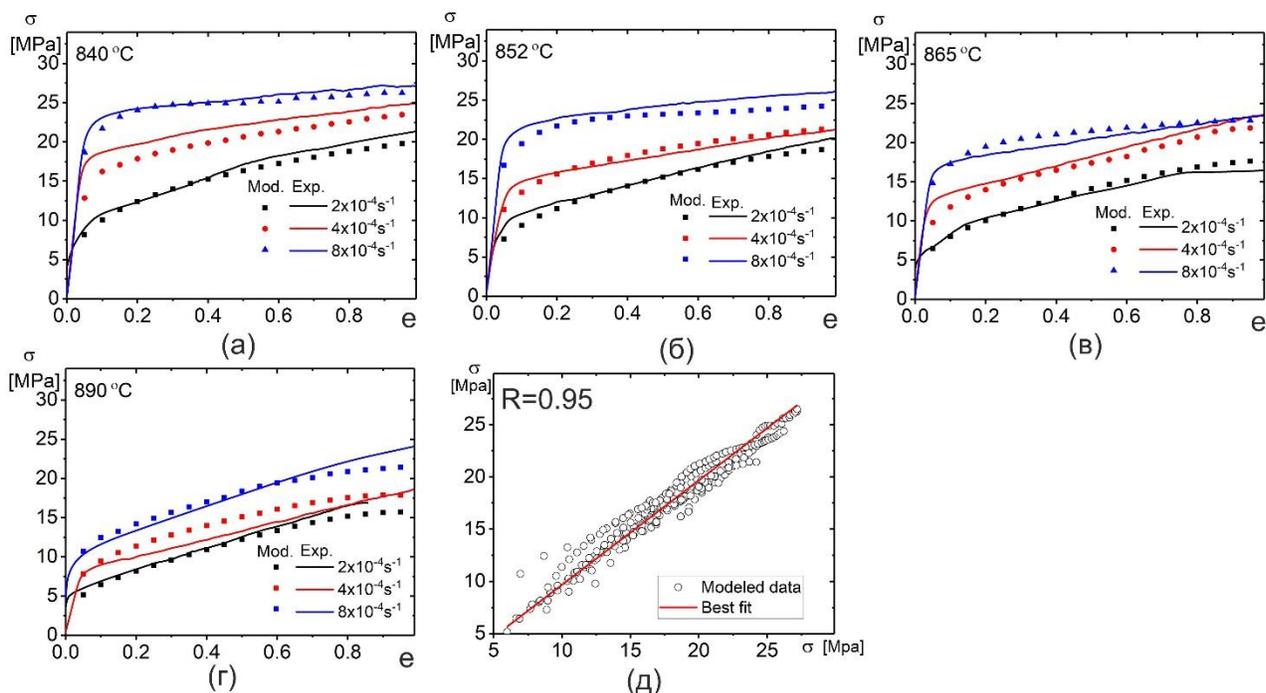


Рисунок 5.27 – Сравнительные графики зависимостей, включающие экспериментальные результаты (представлены линиями) и расчетные значения (представлены графическими символами) для сплава ОТ4-1, полученные при температурах испытаний (а) 840 °С, (б) 852 °С, (в) 865 °С, (г) 890 °С и (д) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями

Исследуемый в этой работе титановый сплав ВТ14 характеризуется деформационным разупрочнением, и используемый для предыдущих двух сплавов структурный параметр не позволил адекватно описать сверхпластическое течение при разупрочнении. Математическая модель для прогнозирования поведения течения в сплаве ВТ14 (лист СТ) представлена уравнением 5.43.

$$\sigma = K(t) \times D_0 \times f(\epsilon) \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \quad (5.43)$$

Зависимость напряжения течения от степени деформации ($\sigma = K(t) \times D_0 \times f(\epsilon)$) при выбранной температуре и скорости деформации для этого сплава показана на рисунке 5.28. Зависимость структурного параметра D_0 от температуры показана на рисунке 5.28б.

Среднее значение углов наклона линий, приведенное на рисунке 5.27в, использовали для определения значения m_0 (рисунок 5.28г). Среднее значение углов наклонов линий на рисунке 5.28д использовали для определения значений θ (рисунок 5.28е). Предлагаемая математическая модель для оценки поведения ВТ14-СТ при деформации включает ряд зависимостей, которые в математической форме представлены серией уравнений 5.44.

$$\left\{ \begin{array}{l} f(\varepsilon) = 1 + 0,0457e^2 - 0,5e - 0,15e^3 \\ D_0(T) = \frac{d_\beta \cdot V_\beta + d_\alpha \cdot V_\alpha}{\sqrt{d_\alpha \cdot d_\beta}} = 125 - 0,05 \times \exp(0,007 \times T[^\circ\text{C}]) \\ K(t) = 0,25 + 2 \times 10^{-5} \times \exp(0,009 \times T[^\circ\text{C}]) \\ m_0 = 0,35 + 0,09e - 0,24e^2 + 0,15e^3 \\ \theta = -14,5 + 5,3 \times \exp(0,8 \times e) \end{array} \right. \quad (5.44)$$

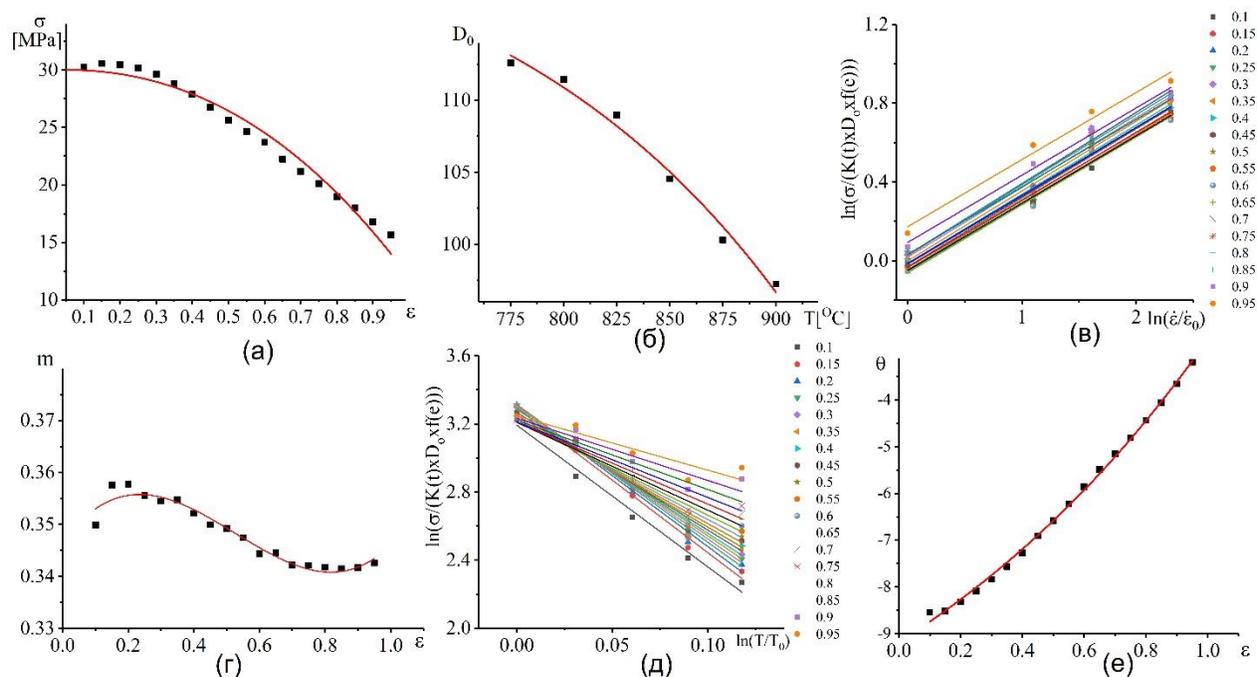


Рисунок 5.28 – (а) Зависимость напряжение течение - деформация при выбранной температуре и скорости деформации для сплава VT14-СТ, (б) зависимость микроструктурный параметр (D_0) - температура, (в) зависимость между $\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times f(e)}$ и $\ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}}{\dot{\varepsilon}_0}\right)$ для деформации в интервале от 0.1 до 1, (г) зависимость значения m от степени деформации, (д) зависимость между $\ln\left(\frac{\sigma}{K(t) \times D_0 \times f(e)}\right)$ и $\ln\left(\frac{T}{T_0}\right)$ для деформации в интервале от 0.1 до 1 и (е) зависимость θ от деформации

Достоверность предложенной модели оценивали с использованием стандартных статистических величин, представленных уравнениями 5.15-5.17. Значения R, AARE и RMSE для этого сплава составили 0.97, 7.2% и 4.3МПа, соответственно.

На рисунке 5.28 приведено сравнение между данными, полученными экспериментальным и расчетным путем с использованием предложенной модели (уравнение 5.44) для расчета напряжений течения сплава VT14-СТ. Расчетные значения хорошо согласуются с результатами экспериментов, что доказывает возможность использовать

предлагаемую модель для прогнозирования напряжений течения исследуемого сплава, сверхпластическая деформация которого сопровождается разупрочнением.

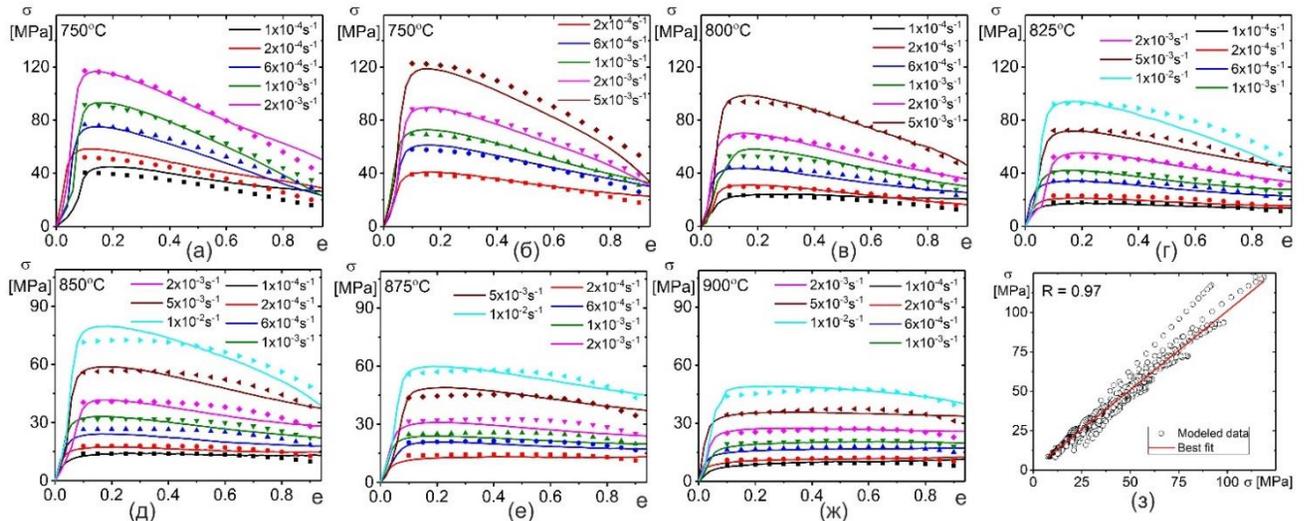


Рисунок 5.28 – Сравнительные графики зависимостей, включающие экспериментальные результаты (представлены линиями) и модельные значения (представлены символами) для сплава ВТ14, полученные при различных скоростях деформации и температурах испытаний (а) 750 °С, (б) 775 °С, (в) 800 °С, (г) 825 °С, (д) 850 °С, (е) 875 °С, (ж) 900 °С и (з) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями

Для определения точности предсказания поведения материала при сверхпластической деформации, была использована процедура перекрестной проверки для экспериментальной модели. На рисунке 5.29 показаны графики зависимости экспериментального напряжения течения (линии) и прогнозируемого моделью (точки) для сплава ВТ6 (Рисунок 5.29а), ОТ4-1 (Рисунок 5.29б) и ВТ14-СТ (Рисунок 5.29в). Рисунок 5.29 подтверждает, что модельные значения напряжения течения хорошо согласуются с экспериментальными значениями для всех сплавов.

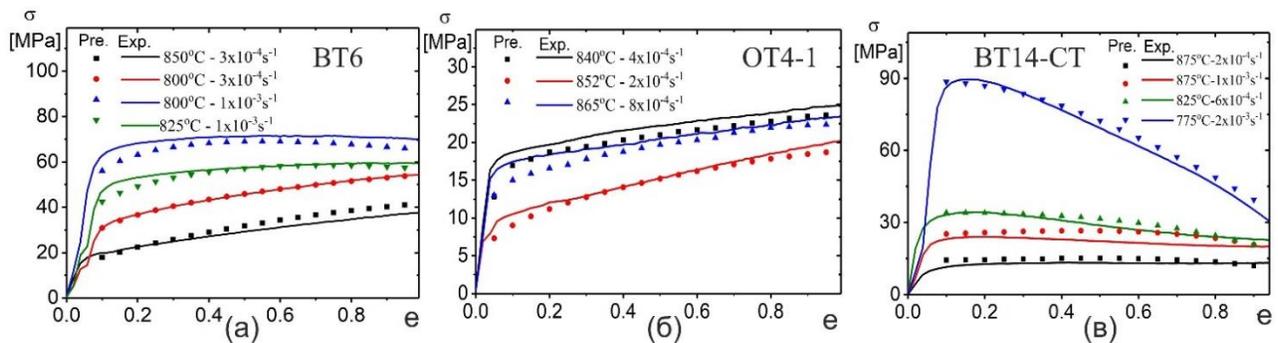


Рисунок 5.29 Сравнительные графики зависимостей, включающие экспериментальные результаты (представлены линиями) и модельные значения (представлены символами) для сплава (а) ВТ6, (б) ОТ4-1 и (в) ВТ14-СТ после проведения перекрестной проверки моделей

Разработанные модели могут предсказывать поведение материала для условий, при которых эксперимент проведен не был, и позволят более качественно предсказывать поведение материала при сверхпластической формовке. Так как скорости деформации при получении деталей методом СПФ не постоянны в разных точках детали и при разных степенях деформации, понимание того как будут меняться при этом значения напряжения течения важно для получения качественной детали с минимальной разнотолщиной. Дополнительным преимуществом применения моделей, учитывающих параметр микроструктуры заключается в возможности предсказания свойств листов промышленных сплавов с отличающимися микроструктурными параметрами. Известно, что микроструктура листов от партии к партии может меняться, что неизбежно приведет к необходимости проведения экспериментов для определения режимов формообразования и напряжений течения, для чего необходима испытательная база, временные и материальные затраты. Модель построенную для листов сплава ВТ14-СТ использовали для расчета зависимости напряжения течения от степени и скорости деформации в листах ВТ14-СП. Напомним, что листы сплава ВТ14-СП отличались от ВТ14-СТ меньшими размерами зерен, несколько большей долей β -фазы и в два раза меньшей долей пластинчатой структуры. Различия микроструктуры обусловили пониженные значения напряжений и существенно менее выраженное деформационное разупрочнение в сплаве ВТ14.

Структурный параметр $D_0(T) = \frac{d_\beta \cdot V_\beta + d_\alpha \cdot V_\alpha}{\sqrt{d_\alpha \cdot d_\beta}}$ был пересчитан для параметров микроструктуры листов ВТ14-СП, (рисунок 30.а). Все остальные константы были установлены такими же, как в ВТ14-СТ.

$$\sigma = K(t) \times D_0 \times f(\epsilon) \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0}\right)^\theta \quad (5.45)$$

$$\begin{cases} f(\epsilon) = 1 + 0,0457e^2 - 0,5e - 0,15e^3 \\ D_0(T) = 100 + 6,6 \times 10^8 \times \exp(-0.023 \times T[^\circ\text{C}]) \\ K(t) = 0,25 + 2 \times 10^{-5} \times \exp(0.009 \times T[^\circ\text{C}]) \\ m_0 = 0.35 + 0.09e - 0.24e^2 + 0.15e^3 \\ \theta = -14,5 + 5,3 \times \exp(0,8 \times e) \end{cases} \quad (5.56)$$

На рисунке 5.30 приведено сравнение между данными, полученными экспериментальным и расчетным путем с использованием предложенной модели (уравнение 5.56) для листов сплава ВТ14-СП. Расчетные значения хорошо согласуются с

экспериментальными значениями ВТ14-СП до деформации (0,7) 100%. Ошибка определения параметра составила 5%.

Отклонение расчетных и экспериментальных данных при увеличении степени деформации более $\epsilon=0,7$ превышают 20%. Данные отклонения можно объяснить наличием в листах ВТ14-СТ значительного объема нерекристаллизованной пластинчатой структуры и, как следствие, большими степенями деформации требуемыми для формирования глобулярной структуры, т.е. продолжительной динамической рекристаллизации сопровождающейся значительным разупрочнением. Данные отклонения могут быть обусловлены существенно отличающейся схемой термомеханической обработки листа, и естественно, при использовании одной схемы получения листа отличия в доле пластинчатой структуры должны быть значительно меньше, а модель должна адекватнее предсказывать изменения напряжений при больших деформациях.

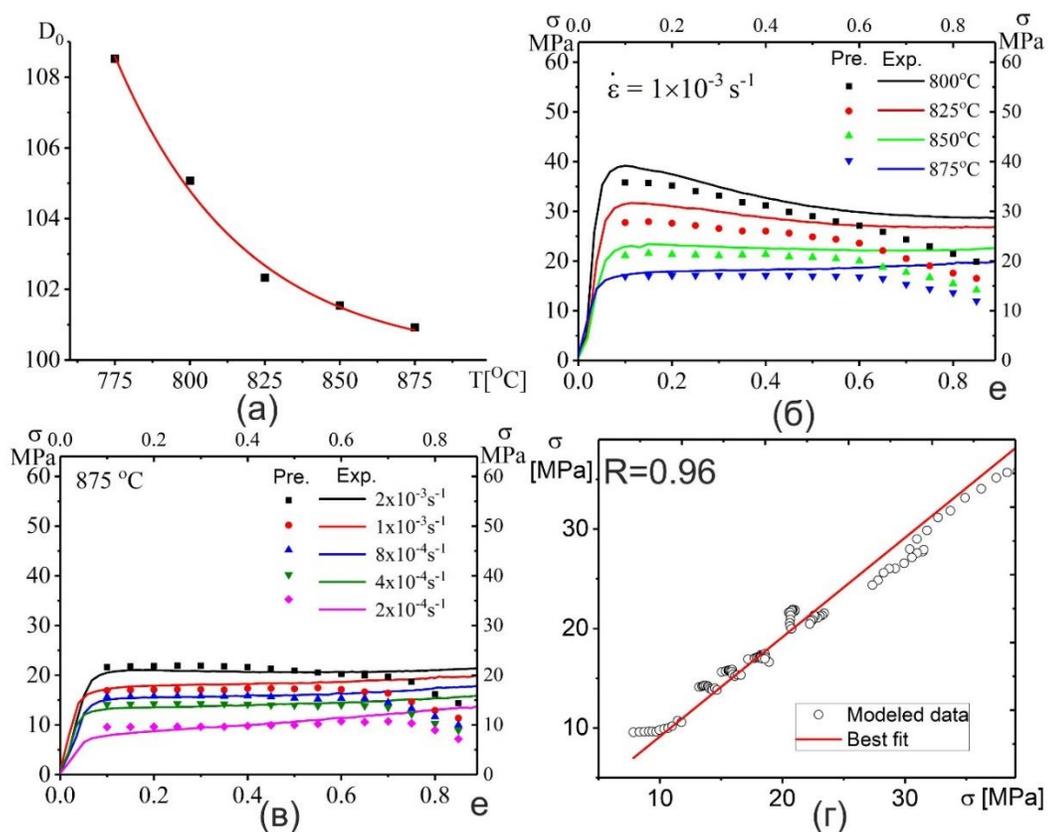
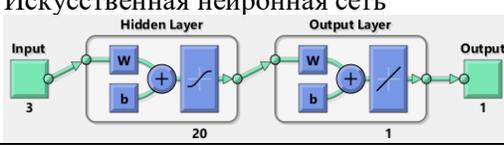


Рисунок 5.30 – (а) зависимость микроструктурного параметра (D_0) от температуры для ВТ14-СП, (б,в) сравнительные графики зависимостей, включающие экспериментальные результаты (представлены линиями) и расчетные значения (представлены графическими символами) для ВТ14-СП, полученные при различных температурах испытаний при

постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{с}^{-1}$ и (γ) корреляция между экспериментальными и расчетными значениями

Таким образом, деформационное поведение титановых сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14, которые имеют различные характеристики микроструктуры и как результат, отличающиеся характер зависимости напряжения течения от степени деформации, было успешно аппроксимировано с помощью различных математических моделей (АСЕ, ИНС, S J-C и M J-C). Эффективность моделей оценивали с помощью вышеописанных статистических параметров (R, AARE и RMSE). Таблица 5.11 представляет сравнительный анализ полученных статистических величин для каждой модели и соответствующего сплава. Большинство опробованных моделей, за исключением модели S J-C для ВТ6, подходит для расчета напряжения течения при сверхпластической деформации. Наибольшую точность аппроксимации ожидаемо имеет ИНС, однако перекрестная проверка работоспособности ИНС выявила ее худшую прогнозируемость для промежуточных режимов деформации, чем модели Аррениуса.

Таблица 5.11 – Сравнение между предлагаемыми моделями на основе статистических показателей (R, AARE и RMSE) для каждого сплава

Модель	Показатель	ВТ6	ОТ4-1	ВТ14-СТ
Модель Аррениуса $\sigma = \frac{1}{\alpha} \ln \left\{ \left(\frac{Z}{A_3} \right)^{\frac{1}{n_2}} + \left[\left(\frac{Z}{A_3} \right)^{\frac{2}{n_2}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\}$	R /R*	0.99/0.97	0.98/0.97	0.96/0.95
	AARE [%]	4	3.4	3.4
	RMSE [МПа]	2	1.09	1.09
Искусственная нейронная сеть 	R /R*	0.999/0.94	0.999/0.93	0.998/0.93
	AARE [%]	0.2	0.33	0.15
	RMSE [МПа]	0.2	0.079	0.1
Эмпирическая модель, учитывающая микроструктурный параметр ВТ6 и ОТ4-1 $\sigma = K(t) \times D_0 \times e^n \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0} \right)^\theta$ ВТ14 $\sigma = K(t) \times D_0 \times f(\dot{\epsilon}) \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0} \right)^\theta$	R /R*	0.98/0.98	0.95/0.95	0.97/0.97
	AARE [%]	5.7	5.2	7.2
	RMSE [МПа]	2.8	1.1	4.3
модель Джонсон-Кука $\sigma = (A + B e^n)(1 + C_1 \ln \dot{\epsilon}^*)(1 - T^{*m_1})$	R /R*	0.88	—	—
	AARE [%]	26	—	—
	RMSE [МПа]	13.2	—	—
модифицированная модель Джонсон-Кука $\sigma = (\sigma_0 + A_1 e^{(X_0 \dot{\epsilon})})(1 + C \ln \dot{\epsilon}^*)(\exp(\lambda(T - T_r)))$	R /R*	0.98	—	—
	AARE [%]	4.4	—	—
	RMSE [МПа]	2.5	—	—

R* = Коэффициент корреляции после проведения перекрестной проверки

Выводы по главе

1. Разработаны математические модели связи напряжения течения и параметров сверхпластической деформации – температуры, скорости и степени деформации для сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14. Модели связи на основе уравнения Аррениуса и искусственная нейронная сеть имеют высокую адекватность аппроксимации эмпирических данных с коэффициентом корреляции 0,96-0,99 и 0,999, среднеквадратичным отклонением 3,4-4,0 и 0,15,-0,33, соответственно. Перекрестная проверка путем исключения экспериментальных кривых напряжение-деформация одна за другой и сравнения прогнозируемости исключенных температурно-скоростных условий показала, что модель связи на основе уравнения Аррениуса демонстрирует лучшую предсказуемость напряжения при сверхпластической деформации по сравнению с разработанной искусственной нейронной сетью.
2. Анализ эволюции структурно-чувствительных констант материала с увеличением степени деформации свидетельствует о существенных изменениях микроструктуры, что согласуется с ранее приведенным в главе 4 микроструктурным анализом. Величина эффективной энергии активации сверхпластической деформации и показатель степени напряжения течения n_2 увеличивается с увеличением температуры для сплава ВТ6, что подтверждает наблюдаемый динамический рост зерен обеих фаз, в то время как в сплавах ВТ14 и ОТ4-1 эффективная энергия активации уменьшается, а зависимость коэффициента n_2 от степени деформации проходит через максимум при $\epsilon=0,8-0,9$, что указывает на увеличение доли высокоугловых границ в начале течения и возрастании роли зернограницного скольжения.
3. На примере сплава ВТ6, показано, что использование модели Джонсон-Кука неудовлетворительно описывает деформационное поведение в состоянии сверхпластичности с коэффициентом корреляции 80%, тогда как модифицированная модель Джонсон-Кука обеспечила достоверность аппроксимации с коэффициентом корреляции 98%.
4. Для описания деформационного поведения листов сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14 разработана эмпирическая модель связи напряжения течения, степени и скорости деформации, учитывающая микроструктурный параметр материала, включающий

размер зерен α и β фаз и их объемную долю. Перекрестная проверка эмпирической модели показала ее адекватность для прогнозирования зависимости напряжение-деформация в состоянии сверхпластичности. Проверка предложенной для сплава ВТ14 модели показала ее адекватность для расчета напряжения течения образцов сплава ВТ14 с отличающимися параметрами микроструктуры при степени деформации до 100%.

Глава 6

Моделирование процесса сверхпластической формовки (СПФ) методом конечных элементов (МКЭ) и получение деталей методом СПФ

6.1 Сверхпластическая формовка

Метод конечных элементов (МКЭ) позволяет спрогнозировать поведение при сверхпластической формовке деталей и обеспечения предельно равномерной толщины, избегая большого числа пробных формовок, т.е. метода “проб и ошибок”. В данной главе представлены результаты применения метода конечных элементов для моделирования и оптимизации параметров сверхпластической формовки (давление в зависимости от времени) осесимметричных оболочек заданной геометрии из сплавов ВТ6 и ВТ14 листов СТ и СП. Сплав ОТ4-1 не использовали для получения модельных деталей ввиду отсутствия образцов необходимого размера. Экспериментальные и расчетные значения параметров были введены в программу «Deform 3D» с целью имитации деформационного поведения исследуемых сплавов и расчета оптимальных условий получения оболочек. Зависимость давления газа от времени формовки были скорректированы с целью обеспечения их соответствия оптимальному скоростному интервалу сверхпластичности для каждого сплава, т.е. повышенным значениям показателя m . Процесс СПФ проводили при оптимальной температуре деформации для каждого сплава, определенной по результатам одноосного растяжения. Полученные путем имитационного моделирования результаты формообразования сравнивали с экспериментальными результатами, полученными при сверхпластической формовке модельных деталей на лабораторной установке для сверхпластической формовки. Сравнительное исследование результатов МКЭ и СПФ проводили на основе геометрических параметров и распределения толщины по сечению полученной детали.

В таблице 6.1 представлены режимы СПФ для исследуемых сплавов. Оптимальная скорость деформации для сплавов ВТ6, ВТ14-СТ и ВТ14-СП составляет $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, а оптимальная температура 825-875 °С, 875 °С и 875 °С, соответственно. Хотя при деформации сплава ВТ6 при 825 °С было получено несколько большее относительное удлинение, деформация при данной температуре обеспечивает более высокий уровень напряжения течения, примерно в 2 раза превышающий напряжение течения при 875 °С. Таким образом, чтобы определить влияние температуры на процесс СПФ листов сплава ВТ6, была проведена формовка как при 825 °С, так и при 875 °С.

Таблица 6.1 - Режимы СПФ листов исследованных сплавов

Сплав	Температура, °С	Скорость деформации, с ⁻¹
ВТ6	825	1×10^{-3}
ВТ6	875	1×10^{-3}
ВТ14-СТ/ СП	875	1×10^{-3}

На рисунке 6.1 представлены графики зависимости давления от времени, использованные для СПФ осесимметричных деталей из листов сплава ВТ6 при 825 и 875 °С и скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Максимальное напряжение при температуре 875 °С (Рисунок 6.1б) в два раза ниже, чем для температуры 825 °С (Рисунок 6.1а), т.е. низкотемпературная формовка требует более высокого давления газа. Для поддержания давления согласно рассчитанным значениям в процессе СПФ использовали красные кривые со ступенчатым увеличением давления (красные кривые на рисунке 6.1), что диктуется ограничениями используемого лабораторного оборудования.

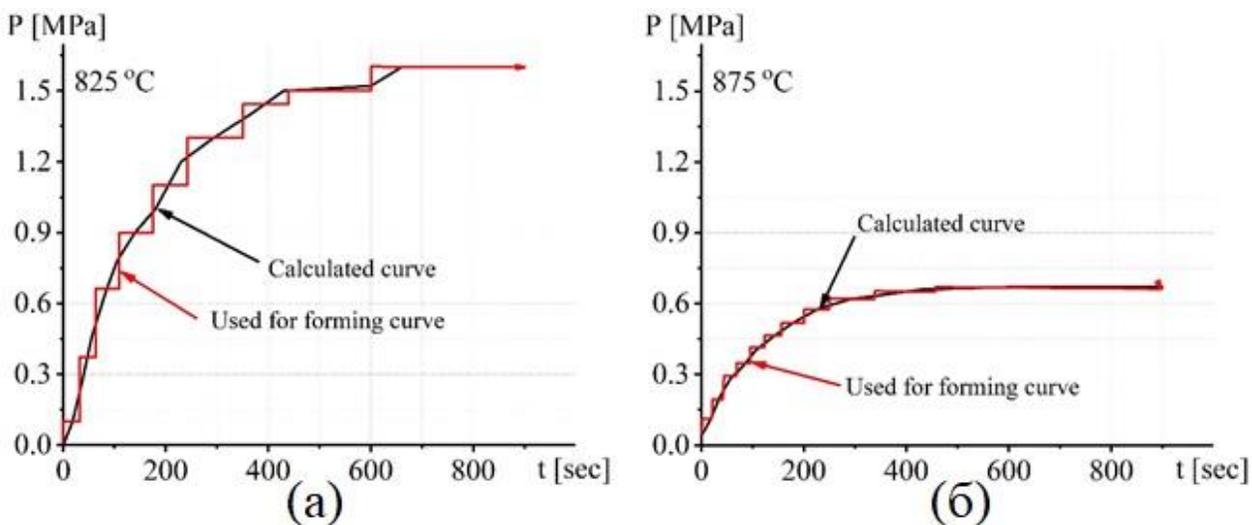


Рисунок 6.1 - Графики зависимости давления от времени для СПФ листов сплава ВТ6 при (а) 825 °С и (б) 875 °С, соответствующие постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

На рисунке 6.2 представлены зависимости давления от времени, рассчитанные и использованные для СПФ листов сплавов ВТ14-СП и ВТ14-СТ при температуре 875 °С и скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. Листы ВТ14-СП требуют более низких напряжений в сравнении с листами ВТ14-СТ при оптимальном режиме деформации 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$,

поэтому и давление газа, необходимое для формовки листов ВТ14-СП (Рисунок 6.2а) ниже, чем для ВТ14-СТ (Рисунок 6.2б).

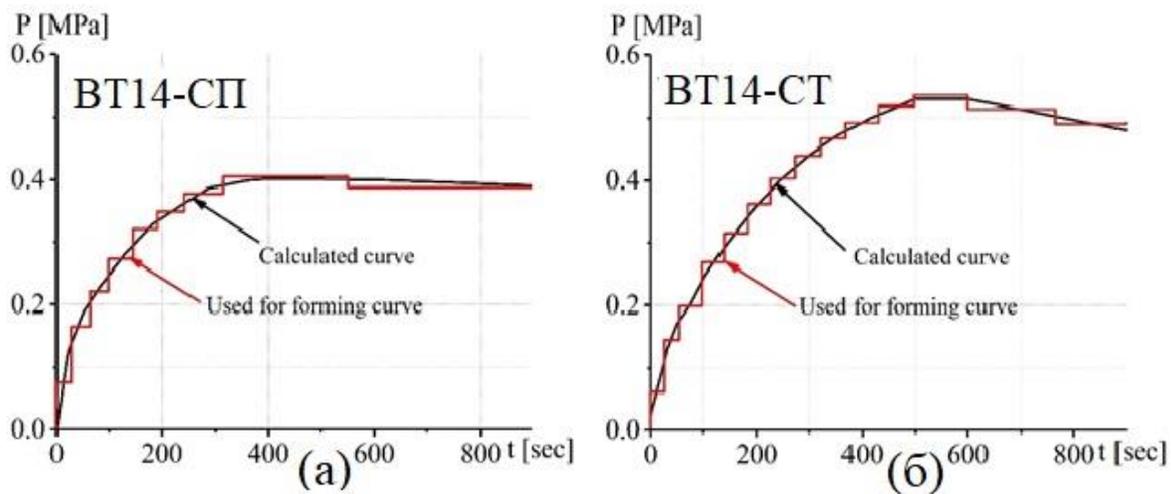


Рисунок 6.2 - Графики зависимости давления от времени для СПФ листов (а) ВТ14-СП и (б) листов ВТ14-СТ, соответствующие постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

На рисунке 6.3 показано распределение скорости деформации, рассчитанное с помощью МКЭ для СПФ листов сплава ВТ6, при температурах 825 °С и 875 °С. Изменение давления в процессе формовки было определено из расчета обеспечения значений близких к постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, которая является оптимальной для сверхпластической деформации листов данного сплава, так как обеспечивает продолжительное устойчивое течение и высокие значения m . По сечению моделируемой детали были выбраны семь контрольных точек для анализа изменения скорости деформации во время процесса формовки. Из графика видно, что скорости деформации в контрольных точках близки к требуемой оптимальной скорости деформации, а их значения варьируются от $5 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ до $1,2 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Данный скоростной диапазон не выходит за пределы линейного (II-скоростного) участка логарифмической кривой напряжения - скорость деформации, и обеспечивает значение показателя m более 0,3. При этом, точкам Р5 и Р6 соответствуют большие значения скоростей деформации, чем в других контрольных точках. Соответственно, эти точки можно считать критическими, так как значения деформаций в этих точках наибольшее.

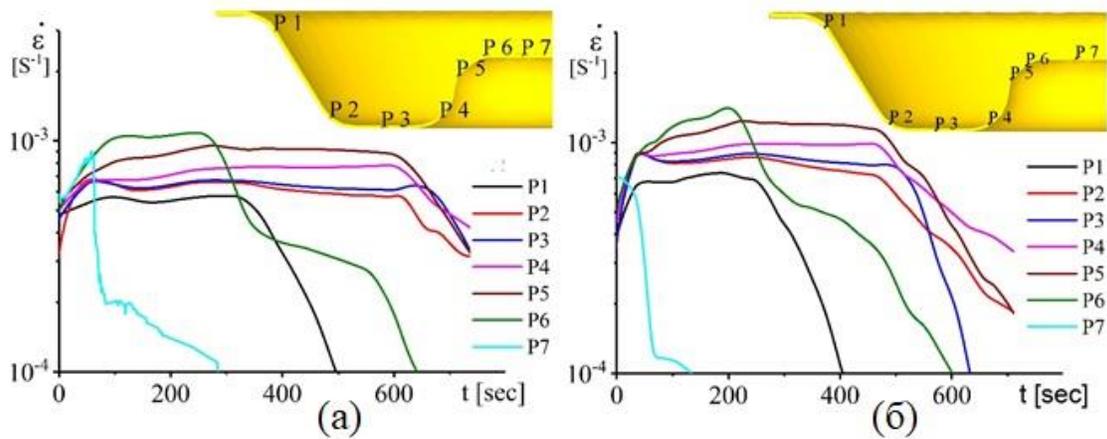


Рисунок 6.3 - Графики зависимости скорости деформации от времени, рассчитанные при помощи моделирования МКЭ в процессе сверхпластической формовки, листов сплава ВТ6 при температурах (а) 825 °С and (б) 875 °С

На рисунке 6.4 показано распределение скорости деформации, определенное с помощью МКЭ для СПФ листов сплавов ВТ14-СП и ВТ14-СТ при температуре 875 °С и скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Скорости деформации в контрольных точках варьируются от $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ до $2,5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ для листов ВТ14-СП и от $8 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ до $1,5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ для листов ВТ14-СТ. Данный скоростной диапазон также не выходит за пределы линейного (II-скоростного) участка логарифмической кривой напряжения - скорость деформации и обеспечивает $m > 0,35$. Как и в случае моделирования формовки листов сплава ВТ6, скорость деформации в критических точках P5 и P6 больше, чем в других точках.

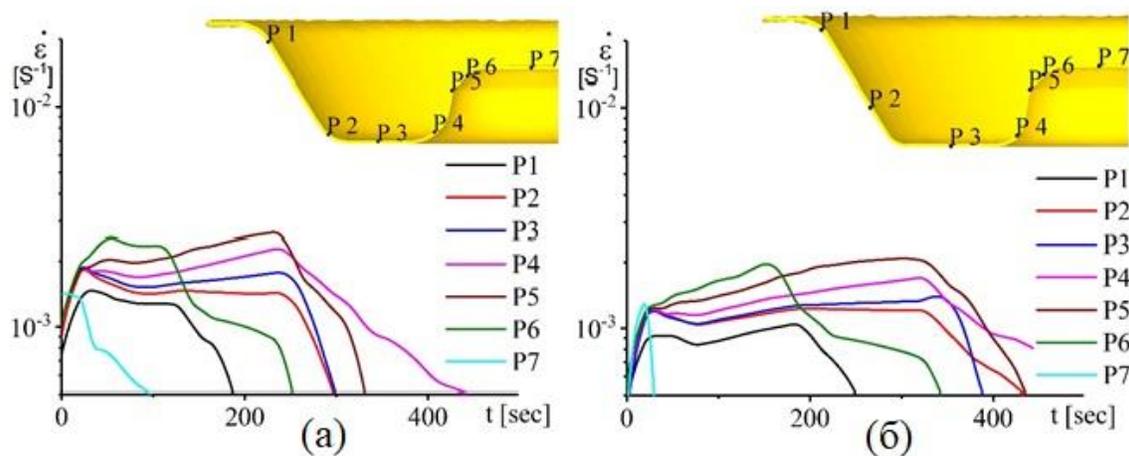


Рисунок 6.4 - Графики зависимости скорости деформации от времени, рассчитанные при помощи моделирования МКЭ в процессе сверхпластической формовки, листов (а) ВТ14-СП и (б) ВТ14-СТ при температуре 875 °С

Сверхпластическую формовку листов исследуемых сплавов проводили на лабораторной установке при соответствующих оптимальных температурах деформации. Матрица была смазана суспензией на основе нитрида бора (NB) для уменьшения коэффициента трения. Формовку вели до полного воспроизведения листом гравюры матрицы. Процесс СПФ занял 15 минут, как и было рассчитано при помощи МКЭ. Проведенный эксперимент подтвердил удовлетворительную точность рассчитанных времени и давления, так как за заданное время при соблюдении режимов формовки были получены модельные детали.

На рисунках 6.5-6.8 представлены изображения деталей после сверхпластической формовки в сравнении с полученными в результате моделирования в программе «Deform 3D» оболочек из листов сплавов ВТ6 (рисунок 6.5), ВТ14-СП (рисунок 6.6) и ВТ14-СТ (рисунок 6.7, 6.8). Как видно из анализа изображений, форма полученных деталей после СПФ совпадает с модельными оболочками. Визуальный анализ качества поверхности каждой полученной детали показал отсутствие дефектов.

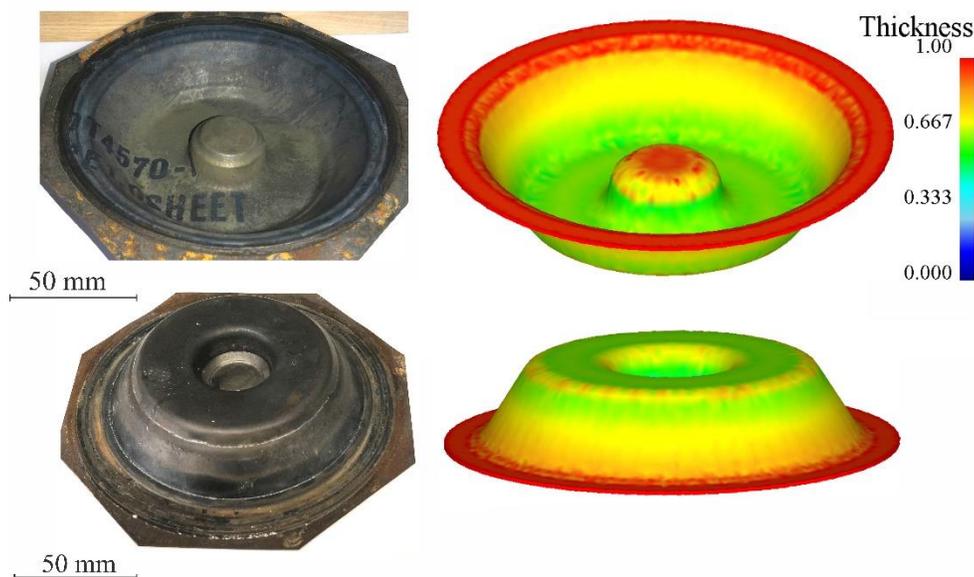


Рисунок 6.5 - Изображения деталей, полученных методом сверхпластической формовки, и результат моделирования МКЭ в программе «Deform 3D» листов сплава ВТ6 при температуре 825 °С

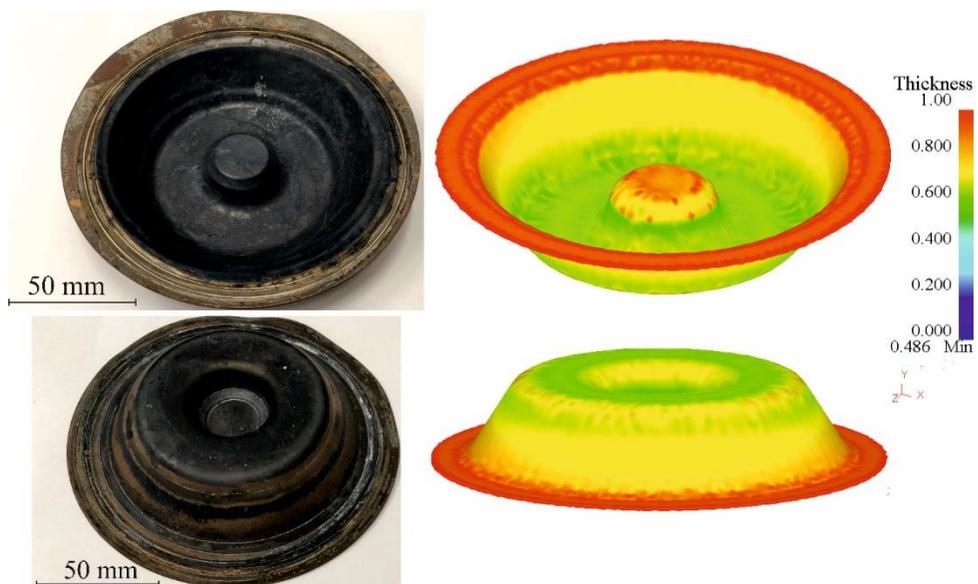


Рисунок 6.6 - Изображения деталей, полученных методом сверхпластической формовки, и результат моделирования МКЭ оболочки в программе «Deform 3D» листов сплава ВТ6 при температуре 875 °С

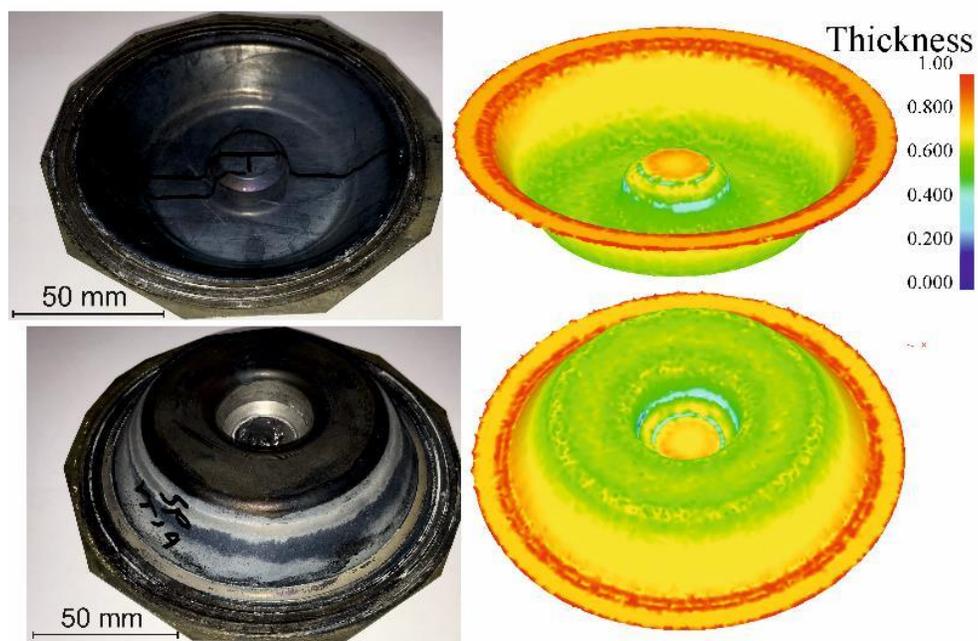


Рисунок 6.7 - Изображения деталей, полученных методом сверхпластической формовки, и результат моделирования МКЭ в программе «Deform 3D» листов СП сплава ВТ14 при температуре 875 °С



Рисунок 6.8 - Изображения деталей, полученных методом сверхпластической формовки, и результат моделирования МКЭ в программе «Deform 3D» листов СТ сплава ВТ14- при температуре 875 °С

С целью проверки адекватности имитационного моделирования для сплава ВТ6 при 825 °С и 875 °С прогнозируемые значения конечной толщины моделируемой детали в контрольных точках сравнивали с измеренными значениями толщины полученных деталей после СПФ в тех же точках (рисунок 6.9). Видно, что значения толщины, полученные при помощи моделирования, находится в хорошем соответствии с толщиной детали после сверхпластической формовки при обеих температурах: средняя разница между значениями составила 8 % (максимальная не превысила 15 %). Результаты, полученные МКЭ, подтверждают возможность использования данных, полученных при постоянных скоростях деформации результатам испытаний на одноосное растяжение для моделирования процесса сверхпластической формовки из листов исследуемых сплавов. Стоит также отметить, что толщина в критической области в случае формовки при 825 °С была меньше на 20 %, чем в случае формовки при 875 °С (режим формовки на рисунке 6.1). Т.е. повышенная температура 875 °С обеспечила лучшее распределение толщины, несмотря на более стабильное зерно и большие относительные удлинения по результатам одноосного растяжения при 825 °С.

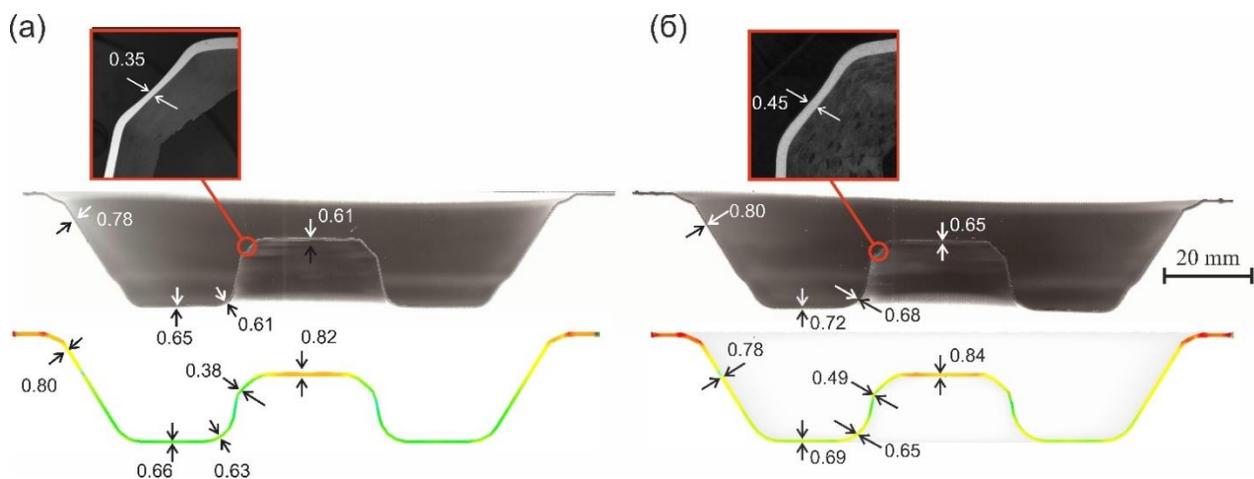


Рисунок 6.9 - Сравнение распределения толщины по сечению после СПФ детали из листов сплава ВТ6 с распределением толщины, полученным в результате моделирования МКЭ при температурах 825 °С (а) и 875 °С (б) со скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

На рисунке 6.10 показаны распределение толщины по сечению отформованных деталей и распределение толщины, полученное по результатам моделирования МКЭ для листов СП и СТ сплава ВТ14. Как видно из анализа распределения толщин, полученные в результате моделирования значения достаточно хорошо соответствуют значениям, полученным после СПФ формовки для обоих листов, т.е. с помощью метода конечных элементов можно достаточно точно прогнозировать распределение толщины во время процесса сверхпластической формовки. Стоит отметить, что из-за неоднородного распределения скорости деформации по сечению заготовки в процессе формовки, по сечению детали появляется разнотолщинность. При этом, критические точки Р5 и Р6 имеют наименьшую толщину в результате наибольшей скорости, а как следствие, и больших степеней деформации в этих точках. Для ВТ14-СП толщина в критической области изменяется от 0,49 мкм до 0,35 мкм, что соответствует деформации 0,8 и 1,05, соответственно. В случае детали из листов ВТ14-СТ толщина в этих точках (Р5 и Р6) недопустимо низкая, разнотолщинность выше чем у листов ВТ14-СП: толщина варьируется от 0,41 мкм до 0,15 мкм, что соответствует истинной деформации 0,9 и 1,95, соответственно.

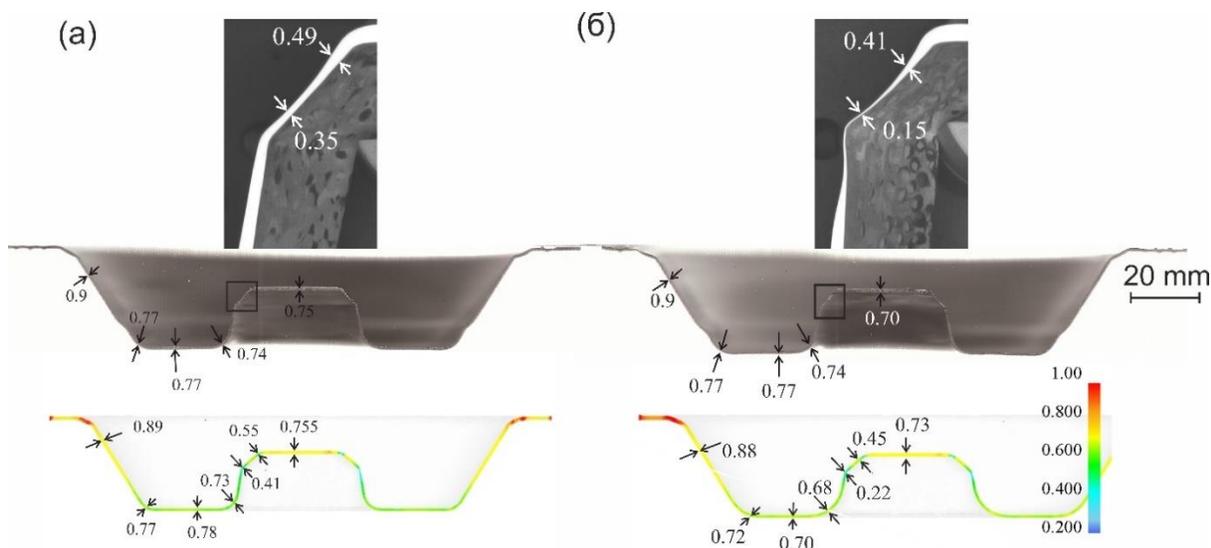


Рисунок 6.10 - Сравнение распределения толщины по сечению после СПФ детали из листов СП (а) и СТ (б) сплава ВТ14 с распределением толщины, полученным в результате моделирования МКЭ при температуре 875 °С со скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Таким образом, использование стандартного подхода с формовкой с оптимальной скоростью деформации, определенной только по результатам механических испытаний с одноосным растяжением при постоянной скорости деформации и использования МКЭ для прогнозирования режима формоизменения, обеспечивает удовлетворительный результат для листов ВТ6 и ВТ14 с доминирующей глобулярной структурой, и неудовлетворительный результат для листов ВТ14 с большой долей пластинчатой структуры. Формовка листов ВТ14 в условиях постоянной скорости приводит к критически большой разнотолщинности, т.е. неоднородности течения. Решение проблемы формовки листов ВТ14 требует анализа микроструктуры после формовки и поиска технических решений для обеспечения получения однородных по толщине деталей.

6.2 Анализ микроструктуры после сверхпластической формовки

Был проведен анализ однородности микроструктуры в разных точках деталей, полученных сверхпластической формовкой из листов исследуемых сплавов. На рисунке 6.11 показана микроструктура после СПФ образца сплава ВТ6 при температуре 825 °С по режиму, представленному на Рисунке 6.1а. Формовка при температуре 825 °С со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ обеспечила изменение истинной степени деформации по сечению от 0,43 до 0,95. Анализ микроструктуры детали после формовки при 825 °С показывает удовлетворительную

равномерность распределения толщины по сечению (Рисунок 6.11а). При этом, толщина листа в критической области наименьшая, т.к. деформация там достигла 0,95. Из полученных изображений видно, что при всех реализованных деформациях в различных частях полученной детали отсутствует остаточная пористость, а микроструктура однородная и мелкозернистая, огрубления в критических точках не наблюдали. Размеры зерен α - и β -фаз составили $(3,0\pm 0,2)$ мкм и $(2,0\pm 0,1)$ мкм, соответственно (рисунок 6.11б-д), что соизмеримо со средними значениями фаз в условиях одноосного растяжения.

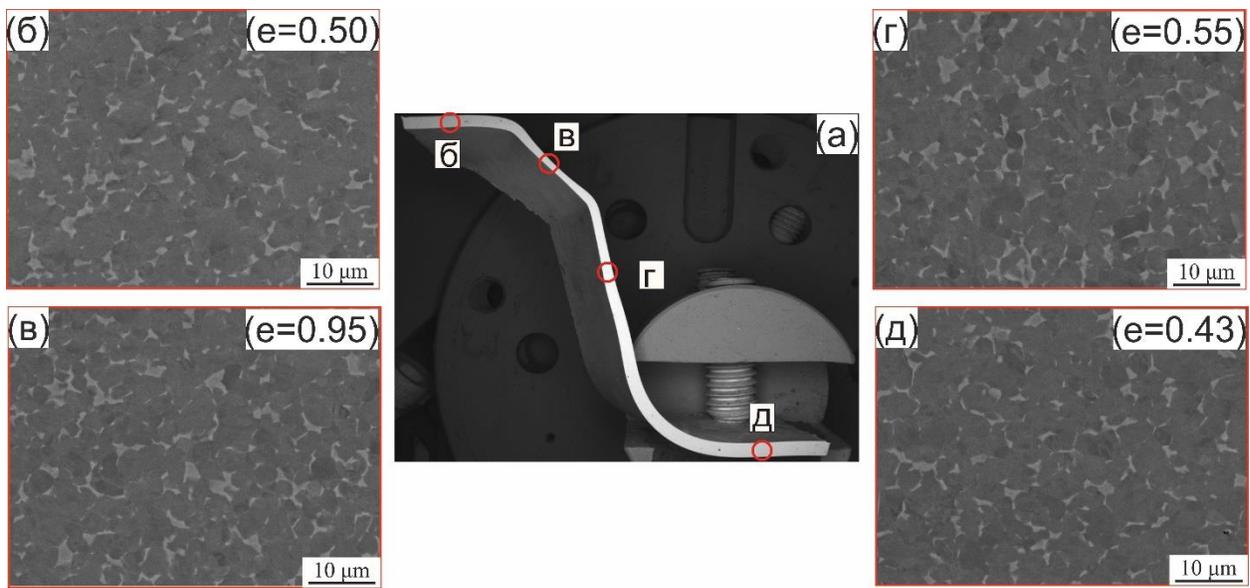


Рисунок 6.11 - Эволюция микроструктуры в процессе СПФ листов сплава ВТ6 при температуре 825 °С по режиму давления, соответствующему скорости деформации $1\times 10^{-3}\text{c}^{-1}$; (а) - изображение сечения детали после СПФ; (б-д) – соответствующие отмеченным на рисунке 6.11а точкам СЭМ изображения микроструктур

На рисунке 6.12 показана микроструктура после СПФ листов сплава ВТ6 при температуре 875 °С по режиму формовки, представленному на Рисунке 6.1б. Анализ сечения детали после формовки также показывает равномерное распределение толщины по размерам. Из анализа микроструктуры после формовки при 875 °С также видно, что микроструктура не содержит остаточных пор и состоит из мелких зерен α и β фаз. Размеры зерен α - и β -фаз составили $(3,4\pm 0,3)$ мкм и $(2,5\pm 0,3)$ мкм соответственно (Рисунок 6.12б), что также соизмеримо со средними значениями размера зерен фаз в условиях одноосного растяжения. Измеренная степень деформации по сечению детали за исключением критической области составила от 0,4 до 0,45 (Рисунок 6,9б). При этом, степени деформации в критической области

отформованной детали достигали значений 0,9. Эта область соответствует точкам P5 и P6, в которых скорость деформации была максимальной. СПФ при температуре 825 °С обеспечивает меньшее количество β -фазы и меньшие размеры α и β зерен, чем СПФ при 875 °С. При этом, сравнивая близкие деформации можно говорить, что размеры структурных составляющих соизмеримы при близких деформациях в условиях одноосного растяжения и близкого к двухосному растяжения.

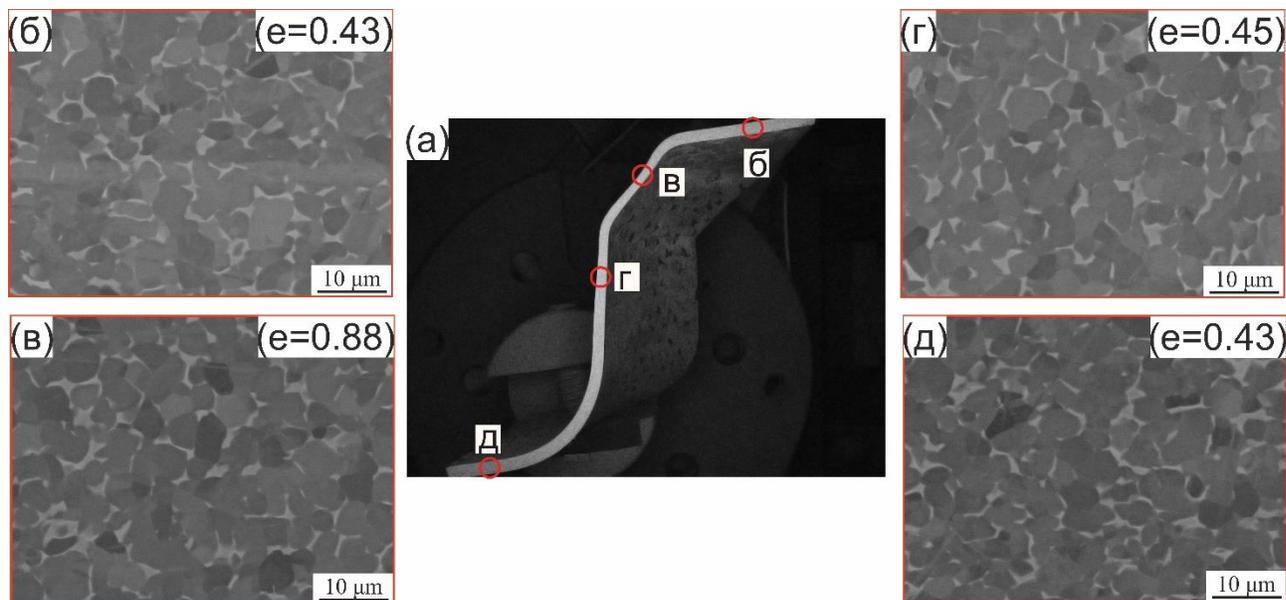


Рисунок 6.12 - Эволюция микроструктуры в процессе СПФ листов сплава ВТ6 при температуре 875 °С по режиму давления, соответствующему скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$; (а) - изображение сечения детали после СПФ; (б-д) – соответствующие отмеченным на рисунке 6.12а точкам СЭМ изображения микроструктур

На рисунке 6.13 показана микроструктура после СПФ листов СП (Рисунок 6.13а-д) и СТ (Рисунок 6.13е-л) сплава ВТ14 при температуре 875 °С. Необходимо отметить, что оба листа в состоянии поставки имеют частично пластинчатую структуру (синие области), показанные на Рисунок 6.13а,д. Пластинчатость в листе СТ в два раза больше, чем в листе СП, и пластинчатые участки сохраняются после степени деформации около 50 % ($e=0,38-0,45$). При этом, с увеличением степени деформации в разных точках поперечного сечения идет динамическая рекристаллизация, что в итоге приводит к уменьшению доли пластинчатых участков (синие области). В критических областях (отмечены на рисунке желтым цветом) из-за повышенных скоростей деформации происходит динамическая

рекристаллизация и последующий динамический рост зерен, т.к. обеспечивается значительно большая деформация, чем в других областях детали (Рисунок 6.13б,в). Из-за большей степени деформации в критических точках происходит рекристаллизация и ожидаемо снижается напряжение течения, в этих местах идет локализация деформации. Эти области, как в листах ВТ14-СП, так и в листах ВТ14-СТ, имели полностью рекристаллизованную структуру с более крупными частицами обеих фаз. При этом, в критической области отформованной детали из листа ВТ14-СТ была достигнута степень деформации - 1,95, а огрубление структуры в аналогичных точках было закономерно большим, чем в ВТ14 СП, как для α -, так и для β -фазы.

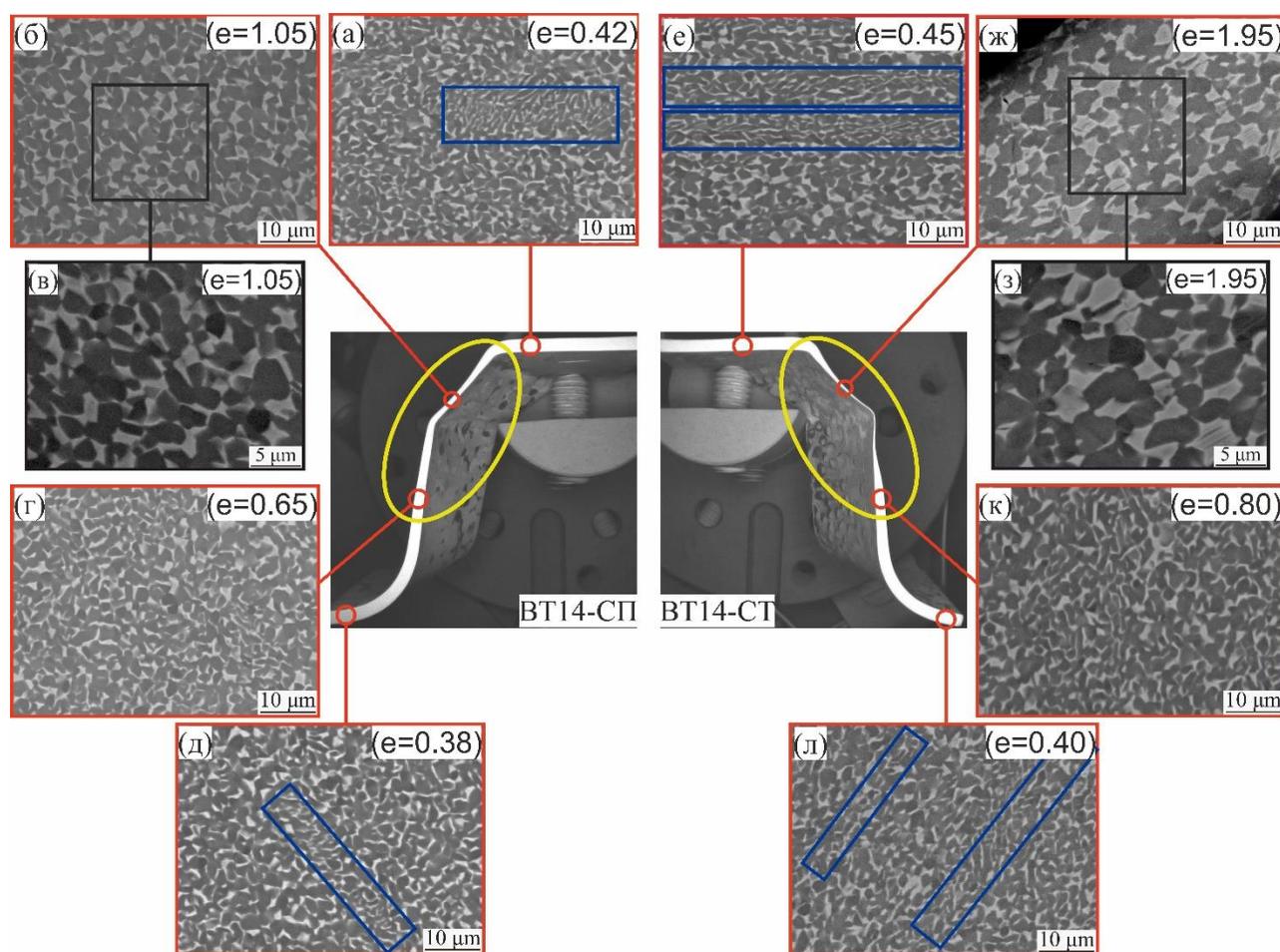


Рисунок 6.13 - СЭМ-изображения микроструктуры вдоль сечения детали после СПФ листов (а-д) ВТ14-СП и (е-л) ВТ14-СТ при температуре 875 °С и скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

6.3 Влияние изменения давления при СПФ на микроструктуру листов ВТ14-СТ с исходной нерекристаллизованной микроструктурой

Как уже отмечалось выше, критической области в процессе сверхпластической деформации будут соответствовать максимальные скорости и степени деформации. При этом, увеличение степени деформации в критической области способствует прохождению динамической рекристаллизации в локальных местах, вследствие чего формируется равноосная рекристаллизованная микроструктура, снижается напряжение в данном критическом месте и идет локализация деформации.

СПФ листов сплава ВТ14-СТ с долей пластинчатой структуры 45 % проводили с использованием постоянных значений давления 0,4 и 0,7 МПа с целью последующего анализа микроструктуры. На рисунке 6.14 представлена микроструктура вдоль сечения детали из листа ВТ14-СТ после формовки при 0,4 МПа и 0,7 МПа.

Использование постоянного давления 0,4 МПа и времени 600 с обеспечило максимальную степень деформации в критической области 1,2, однако в других областях этого давления недостаточно для продолжения процесса формовки и получить деталь заданной геометрии не удастся (Рисунок 6.13а). Увеличение постоянного давления до 0,7 МПа привело к увеличению скорости деформации и напряжений, что позволило получить рекристаллизованную структуру в критической области на более ранней стадии, чем при давлении 0,4 МПа, что в конечном итоге и привело к разрушению листа в процессе формовки (Рисунок 6.14б). Необходимо снижение скорости деформации, т.е. снижение давления газа в этой области.

Неоднородность микроструктуры наблюдали как при большом давлении газа, так и маленьком, при этом, меньшие давления (а значит и меньшие скорости деформации) при близких значениях степени деформации (0,38 и 0,41) привели к формированию более однородной микроструктуры, и доля пластинчатой структуры не превысила 10 %.

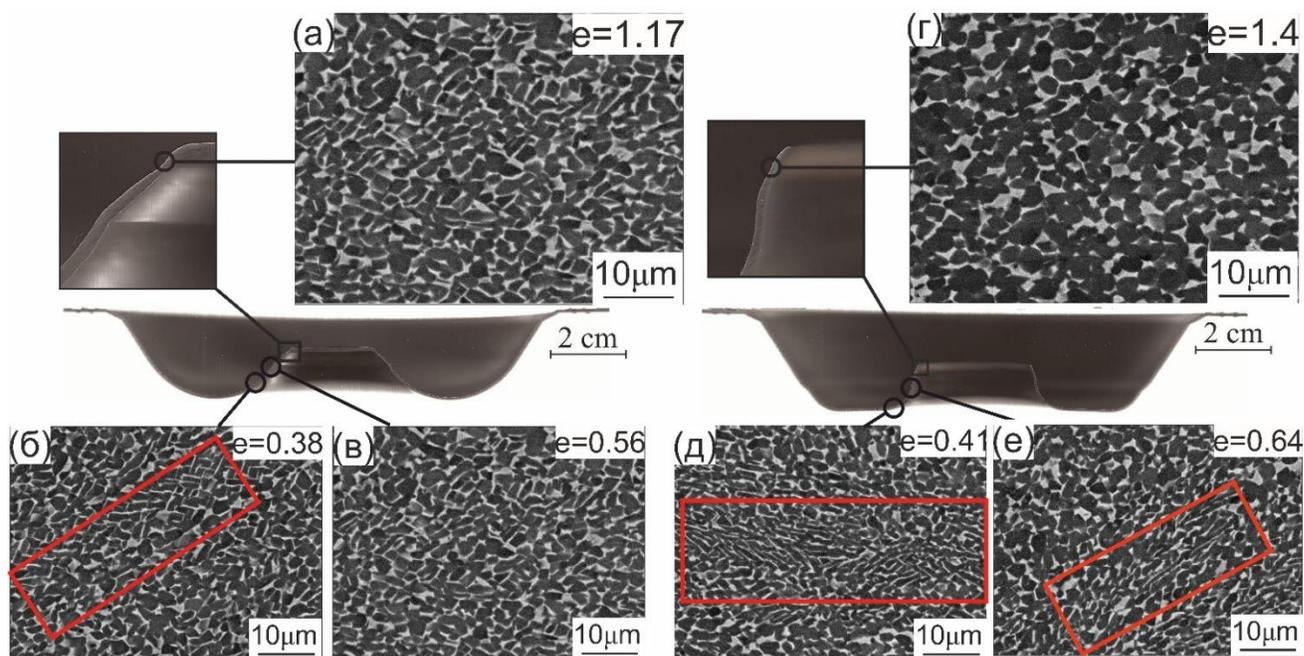


Рисунок 6.14 - СЭМ-изображения микроструктуры вдоль сечения детали после СПФ листов ВТ14-СТ при давлении (а) 0.4МПа (4 атм) и (б) 0.7МПа (7 атм)

6.4 Оптимизация режима СПФ для листов сплава ВТ14-СТ

Как было отмечено в главе 4, сплав ВТ14-СТ имеет до 45 % пластинчатой структуры, которая существенно трансформируется при сверхпластической деформации, приводя к разупрочнению на кривых деформации и к значительной разнотолщинности модельной детали. Проблема уменьшения разнотолщинности была решена путем использования двухстадийного режима СПФ, состоящего из деформации листов с низкой скоростью с целью подготовки микроструктуры, и последующей формовки с оптимальной скоростью деформации.

На рисунке 6.15 показана оптимизированная кривая зависимости давления от времени процесса СПФ. Деформация с низкой скоростью на начальной стадии позволяет получить более однородную практически рекристаллизованную структуру перед началом второй стадии деформации. Для этого рассчитывали кривую давление-время, обеспечивающую поддержание скорости деформации $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ в формуемом материале до момента его касания поверхности цилиндра, расположенного в центре осесимметричной матрицы (рисунок 6.15). Данная скорость была выбрана, так как разупрочнения на кривой деформации при $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и $875 \text{ }^\circ\text{C}$ практически не выявлено, т.е. микроструктура должна формироваться при небольших степенях деформации. При этом деформация на первой стадии формовки составляет 25 % до

касания матрицы. Второй этап формовки заключался в увеличении давления для обеспечения оптимальной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$.

На рисунке 6.16 представлена исходная микроструктура листов сплава VT14-СТ перед СПФ при $875 \text{ }^\circ\text{C}$ (рисунок 6.16а), а также микроструктура после первой стадии формовки при скорости $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ (рисунок 6.16б). Из анализа изображений видно, что после формовки с низкой скоростью микроструктура становится более однородной за счет снижения доли пластинчатых участков. При этом отметим, что предварительная деформация не существенно поменяла напряжение течения на второй стадии деформации. Можно отметить только слабое повышение коэффициента деформационного упрочнения (приближение его к нулю) на установившейся стадии на кривой полученной по двухступенчатому режиму (черная кривая на рисунке 6.16), что подтверждает большую однородность микроструктуры в случае двухступенчатой деформации при равных суммарных степенях деформации образца.

На рисунке 6.15б представлены рассчитанные МКЭ зависимости скорости деформации от времени формовки в разных точках формуемой детали. Согласно полученным данным, скорость деформации в первом этапе формовки в среднем составила $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$, а на втором этапе $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$.

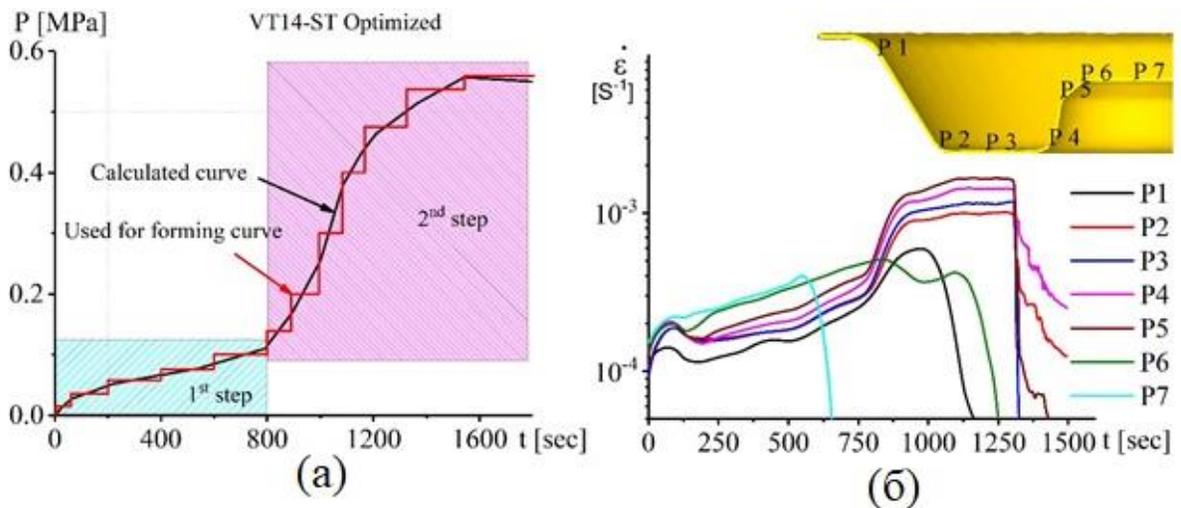


Рисунок 6.15 - (а) Оптимизированный режим СПФ и (б) рассчитанные МКЭ зависимости скорости деформации от времени формовки при $875 \text{ }^\circ\text{C}$ в разных точках сечения формуемой детали из листов сплава VT14-СТ, полученной по оптимизированному режиму

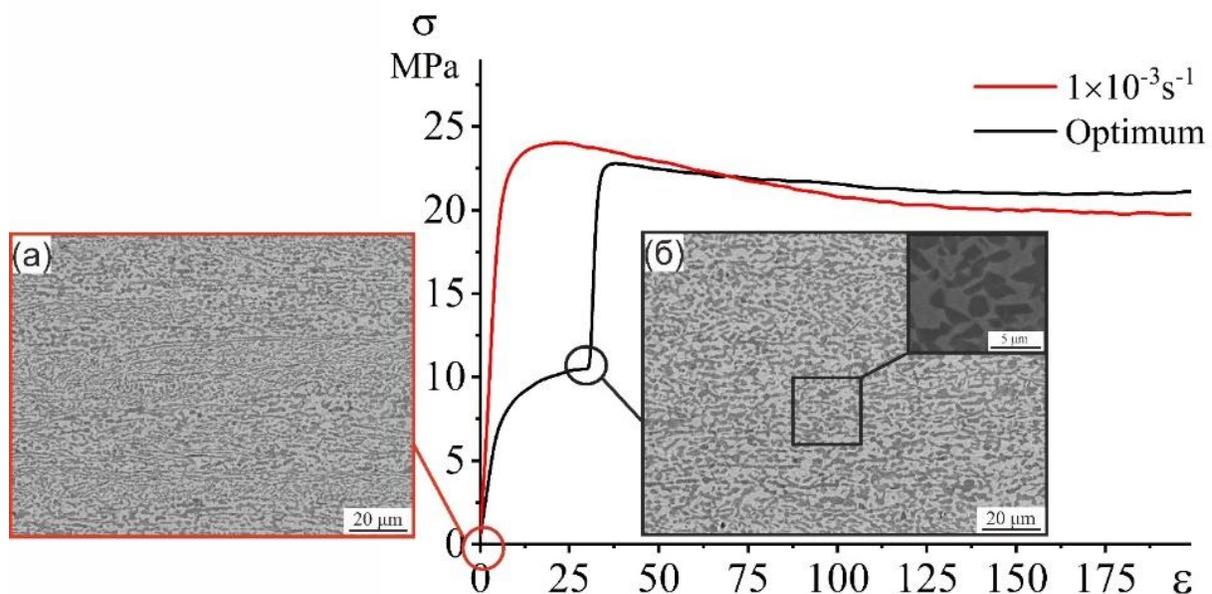


Рисунок 6.16 - (а) Исходная микроструктура после 30 минут отжига при 875 °С перед СПФ и (б) микроструктура после 25 % деформации при $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$

После СПФ листов сплава ВТ14-СТ по оптимизированному режиму визуально проверяли качество полученной детали. Деталь точно повторяет гравюру матрицы и не обнаруживает видимых дефектов или несплошностей (рисунок 6.17).



Рисунок 6.17 - Изображения деталей, полученных методом сверхпластической формовки по оптимизированному режиму из листов сплава ВТ14-СТ

На рисунке 6.18 показано распределение толщины по сечению отформованных деталей в сравнении с результатами моделирования МКЭ формовки листов сплава ВТ14-СТ с использованием оптимизированного режима. Рассчитанное МКЭ распределение толщины детали хорошо согласуется с распределением толщины детали после СПФ: средняя разница

значений составила около 9 %, а максимальная не превысила 20 %. При этом, толщина в критической области отформованной детали варьируется от 0,50 до 0,36 мм, что соответствует истинной деформации 0,7 и 1,0. Следовательно, сверхпластическая формовка листов сплава ВТ14-СТ с использованием оптимизированного режима демонстрирует более равномерное распределение толщины в полученной детали, чем при использовании обычного режима формовки с постоянной скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

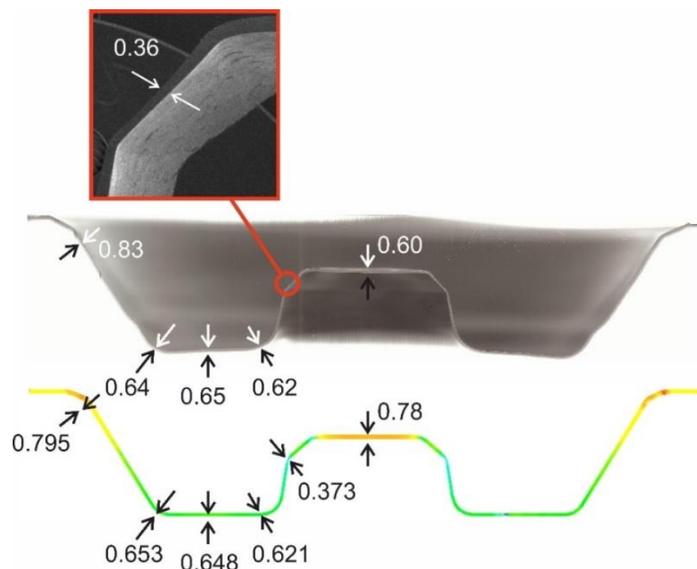


Рисунок 6.18 - Сравнение распределения толщины по сечению после СПФ детали из листов сплава ВТ14-СТ с распределением толщины, полученным в результате моделирования МКЭ при температуре 875 °С по оптимизированному режиму СПФ

На Рисунке 6.19 представлены увеличенное изображение поперечного сечения модельной детали из сплава ВТ14-СТ, а также изображения микроструктур в разных точках после формовки по оптимизированному режиму. Как было отмечено раньше, первый этап СПФ с низкой скоростью деформации способствует прохождению процессов глобуляризации/рекристаллизации микроструктуры, и уменьшению доли пластинчатой структуры в результате чего происходит формирование более однородной структуры в образцах (Рисунок 6.19б-е) при деформации $\epsilon = 0,43 - 1,02$.

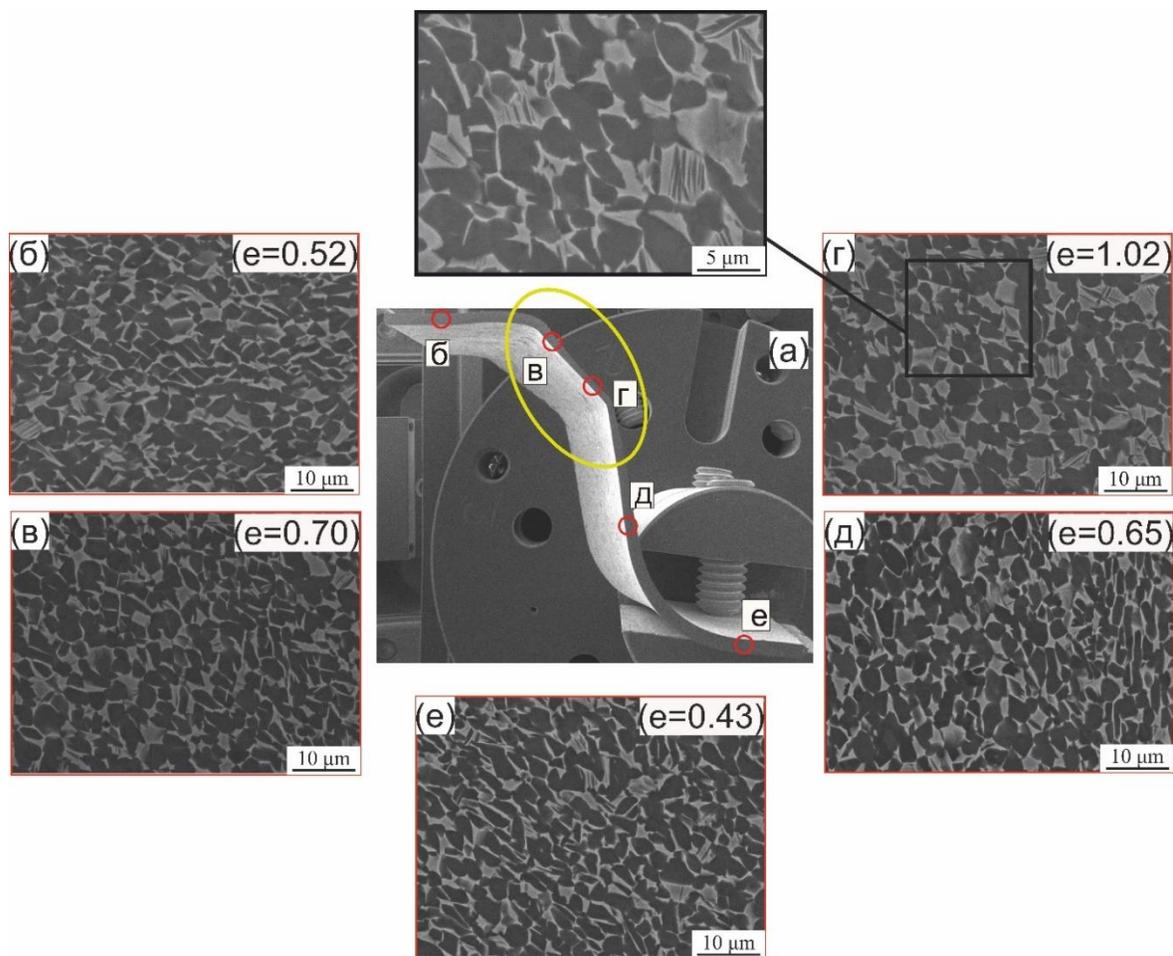


Рисунок 6.19. СЭМ-изображения микроструктуры после СПФ листов сплава ВТ14-СТ при температуре 825 °С по оптимизированному режиму давления; (а) изображение сечения детали после СПФ; (б-е) – соответствующие отмеченным на рисунке 6.19а точкам СЭМ изображения микроструктуры

На Рисунке 6.20 представлено сравнение изображений микроструктуры в критических областях в полученных деталях из листов сплава ВТ14-СТ с использованием оптимизированного двухстадийного (Рисунок 6.20а) и одностадийного (Рисунок 6.20б) режимов СПФ. Видно, что после формовки по оптимизированному режиму в области, сформированной при пониженной скорости деформации микроструктура более однородная, что в конечном итоге привело к более равномерному распределению толщины в критической области, и при этом, из-за меньшей степени деформации микроструктура в критической области меньше огрубляется. И наоборот, при формовке по обычному режиму с большей скоростью деформации на начальном этапе, в той же области структура остается

преимущественно некристаллизованной, что приводит к неравномерному распределению толщины в критической области отформованной детали.

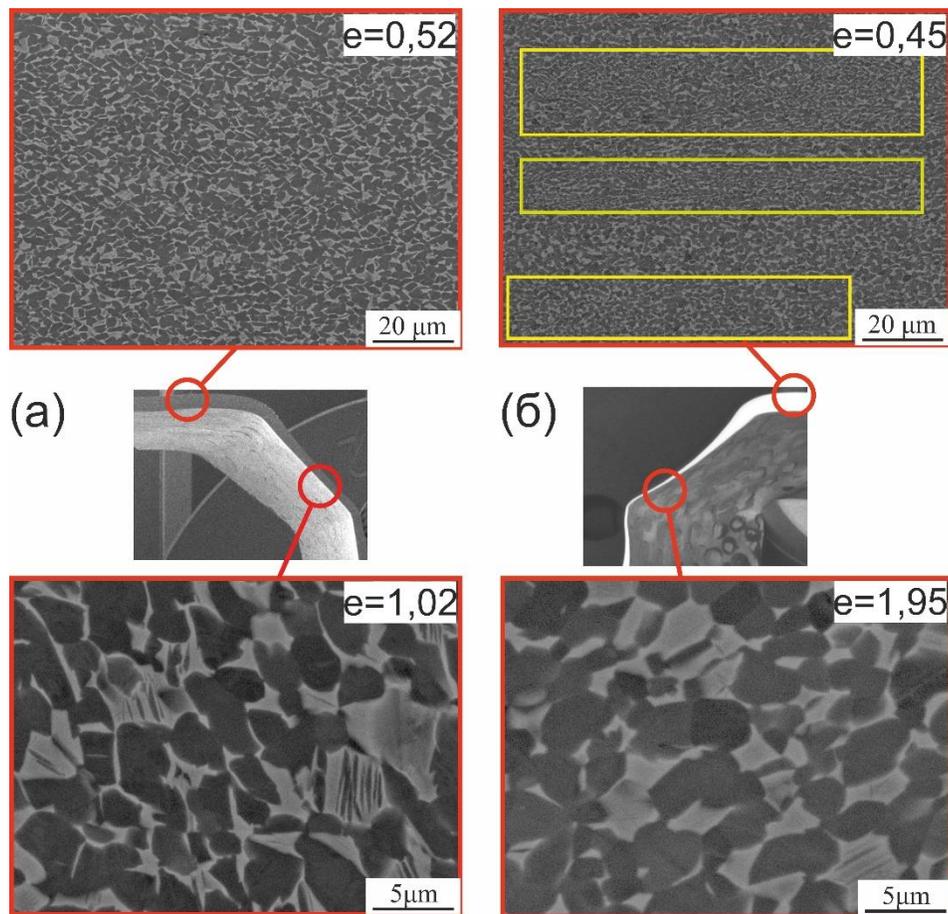


Рисунок 6.20 - СЭМ-изображения микроструктур в критических областях в полученных деталях из листов сплава BT14-CT с использованием оптимизированного (а) и обычного (б) режимов СПФ

Выводы по главе 6

1. Сверхпластической формовкой из листов сплава ВТ6 и ВТ14 при температурах 825 /875 °С со средней скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ по режиму, определенному при помощи имитационного моделирования методом конечных элементов были успешно получены осесимметричные модельные детали, предсказанное и реальное распределение толщин по сечению которых в среднем отличалось на 8-10 %.

2. Показано, что при сверхпластической формовке по полученному режиму для сплава ВТ6 температура формовки 875 °С обеспечила несколько более однородную деформацию по сечению детали, чем 825 °С, с разбросом деформации 0,43-0,88 и 0,43-0,95, соответственно.

3. Показано, что листы сплава ВТ14 с исходной долей пластинчатой структуры 45 % в процессе сверхпластической формовки демонстрируют значительный разброс по толщине деталей, деформация в критических областях достигает значений 1,95 приводит к существенному огрублению структуры, в то время как в листах с долей пластинчатой структуры 22 % разброс деформаций по сечению модельной детали меньше, а максимальная деформация составила 1,05, а огрубление структуры в критических областях менее выражено.

4. Использование для листов сплава ВТ14 с исходной долей пластинчатой структуры 45% двухстадийного режима формовки при температуре 875°С, включающего 25 % деформации на первой стадии с низкой скоростью $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и формовкой на второй стадии до полного воспроизведения детали гравюры матрицы при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, обеспечивает формирование однородной микроструктуры и уменьшение разнотолщинности по сечению модельной детали, уменьшая степень деформации в критических точках до 1,0.

Глава 7.

Исследование влияния добавок Fe и В на микроструктуру и показатели сверхпластичности сплава VT14

Исследуемые сплавы демонстрировали сверхпластичное состояние в достаточно широком интервале температур и скоростей деформации, однако необходимая температура всегда превышала 800 °С, что требует стойкой оснастки для формовки и вызывает интенсивное окисление поверхности изделий. Одна из задач данной работы заключалась в поиске решений, приводящих к снижению температуры формовки. В литературе отмечено, что показатели сверхпластичности улучшаются несколькими способами, первый и основной, формирование микрозеренной или, в случае двухфазных титановых сплавов, микродуплексной структуры, что возможно благодаря оптимизации термомеханической обработки. Эффективнее с точки зрения измельчения зеренной структуры использование методов интенсивной пластической деформации, которые формируют субмикроструктурную и даже наноразмерную структуры, однако данные методы дорогостоящие и труднореализуемые в промышленности и не всегда подходят для габаритных изделий. Помимо измельчения зерна, улучшение показателей сверхпластичности может быть достигнуто благодаря изменению химического состава сплавов, путем легирования, которое приведет к ускорению диффузии, например, такими элементами как Fe, Ni, Co и др. [209]. Содержание эвтектоидообразующих β -стабилизаторов не должно превышать 3 %, иначе сплав потеряет пластичность из-за появления большой объемной доли интерметаллидов [209], обычно концентрации данных элементов варьируются от 0,5 до 2 % [107,109]. Легирование железом было опробовано авторами [78,210], и показало достаточно высокую эффективность улучшения показателей сверхпластичности. Для формирования более мелкозернистой структуры добавляют В, обычно в количестве 0,1 %. Сегрегации бора сдерживают рост зерен, борид титана измельчает зерно при кристаллизации [99]. В данной работе сплав VT14, который имел наиболее мелкозернистую структуру и наибольшие удлинения среди прочих исследованных, модифицировали добавками Fe и В с целью анализа их влияния на микроструктуру и показатели сверхпластичности и получения сверхпластичного состояния при пониженных температурах.

Исследуемый сплав Ti-4,1Al-3,1Mo-1,1V-1,8Fe-0,1B был получен в лабораторных условиях. Для приготовления использовали титан (99,99 масс.%), алюминий, ванадий,

молибден, железо (чистотой 99.95 масс.%) и бор, которые были смешаны и переплавлены 5 раз с помощью аргонодуговой печи (Autocast 230; Dentaurum, Ispringen, Germany) для обеспечения гомогенного состава по сечению слитка. Для определения температур фазовых превращений и режимов обработки использовали программный пакет «Thermo-Calc» и дифференциальный термический анализ (ДТА). Полученный слиток был подвергнут термомеханической обработке с использованием режима, показанного на рисунке 7.1. Слиток гомогенизировали при температуре 800 °С в течение 60 мин, затем нагревали до 950 °С, т.е. выше температуры β -трансуса, выдерживали в течение 30 мин и закаливали в воду для формирования тонкой мартенситной структуры в теле β -зерен. Полученный образец после этого подвергали горячей прокатке при температуре (750 ± 10) °С, в области $(\alpha + \beta)$, с толщины 10 мм до 1 мм в несколько проходов с подогревом образца в печи до заданной температуры при каждом проходе. Рентгенофазовый анализ проводили на дифрактометре «Bruker D8 Advance» с использованием монохроматического излучения $\text{CuK}\alpha$, на образцах после 30 минут отжига при температурах от 625 °С до 900 °С также анализировали микроструктуру в СЭМ. Объемная доля и размер зерна каждой фазы после 30-минутного отжига определяли по результатам количественного анализа микроструктуры. Было проведено сравнение между измеренной объемной долей α - и β -фаз и определенной при помощи «Thermo-Calc» с использованием базы данных TTTi3.

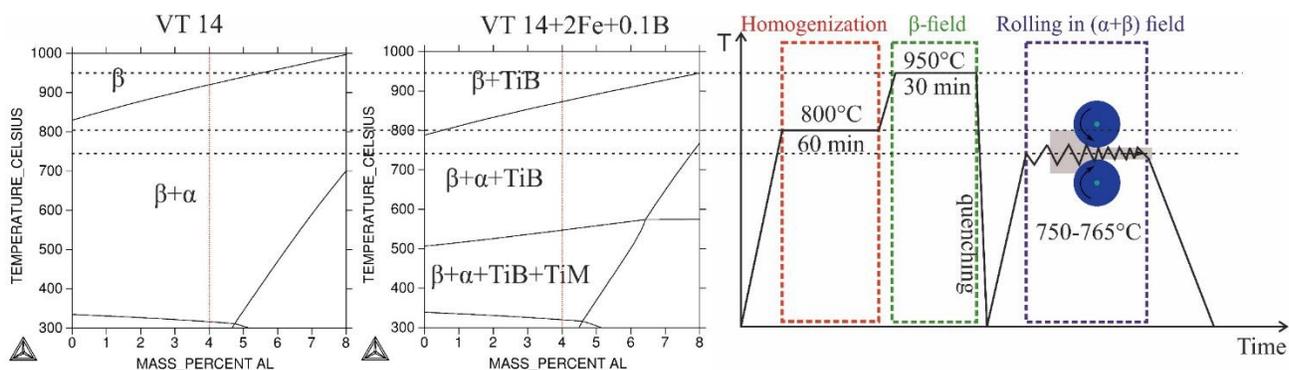


Рисунок 7.1 - Схема термомеханической обработке получения листов

На рисунке 7.2 показан политермический разрез фазовой диаграммы для анализа фазового состава сплава, построенный с помощью программного продукта «Thermo-Calc». Температура β -трансуса, полученная по данным термодинамических расчетов, составила 875 °С (рисунок 7.2а), а по данным ДТА около 890 °С (рисунок 7.2б). На рисунке 7.2в показана микроструктура полученных листов после прокатки. В прокатанном образце α -фаза

занимает (65 ± 3) % от объема, а β -фаза – (35 ± 2) %. Размер частиц α и β фаз составлял $(0,8 \pm 0,1)$ мкм и $(0,9 \pm 0,1)$ мкм, соответственно, что можно считать ультрамелкозернистой структурой. Микроструктурный и рентгеноструктурный анализ, рисунок 7.2г, подтвердили присутствие в сплаве α и β -фаз, и фазы TiB, которая должна была формироваться согласно «Thermo-calc». Объемная доля этой фазы $(0,5 \pm 0,1)$ %. Зон, обогащённых железом по результатам СЭМ-ЭДА, не обнаружили, а фазы TiFe не выявили рентгеновским методом, возможно, по причине ее малой объемной доли.

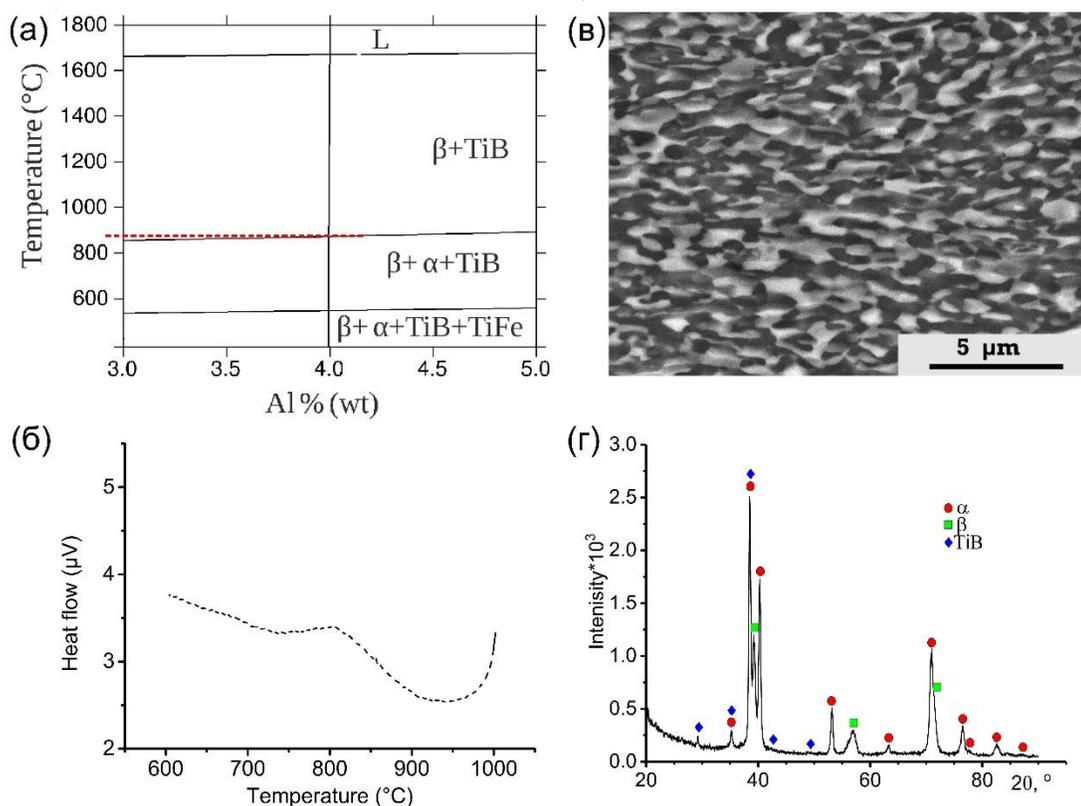


Рисунок 7.2 - (а) Политермическое сечение фазовой диаграммы сплава Ti-4Al-3Mo-1V-2Fe-0.1B по данным Thermo-Calc (база данных TTTi3) (б) ДТА-анализ, (в) микроструктура после прокатки и (г) рентгеноструктурный анализ после прокатки

На рисунке 7.3 показана микроструктура после 30 мин отжига в интервале температур 625-900 °C. При температурах 625 °C и 675 °C (Рисунок 7.3а и б) зерна вытянуты в направлении прокатки, т.е. структура в основном пластинчатая с отдельными участками более округлых зерен β фазы. После отжига при 725 °C, Рисунок 7.3в, зерна начинают приобретать преимущественно глобулярную форму, но частично сохраняются пластинчатые участки нерекристаллизованных зерен. При температуре 775 °C структура состоит из равноосных

зерен (Рисунок 7.3г). При 825 °С и выше, Рисунок 7.3е-к, β-зерна растут и доля β- фазы увеличивается существенно до 95 % при температуре 900 °С (Рисунок 7.3а-к).

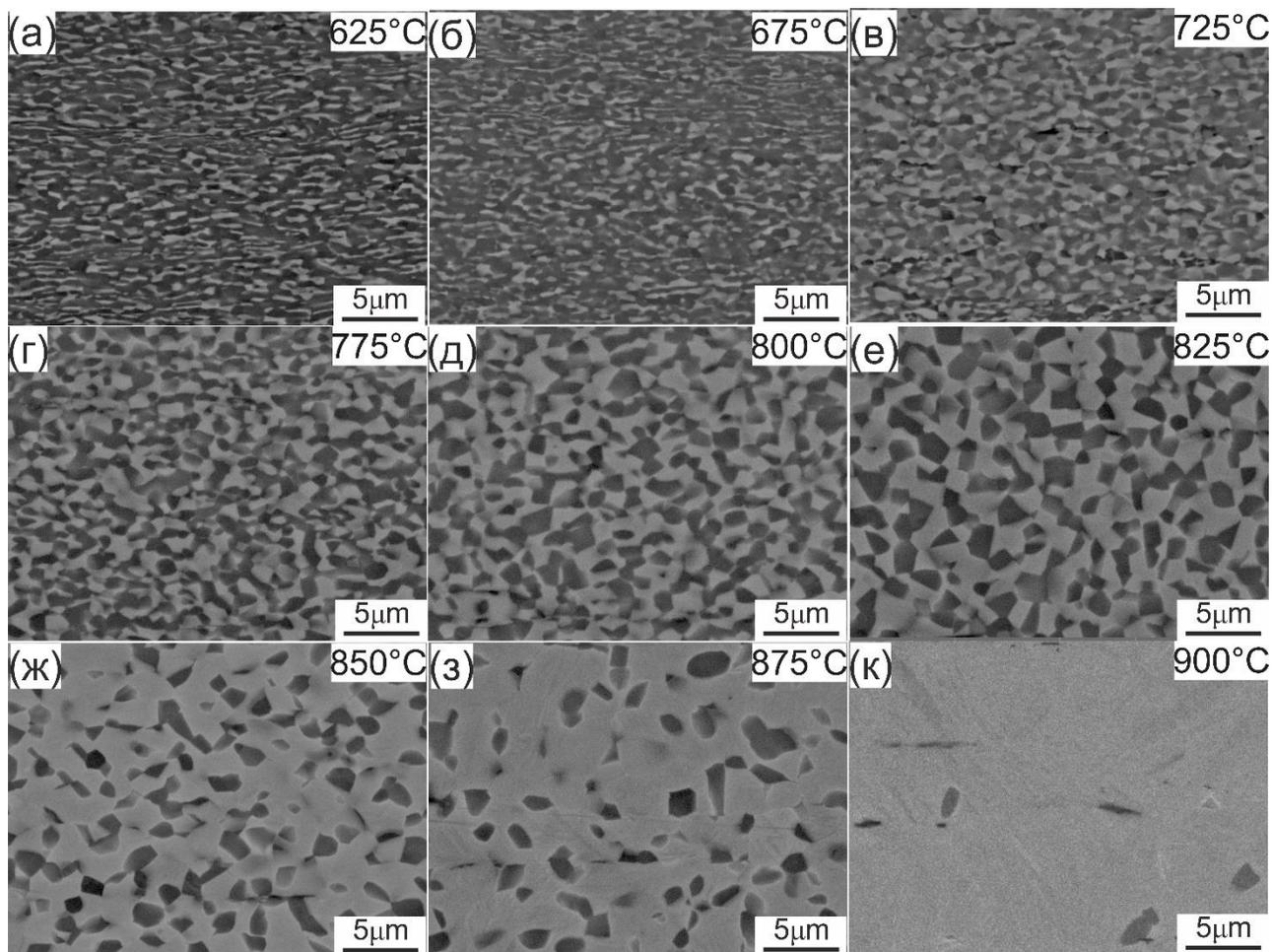


Рисунок 7.3 - Микроструктура после 30 мин отжига при (а) 625 °С, (б) 675 °С, (в) 725 °С, (г) 775 °С, (д) 800 °С, (е) 825 °С, (ж) 850 °С, (з) 875 °С и (к) 900 °С

На Рисунке 7.4 показана зависимость объемной доли и размера зерна α- и β-фаз от температуры отжига. Экспериментальные значения близки к теоретическим значениям, определенным с помощью «Thermo-Calc», для низких температур, а при температурах выше 775 °С мы можем видеть разницу около 5 %, объясненную Alabort et al. [209] присутствием в атмосфере печи таких элементов, как O, C или N, при повышенных температурах. Мы также можем отметить, что α /β = 50/50% находится в интервале 775-800 °С, это соотношение фаз обеспечивало наилучшие показатели сверхпластичности для базового сплава, у которого температура α /β = 50/50% близка к 875 °С. Таким образом, присутствие Fe и В снизило температуру β-трансуса и температуру α / β = 50/50% практически на 100 °С. Зерна α и β

близки по размерам и форме (Рисунок 7.4б). Рост зерен наблюдали при температуре 775 °С и выше, то есть повышать температуру сверхпластической деформации выше 775 °С нецелесообразно с точки зрения стабильности зеренной структуры, так как это приведет к увеличению доли β -фазы и динамическому росту зерен.

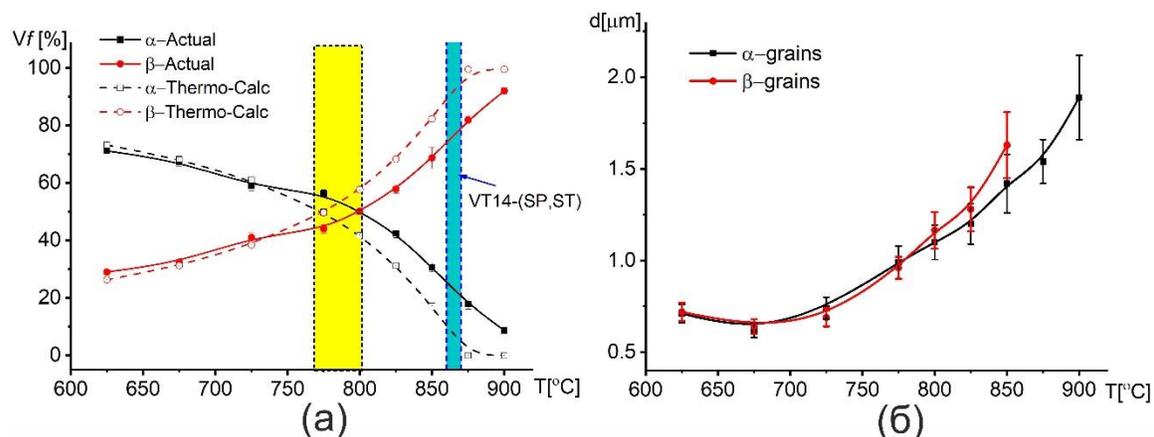


Рисунок 7.4 - (а) объемная доля и (б) размер зерен α и β фазы после 30 мин отжига при различных температурах

Таким образом, показатели сверхпластичности определяли при температурах 625-775 °С. На рисунке 7.5а показана зависимость показателя скоростной чувствительности (m) от скорости деформации при различных температурах, полученная по результатам анализа зависимости напряжения от скорости деформации при пошаговом снижении скорости деформации. Максимальные значения m около 0,5 достигнуты при исследованных температурах 675-775 °С и скоростях деформации 5×10^{-4} - $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Модельный сплав демонстрирует в низкотемпературной области значительно более высокие показатели скоростной чувствительности, чем сплав VT14 в интервале скоростей деформации пригодных для СПФ, что может быть обусловлено формированием более мелкого зерна, снижением температуры β - трансуса и ускорением диффузии в присутствии Fe и В.

На рисунке 7.5б показаны кривые напряжение-деформация полученные при постоянных скоростях деформации. Увеличение температуры деформации закономерно приводит к уменьшению значения напряжения течения, при 675 °С максимальное напряжение составило 72 МПа, в то время как при 775 °С - 21 МПа на начальной стадии, и не превысило 30 МПа перед разрушением. При 775 °С за счет увеличения скорости деформации с $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ до $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ напряжение увеличилось в 2 раза. По сравнению со стандартным VT14 при 775 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ (Рисунок 7.5б), сплав с железом и бором показывает более чем в два раза меньшее

напряжение и большее удлинение до разрушения, достигающее 1000 %. Кроме того, при данной температуре в модифицированном сплаве наблюдается более устойчивое течение, чем в листах СП и СТ сплава VT14, до 200 % сверхпластической деформации деформационного упрочнения/разупрочнения не наблюдается.

При уменьшении температуры деформации на кривых наблюдается разупрочнение, которое можно объяснить действием динамической рекристаллизации, трансформирующей структуру из пластинчатой в глобулярную, так как при этих температурах частично пластинчатая структура сохранялась перед началом деформации. После деформации около 200 % ($\epsilon=1,1$) наблюдается деформационное упрочнение (при 725 °C коэффициент $n=0,07$, при 775 °C $n=0,3$), вероятно, вызванное динамическим ростом зерна, ускоряющимся с повышением температуры деформации. Для 775 °C и большей скорости $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ зерна, вероятно, не успевают вырасти и рост напряжений менее выражен ($n=0,08$).

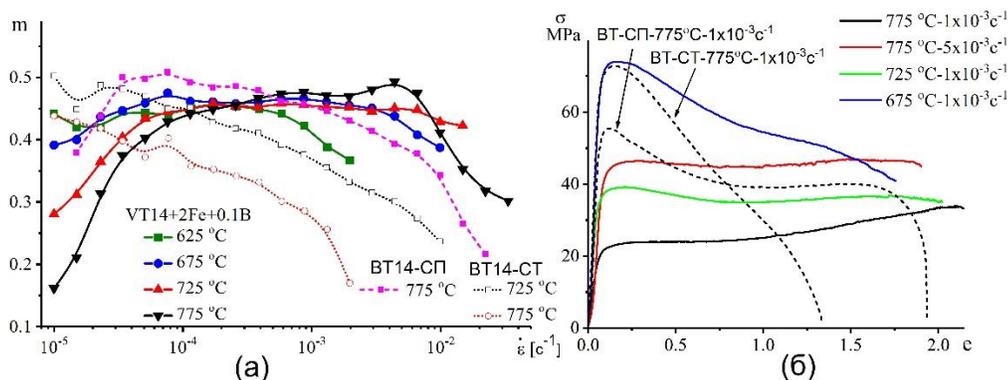


Рисунок 7.5 - (а) Зависимость m -коэффициента от скорости деформации полученная анализом зависимости напряжения от скорости по результатам пошагового снижения скорости деформации и (б) кривые напряжение-деформация полученные при постоянной скорости деформации для Ti-4,1Al-3,1Mo-1,2V-1,8Fe-0,1B и VT14-(СП-СТ) (указаны в легенде)

На Рисунке 7.6 показана микроструктура деформированных образцов при температуре 775 °C и скорости деформации 1×10^{-3} и $5 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$.

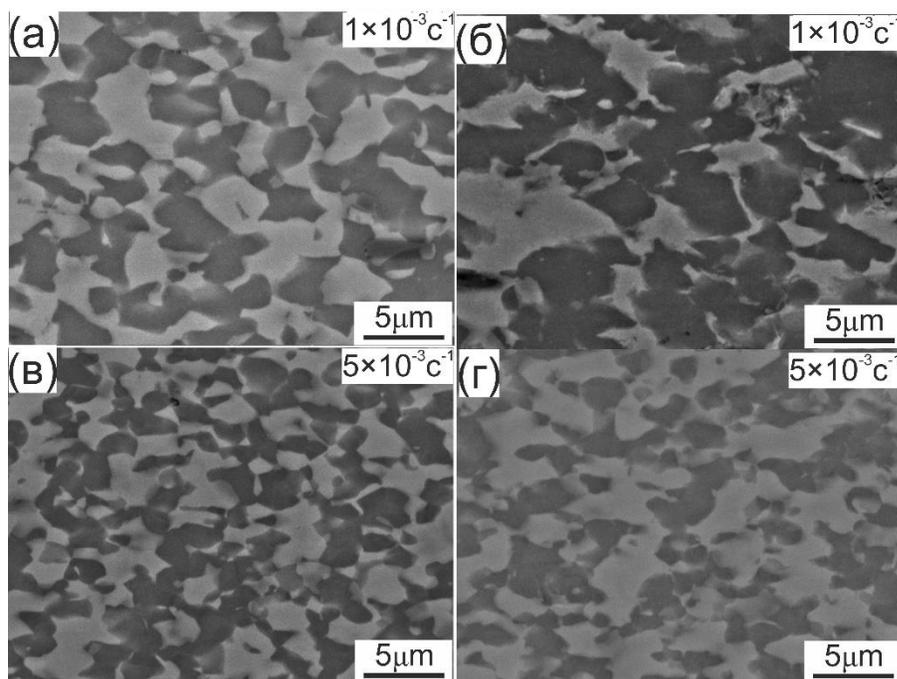


Рисунок 7.6 Микроструктура сплава Ti-4,1Al-3,1Mo-1,2V-1,8Fe-0,1V после деформации до 800 % (а), 500 % (в) и 620 % (г) и 1000 % (б) при 775 °С и $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ (а,б), $5 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ (в,г)

С увеличением степени деформации происходит динамическая рекристаллизация и рост зерен при $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ и степени деформации 1000 %, размер зерна составил $(3,2 \pm 0,2)$ мкм для 775 °С (Рисунок 7.6а,б), что более чем в два раза превышает размер зерна после 30 мин отжига при 775 °С. Для 775 °С и $5 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$ средний размер зерна составил $(2,1 \pm 0,2)$ мкм после степени деформации 620 % (Рисунок 7.6в,г).

β -Зерна при деформации приобретают неправильную форму, существенно разветвляясь, образуя тонкие отростки. Известно [130,211], что дислокации подвижнее в ОЦК β -фазе, и могут создавать субструктуру на тройных стыках зерен, которым труднее всего приспособиться при ЗГС к новому положению зерен. В тройных стыках в других сверхпластичных материалах появляются поры, но в титановых сплавах этого не наблюдается. В образцах с Fe и V, можно наблюдать разветвление межфазных границ с формированием отростков от β -зерен в область α -зерен. Такой эффект был отмечен ПЭМ исследованиями деформированных при 875 °С образцов VT14 и остальных исследованных сплавов в главе 4. Отростки могут эффективно заполнять формирующиеся из-за ЗГС пустоты в тройных стыках, в результате ускорения там диффузии по стенкам из дислокаций и границам субзерен, создавая новые межфазные границы и обеспечивая эффективную

аккомодацию зернограничного скольжения по механизму диффузионного массопереноса, и как следствие отсутствие пористости.

Таким образом, добавление 1,8 % Fe и 0,1 % В в Ti-4Al-3Mo-1V снизило температуру β трансуса с 920 °С до \approx 900 °С, а температура обеспечивающая $\alpha/\beta=50/50\%$ и по сути оптимальные показатели сверхпластичности снизилась с 875 до 775 °С, т.е. на 100 °С. Согласно [99,212], В и Fe должны стабилизировать размер зерна и ускорять процесс рекристаллизации, трансформацию в глобулярную структуру, что подтверждают результаты данной работы. Сравнивая форму кривых модифицированного и стандартного сплавов на рисунке 7.5, можно отметить отсутствие или слабое разупрочнение на начальной стадии деформации, и устойчивое течение до значительных деформаций в модифицированном сплаве, тогда как при одинаковых температурно-скоростных условиях в стандартном сплаве разупрочнение начинается при небольших деформациях и наблюдается до разрушения. При этом, В и Fe обеспечили снижение величины напряжения течения более чем в два раза при одинаковых условиях испытаний, что также подтверждает формирование в исходном состоянии более мелкозернистой и однородной структуры.

Выводы по главе 7

1. Показано, что сплав Ti-4,1Al-3,1Mo-1,2V-1,8Fe-0,1В после термомеханической обработки включающей закалку из β -области с последующей изотермической горячей прокаткой в двухфазной области имеет микроструктуру состоящую из зерен α и β фаз средним продольным размером около 0,8 мкм и объемной долей β фазы 35 %.
2. Сравнение эволюции микроструктуры и показателей сверхпластичности исследуемого сплава со сплавом VT14 стандартного состава показало, что добавление Fe и В приводит к уменьшению среднего размера зерна, уменьшению температуры β -трансуса и снижению температуры сверхпластической деформации более чем на 100 °С при скоростях деформации $(1-5) \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.
3. Оптимальное значение температуры сверхпластической деформации соответствующее соотношению фаз $\alpha/\beta \approx 50/50\%$ составило 775° С для сплава с Fe и В. Данная температура обеспечивает устойчивое течение с относительным удлинением 1000 % при скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и показателе скоростной чувствительности $m=0,47$, при этом размер зерен образца сплава после разрушения

не превысил $3,2 \pm 0,2$ мкм. Относительное удлинение 540 % было получено при той же скорости и пониженной температуре 675 °С, при показателе скоростной чувствительности $m = 0,45$ и размере зерен 2.1 мкм.

4. Анализ микроструктуры сверхпластически деформированных при температуре 775 °С и скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ образцов методом сканирующей электронной микроскопии обнаружил увеличение кривизны межфазных границ из-за появления отростков β -фазы, что указывает на аккомодацию зернограничного скольжения по механизму диффузионного массопереноса.

Основные выводы по работе

1. По результатам испытаний на одноосное растяжение с постоянными скоростями деформации и анализа эволюции микроструктуры исследуемых титановых сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14 при деформации в двухфазной температурной области показано, что:
 - а) максимальное удлинение до разрушения (580-800%) и коэффициент скоростной чувствительности более 0.4 наблюдаются при режимах деформации $825\text{ }^{\circ}\text{C}-1\times 10^{-3}\text{c}^{-1}$, $840\text{ }^{\circ}\text{C}-4\times 10^{-4}\text{c}^{-1}$ и $875\text{ }^{\circ}\text{C}-1\times 10^{-3}\text{c}^{-1}$ для сплавов ВТ6, ОТ4-1, и ВТ14, соответственно, при этом доля β -фазы варьируется от 20 до $\approx 50\%$.
 - б) при сохранении квазиравномерного течения образцов сверхпластическая деформация сопровождается деформационным упрочнением в сплавах ВТ6 и ОТ4-1, обусловленным динамическим ростом зерен и деформационным разупрочнением на начальной стадии деформации в сплаве ВТ14, которое усиливается с увеличением доли исходной пластинчатой структуры понижением температуры или повышением скорости деформации и является следствием процессов динамической рекристаллизации, при этом, максимальные значения удлинения наблюдаются в случае минимального эффекта деформационного упрочнения/разупрочнения.
 - в) скорость динамического роста зерен при оптимальных условиях деформации не превышает 0.1 мкм/мин в сплавах ВТ6 и ОТ4-1, и 0.2 мкм/мин в сплаве ВТ14. При этом скорость динамического роста β -зерен в 2-10 раз превышает скорость их статического роста.
2. Разработаны математические модели связи напряжения течения с параметрами сверхпластической деформации – температурой, скоростью и степенью деформации, имеющие высокую достоверность аппроксимации эмпирических данных с коэффициентом корреляции более 0.95. Перекрестная проверка предложенных моделей показала, что модель связи на основе уравнения Аррениуса и эмпирическая модель, учитывающая микроструктурные параметры демонстрируют лучшую предсказуемость значений напряжения при сверхпластической деформации по сравнению с разработанной искусственной нейронной сетью. Проверка предложенной для сплава ВТ14 эмпирической модели, учитывающей микроструктурные параметры, показала ее достоверность для расчета напряжения течения образцов сплава ВТ14 с отличающимися параметрами микроструктуры при степени деформации до 100%.

3. Установлено, что в сплаве ВТ14 пластинчатые участки структуры сохраняются при нагреве до температуры сверхпластической деформации, а при сверхпластической деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях происходит динамическая рекристаллизация, приводящая к уменьшению доли малоугловых (в 3-6 раз) и увеличению доли высокоугловых границ зерен, формированию равноосных рекристаллизованных зерен, обеспечивая значительные удлинения. Признаки динамической рекристаллизации с уменьшением доли малоугловых и увеличением доли высокоугловых границ зерен (в 1.7-2.7 раза) также обнаружены при сверхпластической деформации в температурно-скоростных условиях соответствующих максимальным относительным удлинениям в сплавах ВТ6 и ОТ4-1.
4. Сверхпластической формовкой листов сплавов ВТ6 и ВТ14 при температурах 825 и 875 °С со скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ по режиму, определенному при помощи имитационного моделирования методом конечных элементов были успешно получены осесимметричные модельные детали, предсказанное и реальное распределение толщин по сечению которых отличалось в среднем менее чем на 10%. При этом, детали из листов с доминирующей перед началом деформации глобулярной микроструктурой демонстрируют более однородную деформацию и меньшую разнотолщинность, чем детали из листов сплава ВТ14 с большой долей пластинчатой структуры.
5. Показано, что использование двухстадийного режима сверхпластической формовки с низкоскоростной первой ступенью повышает однородность микроструктуры, уменьшая долю пластинчатых участков на первой стадии формовки и, как результат, приводит к уменьшению разнотолщинности и повышению однородности микроструктуры по сечению модельной детали из сплава ВТ14.
6. Сравнение эволюции микроструктуры и показателей сверхпластичности модельного сплава Ti-4.1Al-3.1Mo-1.1V-1.8Fe-0.1B со сплавом ВТ14 показало, что добавление Fe и B приводит к формированию ультрамелкозернистой структуры обеих фаз, снижению температуры равенства объемной доли фаз на 100 °С и, как следствие, снижению температуры сверхпластической деформации с 875 до 675-775 °С при достижении относительного удлинения 500-1000% при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и показателе скоростной чувствительности около 0.5.
7. Анализ эволюции микроструктуры поверхности образцов сплава ВТ14 с предварительно нанесенными маркерными сетками, на начальной стадии сверхпластической деформации

($\epsilon=0.1-0.3$) в оптимальных температурно-скоростных условиях показал наличие ступеней и линий сдвига на поверхности зерен обеих фаз, приводящих к размытию линий маркеров, а в теле α -зерен выявлена повышенная плотность дислокаций, что свидетельствует о существенной внутризеренной деформации и доминировании механизма дислокационного скольжения/ ползучести.

8. Анализом эволюции микроструктуры поверхности образцов сплава VT14 с маркерными сетками на установившейся стадии деформации (от 0.69 до 1.12) обнаружены смещения линий сетки на границах зерен, развороты зерен, смена соседей зерен, т.е. признаки зернограничного скольжения, вклад которого в общее удлинение, определённый по смещению линий маркеров и разворотам зерен, превысил 40%, а вклад внутризеренной деформации составил 25%.
9. В образцах исследуемых сплавов после сверхпластической деформации в оптимальных температурно-скоростных условиях обнаружены:
 - а) дислокации и дислокационные стенки в теле α -зерен после деформации в интервале 50 - 400%, что подтверждает дислокационный механизм аккомодации зернограничного скольжения;
 - б) образование отростков β -фазы на границах зерен/субзерен и в теле соседствующих с β фазой α -зерен, при наличии в них стенок из дислокаций, отсутствующих при низкотемпературной деформации или в структуре отожженных образцов, и указывающих на действие механизма диффузионного массопереноса, обеспечивающего дополнительную аккомодацию зернограничного скольжения.

Список использованных источников

1. Zhe, J.; Yuhao, C.; Yianghuai, Q.; Chengjin, S.; Hongwei, L. Effect of deformation of constituent phases on mechanical properties of Ti- 6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si titanium alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2018**, *710*, 200–205.
2. Wanying, L.; Yuanhua, L.; Yuhai, C.; Taihe, S.; Singh, A. Effect of Different Heat Treatments on Microstructure and Mechanical Properties of Ti6Al4V Titanium Alloy. *Rare Met. Mater. Eng.* **2017**, *46*, 634–639.
3. Tan, L.; Yao, Z.; Zhou, W.; Guo, H.; Zhao, Y. Microstructure and properties of electron beam welded joint of Ti-22Al-25Nb/TC11. *Aerosp. Sci. Technol.* **2010**, *14*, 302–306.
4. Li, P.; Huang, S.; Xu, H.; Li, Y.; Hou, X.; Wang, Q.; Fu, W.; Fang, Y. Numerical simulation and experiments of titanium alloy engine blades based on laser shock processing. *Aerosp. Sci. Technol.* **2015**, *40*, 164–170.
5. Il'in, A.A.; Skvortsova, S. V.; Mamonov, A.M.; Karpov, V.N. Production of medical implants from titanium-base materials. *Металлы* **2002**, *3*, 97–104.
6. Elwazri, A.M.; Wanjaraz, P.; Varano, R.; Stewart, G.R.; Yue, S.; Jones, J.J. Microstructure and mechanical properties of ultrafine-grained steel. *Mater. Sci. Technol. Conf. Exhib. MS T'08* **2008**, *3*, 1764–1775.
7. Elias, C.N.; Meyers, M.A.; Valiev, R.Z.; Monteiro, S.N. Ultrafine grained titanium for biomedical applications: An overview of performance. *J. Mater. Res. Technol.* **2013**, *2*, 340–350.
8. Boyer, R.R. An overview on the use of titanium in the aerospace industry. *Mater. Sci. Eng. A* **1996**, *213*, 103–114.
9. Lütjering, G.; Williams, J.C. *Titanium*; 2nd ed.; Springer US: Berlin (Deutschland), 2003; Vol. 2ed editio; ISBN 1073-5623.
10. Moiseyev, V.N. *Titanium Alloys Russian Aircraft and Aerospace Applications*; CRC Press, Ed.; CRC Press, 2005; ISBN 9781420037678.
11. Liu, Y.; Ning, Y.; Yao, Z.; Guo, H. Hot deformation behavior of Ti-6.0Al-7.0Nb biomedical alloy by using processing map. *J. Alloys Compd.* **2014**, *587*, 183–189.
12. Chenwei, L.; Hui, X.; Xiaonan, M.; Pengsheng, Z.; Zhimin, H. High Temperature Deformation of TC18 Titanium Alloy. *Rare Met. Mater. Eng.* **2017**, *46*, 326–332.
13. Shuyu, S.; Weijie, L. Microstructure and Mechanical Properties of TC18 Titanium Alloy. *Rare Met. Mater. Eng.* **2016**, *45*, 1138–1141.
14. Gao, A.; Hang, R.; Bai, L.; Tang, B.; Chu, P.K. Electrochemical surface engineering of titanium-based alloys for biomedical application. *Electrochim. Acta* **2018**, *271*, 699–718.
15. Ning, Y.Q.; Xie, B.C.; Fu, M.W.; Liang, H.Q.; Yao, Z.K.; Guo, H.Z. Microstructure and superplastic deformation for aerospace Ti-alloys associated with α -phase curing behavior. *Aerosp. Sci. Technol.* **2015**, *45*, 416–421.
16. Moiseyev, V.N. *Titanium Alloys: Russian Aircraft and Aerospace Applications*; 2006; ISBN 9781420037678.
17. Nieh, T.G.; Wadsworth, J.; Sherby, O.D. *Superplasticity in metals and ceramics*; Cambridge

University Press, 2014; ISBN 9780874216561.

18. Sieniawski, J.; Motyka, M. Superplasticity in titanium alloys. *J. Achiev. Mater. Manuf. Eng.* **2007**, *24*, 123–130.
19. Franciosi, P.; Berbenni, S. Heterogeneous crystal and poly-crystal plasticity modeling from a transformation field analysis within a regularized Schmid law. *J. Mech. Phys. Solids* **2007**, *55*, 2265–2299.
20. Sommitsch, C.; Sievert, R.; Wlanis, T.; Günther, B.; Wieser, V. Modelling of creep-fatigue in containers during aluminium and copper extrusion. *Comput. Mater. Sci.* **2007**, *39*, 55–64.
21. Dan, W.J.; Zhang, W.G.; Li, S.H.; Lin, Z.Q. A model for strain-induced martensitic transformation of TRIP steel with strain rate. *Comput. Mater. Sci.* **2007**, *40*, 101–107.
22. Haghdadi, N.; Zarei-Hanzaki, A.; Abedi, H.R. The flow behavior modeling of cast A356 aluminum alloy at elevated temperatures considering the effect of strain. *Mater. Sci. Eng. A* **2012**, *535*, 252–257.
23. Marandi, A.; Zarei-Hanzaki, A.; Haghdadi, N.; Eskandari, M. The prediction of hot deformation behavior in Fe-21Mn-2.5Si-1.5Al transformation-twinning induced plasticity steel. *Mater. Sci. Eng. A* **2012**, *554*, 72–78.
24. Zhang, H.; Wen, W.; Cui, H.; Xu, Y. A modified Zerilli-Armstrong model for alloy IC10 over a wide range of temperatures and strain rates. *Mater. Sci. Eng. A* **2009**, *527*, 328–333.
25. Voyiadjis, G.Z.; Almasri, A.H. A physically based constitutive model for fcc metals with applications to dynamic hardness. *Mech. Mater.* **2008**, *40*, 549–563.
26. Lin, Y.C.; Chen, X.-M. A critical review of experimental results and constitutive descriptions for metals and alloys in hot working. *Mater. Des.* **2011**, *32*, 1733–1759.
27. Luckey, S.G.; Friedman, P.A.; Weinmann, K.J. Correlation of finite element analysis to superplastic forming experiments. *J. Mater. Process. Technol.* **2007**, *194*, 30–37.
28. Giuliano, G. Constitutive equation for superplastic Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Des.* **2008**, *29*, 1330–1333.
29. Chen, Y.; Kibble, K.; Hall, R.; Huang, X. Numerical analysis of superplastic blow forming of Ti-6Al-4V alloys. *Mater. Des.* **2001**, *22*, 679–685.
30. Колесников, А.В. Пневмотермическая формовка трёхслойных клиновидных панелей из титановых сплавов, Иркутский государственный технический университет, 2015.
31. Donachie M.J. *Titanium: A Technical Guide*; 2nd Editio.; ASM international, Metals Park: USA, 2000; ISBN 978-0-87170-686-7.
32. Leyens, C.; Peters, M. *Titanium an Titanium Alloys*; John Wiley & Son Inc: England, 2002; ISBN 3527305343.
33. Walter J. L.; Jackson M. R.; Sims C. T. *Titanium and its alloys: Principles of Alloying Titanium*; ASM international, Metals Park: USA, 1988;
34. Beal, J.D.; Boyer, R.; Sanders, D.; Company, T.B. Forming of Titanium and Titanium Alloys. *ASM Handb. Metalwork. Sheet Form.* **2006**, *14B*, 656–669.
35. CES Edupack software Granta Design Limited, Cambridge, UK, 2010.

36. Boyer, R.R. Titanium for aerospace: Rationale and applications. *Adv. Perform. Mater.* **1995**, 2, 349–368.
37. Gurrappa, I.; Reddy, D.V. Characterisation of titanium alloy, IMI-834 for corrosion resistance under different environmental conditions. *J. Alloys Compd.* **2005**, 390, 270–274.
38. Qi, W.; Muneharu, K. Improved high temperature tensile properties of Ti-6Al-4V alloy by plasma sprayed coating. **2008**, 582, 547–550.
39. Новиков, И.И.; Портной, В.К. Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном 1981.
40. Мулюков, Р.Р.; Имаев, Р.М.; Назаров, А.; Имаев, В.М.; Имаев, М.. *Сверхпластичность ультрамелкозернистых сплавов: Эксперимент, теория, технологии*; М.: Наука, 2014;
41. Jackson, M. *Superplastic forming and diffusion bonding of titanium alloys*; Woodhead Publishing Limited, 2011; ISBN 9781845697532.
42. Padmanabhan, K.A.; Davies, G.J. *Superplasticity*; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg, 1980; ISBN 978-3-642-81458-7.
43. Pilling, J.; Ridley, N. *Superplasticity in Crystalline Solids*; London: Institute of Metals, 1989;
44. Hamilton C.H. Superplastic sheet forming. In *Nato/Agard Lecture Series on Superplasticity*; 1987; pp. 1–23.
45. Lee, D.; Backofen, W.A. SUPERPLASTICITY IN SOME TITANIUM AND ZIRCONIUM ALLOYS. **1967**.
46. Бочвар, А.А.; Свидерская, З.А. Явление сверхпластичности в сплавах цинка с алюминием. *Известия АН СССР, Отделение технических наук* **1945**, 9.
47. Bruschi, S.; Poggio, S.; Quadrini, F.; Tata, M.E. Workability of Ti-6Al-4V alloy at high temperatures and strain rates. *Mater. Lett.* **2004**, 58, 3622–3629.
48. Cai, J.; Li, F.; Liu, T.; Chen, B.; He, M. Constitutive equations for elevated temperature flow stress of Ti-6Al-4V alloy considering the effect of strain. *Mater. Des.* **2011**, 32, 1144–1151.
49. Колесников, А.В.; Чеславская, А.А.; Шмаков, А.К. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ СОСТОЯНИЯ СВЕРХПЛАСТИЧНОСТИ ТИТАНОВОГО СПЛАВА ОТ4 -1. *Машиностроение и машиноведение* **2015**, 10, 57–61.
50. Mahesh, D.C.; Divya, H. V; L, L.N.; Yogesha, B.; Bhattacharya, S.S. SUPERPLASTIC TENSILE BEHAVIOR OF A TI-AL-Mn ALLOY. 1–4.
51. Guo, L.F.; Li, B.C.; Zhang, Z.M. Constitutive relationship model of TC21 alloy based on artificial neural network. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* **2013**, 23, 1761–1765.
52. Peng, W.; Zeng, W.; Wang, Q.; Yu, H. Comparative study on constitutive relationship of as-cast Ti60 titanium alloy during hot deformation based on Arrhenius-type and artificial neural network models. *Mater. Des.* **2013**, 51, 95–104.
53. Zhen, A.; Jinshan, L.; Yong, F.; Xianghong, L.; Yuxuan, D.; Fanjiao, M.; Zhe, W. Modeling Constitutive Relationship of Ti-555211 Alloy by Artificial Neural Network during High-Temperature Deformation. *Rare Met. Mater. Eng.* **2015**, 44, 62–66.

54. Lei, X.; Zhang, Z.; Sha, Y.; Hu, M.; Yang, R.; Dong, L. Correction of Flow Curves and Constitutive Modelling of a Ti-6Al-4V Alloy. *Metals (Basel)*. **2018**, *8*, 256.
55. Zhao, J.; Ding, H.; Zhao, W.; Huang, M.; Wei, D.; Jiang, Z. Modelling of the hot deformation behaviour of a titanium alloy using constitutive equations and artificial neural network. *Comput. Mater. Sci.* **2014**, *92*, 47–56.
56. Chandra, N. Constitutive behavior of superplastic materials. *Int. J. Non. Linear. Mech.* **2002**, *37*, 461–484.
57. GUO, L.F.; Li, B.C.; ZHANG, Z.M. Constitutive relationship model of TC21 alloy based on artificial neural network. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* **2013**, *23*, 1761–1765.
58. Rao, K.P.; Hawbolt, E.B. Development of Constitutive Relationships Using Compression Testing of a Medium Carbon Steel. *J. Eng. Mater. Technol.* **1992**, *114*, 116–123.
59. Xiao, J.; Li, D.S.; Li, X.Q.; Deng, T.S. Constitutive modeling and microstructure change of Ti-6Al-4V during the hot tensile deformation. *J. Alloys Compd.* **2012**, *541*, 346–352.
60. Pu, Z.J.; Wu, K.H.; Shi, J.; Zou, D. Development of constitutive relationships for the hot deformation of boron microalloying TiAlCrV alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **1995**, *192–193*, 780–787.
61. Porntadawit, J.; Uthaisangasuk, V.; Choungthong, P. Modeling of flow behavior of Ti-6Al-4V alloy at elevated temperatures. *Mater. Sci. Eng. A* **2014**, *599*, 212–222.
62. Sirvin, Q.; Velay, V.; Bonnaire, R.; Penazzi, L. Mechanical behaviour modelling and finite element simulation of simple part of Ti-6Al-4V sheet under hot/warm stamping conditions. *J. Manuf. Process.* **2019**, *38*, 472–482.
63. Majidi, O.; Jahazi, M.; Bombardier, N. Finite Element Simulation of High-Speed Blow Forming of an Automotive Component. *Metals (Basel)*. **2018**, *8*, 901.
64. Wang, J.; Xu, Y.; Zhang, W.; Wang, W. A finite-strain thermomechanical model for severe superplastic deformation of Ti-6Al-4V at elevated temperature. *J. Alloys Compd.* **2019**, *787*, 1336–1344.
65. Chandra, N.; Rama, S.C. Application of Finite Element Method to the Design of Superplastic Forming Processes. *J. Eng. Ind.* **2010**, *114*, 452.
66. Kim, D.; Won, J.W.; Park, C.H.; Hong, J.K.; Lee, T.; Lee, C.S. Enhancing Superplasticity of Ultrafine-Grained Ti-6Al-4V without Imposing Severe Plastic Deformation. *Adv. Eng. Mater.* **2018**, *1800115*, 1800115.
67. Wert, J.A.; Paton, N.E. Enhanced superplasticity and strength in modified Ti-6Al-4V alloys. *Metall. Trans. A* **1983**, *14*, 2535–2544.
68. Saitova, L.; Semenova, I.; Höppel, H.W.; Valiev, R.; Göken, M. Enhanced superplastic deformation behavior of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloy. *Materwiss. Werksttech.* **2008**, *39*, 367–370.
69. Imai, H.; Yamane, G.; Matsumoto, H.; Vidal, V.; Velay, V. Superplasticity of metastable ultrafine-grained Ti 6242S alloy: Mechanical flow behavior and microstructural evolution. *Mater. Sci. Eng. A* **2019**, *754*, 569–580.

70. Roy, S.; Suwas, S. Deformation mechanisms during superplastic testing of Ti-6Al-4V-0.1B alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2013**, *574*, 205–217.
71. Li, X.; Chen, N.; Chen, J.; Mei, Q.; Wan, L.; Jia, C.; Liu, H. Superplastic deformation behavior of Ti-55 alloy without and with 0.1 wt%H addition. *Mater. Sci. Eng. A* **2017**, *704*, 386–390.
72. Sinha, V.; Srinivasan, R.; Tamirisakandala, S.; Miracle, D.B. Superplastic behavior of Ti-6Al-4V-0.1B alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2012**, *539*, 7–12.
73. Zhang, X.; Zhao, Y.; Zeng, W. Effect of hydrogen on the superplasticity of Ti600 alloy. *Int. J. Hydrogen Energy* **2010**, *35*, 4354–4360.
74. Zhang, X.; Zhao, Y.; Zeng, W. Effect of hydrogen on the superplasticity of Ti40 alloy with large grains. *Mater. Sci. Eng. A* **2010**, *527*, 3489–3492.
75. Murzinova, M.A.; Salishchev, G.A.; Afonichev, D.D. Superplasticity of hydrogen-containing VT6 titanium alloy with a submicrocrystalline structure. *Phys. Met. Metallogr.* **2007**, *104*, 195–202.
76. Zhang, W.; Ding, H.; Cai, M.; Yang, W.; Li, J. Scientific poster session. *Neuroradiology* **2009**, *51*, 99–169.
77. Zhang, W.; Ding, H.; Pereira, P.H.R.; Huang, Y.; Langdon, T.G. Grain refinement and superplastic flow in a fully lamellar Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion. *Mater. Sci. Eng. A* **2018**, *732*, 398–405.
78. Meng, M.; Fan, X.G.; Guo, L.G.; Zhan, M. Achieving fine-grained equiaxed alpha via thermo-mechanical loading under off-equilibrium state in two-phase Ti-alloys. *J. Mater. Process. Technol.* **2018**, *259*, 397–408.
79. Patankar, S.N.; Kwang, Y.T.; Jen, T.M. Alpha casing and superplastic behavior of Ti-6Al-4V. *J. Mater. Process. Technol.* **2001**, *112*, 24–28.
80. Скворцова, С.В.; Ильин, А.А.; Гуртовая, Г.В.; Лукина, Е.А.; Поляков, А.О. ФАЗОВЫЕ И СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ, ПРОИСХОДЯЩИЕ В ТИТАНОВОМ СПЛАВЕ VT20Л ПОД ДЕЙСТВИЕМ ВОДОРОДА. *Металлы* **2005**, *2*, 45–54.
81. Бецоффен, С.Я.; Ильин, А.А.; Скворцова, С.В.; Филатов, А.А.; Дзунович, Д.А. ЗАКОНОМЕРНОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ ТЕКСТУРЫ И АНИЗОТРОПИИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В ЛИСТАХ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ. *Металлы* **2005**, *2*, 54–62.
82. Скворцова, С.В.; Ильин, А.А. МЕХАНИЗМ ФАЗОВЫХ И СТРУКТУРНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ И ФОРМИРОВАНИЕ ТЕКСТУРЫ В ЛИСТОВЫХ ПОЛУФАБРИКАТАХ ИЗ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ. *Металлы* **2007**, *5*, 12–22.
83. Скворцова, С.В.; Пожога, О.З.; Овчинников, А.В.; Орлов, А.А. ВЛИЯНИЕ ТЕРМОВОДОРОДНОЙ ОБРАБОТКИ НА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ЖАРОПРОЧНОГО ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО СПЛАВА ВТИ-4. *Деформация и разрушение материалов* **2019**, *1*, 16–23.
84. П'ин, А.А.; Skvortsova, S. V.; Mamonov, A.M. Control of the structure of titanium alloys by the method of thermohydrogen treatment. *Mater. Sci.* **2008**, *44*, 336–341.
85. Ghosh, A.; Hamilton, C. Superplastic forming and diffusion bonding of titanium alloys. *Net*

Shape Technol. Aerosp. ... **1986**, 36, 153–177.

86. Kimura, H.; Izumi, O. *Titanium '80, science and technology: proceedings of the Fourth International Conference on Titanium, Kyoto, Japan, May 19-22, 1980*; Titanium '80, Science and Technology: Proceedings of the Fourth International Conference on Titanium, Kyoto, Japan, May 19-22, 1980; Metallurgical Society of AIME, 1980;
87. Lindwall, G.; Moon, K.W.; Chen, Z.; Mengason, M.; Williams, M.E.; Gorham, J.M.; Zhao, J.C.; Campbell, C.E. Diffusion in the Ti-Al-V System. *J. Phase Equilibria Diffus.* **2018**, 39, 731–746.
88. Salishchev, G.A.; Kudrjavitsev, E.A.; Zherebtsov, S. V.; Semiatin, S.L. Low temperature superplasticity of Ti-6Al-4V processed by warm multidirectional forging. *11th Int. Conf. Superplast. Adv. Mater. ICSAM 2012, July 3, 2012 - July 5, 2012* **2013**, 735, 253–258.
89. Liu, Z.; Li, P.; Xiong, L.; Liu, T.; He, L. High-temperature tensile deformation behavior and microstructure evolution of Ti55 titanium alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2017**, 680, 259–269.
90. Li, X.; Lü, X.; Wu, H.; Ji, B.; Chen, J.; Li, J. Effect of grain size on the superplastic deformation behavior of Ti-55 alloy. *Procedia Eng.* **2017**, 207, 1880–1885.
91. Motyka, M.; Sieniawski, J.; Ziaja, W. Microstructural aspects of superplasticity in Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2014**, 599, 57–63.
92. Meier, M.L.; Lesuer, D.R.; Mukherjee, A.K. α Grain size and β volume fraction aspects of the superplasticity of Ti-6Al-4V. *Mater. Sci. Eng. A* **1991**, 136, 71–78.
93. Zhao, W.J.; Ding, H.; Song, D.; Cao, F.R.; Hou, H.L. The effect of grain size on superplastic deformation of Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Sci. Forum* **2007**, 551–552, 387–392.
94. Zhang, T.; Liu, Y.; Sanders, D.G.; Liu, B.; Zhang, W.; Zhou, C. Development of fine-grain size titanium 6Al-4V alloy sheet material for low temperature superplastic forming. *Mater. Sci. Eng. A* **2014**, 608, 265–272.
95. Luo, J.; Ye, P.; Li, M.Q.; Liu, L.Y. Effect of the alpha grain size on the deformation behavior during isothermal compression of Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Des.* **2015**, 88, 32–40.
96. Ghosh, a. K.; Hamilton, C.H. Influences of material parameters and microstructure on superplastic forming. *Metall. Trans. A*, **1982**, 13A, 733-743.
97. Nakahigashi, J.; Yoshimura, H. Superplasticity and Its Application of Ultra-Fine Grained Ti-6Al-4V Alloy Obtained through Protium Treatment. *Mater. Trans.* **2002**, 43, 2768–2772.
98. Zhang, Z.X.; Qu, S.J.; Feng, A.H.; Shen, J.; Chen, D.L. Hot deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy: Effect of initial microstructure. *J. Alloys Compd.* **2017**, 718, 170–181.
99. Imayev, V.M.; Gaisin, R.A.; Imayev, R.M. Effect of boron additions and processing on microstructure and mechanical properties of a titanium alloy Ti-6.5Al-3.3Mo-0.3Si. *Mater. Sci. Eng. A* **2015**, 641, 71–83.
100. Imai, H.; Yamane, G.; Matsumoto, H.; Vidal, V.; Velay, V. Superplasticity of metastable ultrafine-grained Ti 6242S alloy: Mechanical flow behavior and microstructural evolution. *Mater. Sci. Eng. A* **2019**, 754, 569–580.
101. Zherebtsov, S. V.; Salishchev, G.A.; Galeyev, R.M.; Valiakhmetov, O.R.; Yu. Mironov, S.; Semiatin, S.L. Production of submicrocrystalline structure in large-scale Ti-6Al-4V billet by

- warm severe deformation processing. *Scr. Mater.* **2004**, *51*, 1147–1151.
102. Salishchev, G.A.; Valiakhmetov, O.R.; Galeev, R.M. Formation of submicrocrystalline structure in the titanium alloy VT8 and its influence on mechanical properties. *J. Mater. Sci.* **1993**, *28*, 2898–2902.
 103. Портной, В.К. Формирование ультрамелкозернистой структуры сплавов на разной основе для сверхпластической формовки, Диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук, 1988.
 104. Жеребцов, С.В.; Галеев, Р.М.; Валиахметов, О.Р. Формирование субмикроструктурной структуры в титановых сплавах интенсивной пластической деформацией. *Кузнечно-штамповочное производство* **1999**, *7*.
 105. Zharebtsov, S.; Murzinova, M.; Salishchev, G.; Semiatin, S.L. Spheroidization of the lamellar microstructure in Ti-6Al-4V alloy during warm deformation and annealing. *Acta Mater.* **2011**, *59*, 4138–4150.
 106. Matsumoto, H.; Yoshida, K.; Lee, S.H.; Ono, Y.; Chiba, A. Ti-6Al-4V alloy with an ultrafine-grained microstructure exhibiting low-temperature-high-strain-rate superplasticity. *Mater. Lett.* **2013**, *98*, 209–212.
 107. Park, C.H.; Lee, B.; Semiatin, S.L.; Lee, C.S. Low-temperature superplasticity and coarsening behavior of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo-0.1Si. *Mater. Sci. Eng. A* **2010**, *527*, 5203–5211.
 108. Lu, J.; Qin, J.; Lu, W.; Chen, Y.; Zhang, Z.; Zhang, D.; Hou, H. Superplastic deformation of hydrogenated Ti-6Al-4V alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **2010**, *527*, 4875–4880.
 109. Mishra, R.S.; Stolyarov, V.V.; Echer, C.; Valiev, R.Z.; Mukherjee, a. K. Mechanical behavior and superplasticity of a severe plastic deformation processed nanocrystalline Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2001**, *298*, 44–50.
 110. Ko, Y.G.; Kim, W.G.; Lee, C.S.; Shin, D.H. Microstructural influence on low-temperature superplasticity of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2005**, *410–411*, 156–159.
 111. Nakahigashi, J.; Yoshimura, H. Superplasticity and microstructural characteristics of ultrafine grained Ti-6Al-4V alloys obtained through protium treatment. *J. JAPAN Inst. Met.* **2001**, *65*, 1096–1103.
 112. Engineering, S. for the A. of M. and P. *Materials 1980: 12th National SAMPE Technical Conference, Red Lion Inn/Sea TAC, Seattle, Washington, October 7-9, 1980*; National SAMPE Technical Conference series; Society for Advancement of Material and Process Engineering, 1980;
 113. Sastry, S.M.L.; Lederich, R.J.; Pao, P.S.; O’Neal, J.E. *Influence of Rare-Earth Additions on Properties of Titanium Alloys. Plane-Strain Fracture Toughness, Creep, and High-Temperature Deformation of Ti-6Al-4V with Erbium and Yttrium Additions.*; MCDONNELL DOUGLAS RESEARCH LABS ST LOUIS MO, 1979;
 114. Edington, J.W. Physical metallurgy of superplasticity. *Met. Technol.* **1976**, *3*, 138–153.
 115. Ghosh, A.K.; Hamilton, C.H. Superplastic Forming and Diffusion Bonding of Titanium Alloys. *Def Sci J* **1986**, *36*, 153–177.

116. Kaibyshev, O.A. *Superplasticity of Alloys, Intermetallides and Ceramics*; 1992; ISBN 978-3-642-84675-5.
117. Ouyang, D.L.; Wang, K.L.; Cui, X. Dynamic recrystallization of Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V in β forging process. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)* **2012**, *22*, 761–767.
118. Humphreys, F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures. *Acta Metall.* **1997**, *45*, 5031–5039.
119. Metzbower, E.A. Stacking fault probability determinations in HCP Ti–Al alloys. *Metall. Mater. Trans. B* **2008**, *2*, 3099–3103.
120. Humphreys, J.; Rohrer, G.S.; Rollett, A. Recrystallization and Related Annealing Phenomena. *Recryst. Relat. Annealing Phenom.* **2017**.
121. Balasundar, I.; Raghu, T.; Kashyap, B.P. Modeling the hot working behavior of near- α titanium alloy IMI 834. *Prog. Nat. Sci. Mater. Int.* **2013**, *23*, 598–607.
122. Vo, P.; Jahazi, M.; Yue, S. FEM Modelling of Recrystallization Behaviour for Near-Alpha Ti Alloy IMI834. *Adv. Mater. Res.* **2010**, *89–91*, 592–597.
123. Vo, P.; Jahazi, M.; Yue, S. Recrystallization during thermomechanical processing of IMI834. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* **2008**, *39*, 2965–2980.
124. Roy, S.; Suwas, S. The influence of temperature and strain rate on the deformation response and microstructural evolution during hot compression of a titanium alloy Ti-6Al-4V-0.1B. *J. Alloys Compd.* **2013**, *548*, 110–125.
125. Liu, X.Y.; Zhao, X.C.; Yang, X.R.; Xie, C.; Wang, G.J. Compression deformation behaviours of ultrafine and coarse grained commercially pure titanium. *Mater. Sci. Technol.* **2014**, *29*, 474–479.
126. Cheng, L.; Chang, H.; Tang, B.; Kou, H.; Li, J. Characteristics of metadynamic recrystallization of a high Nb containing TiAl alloy. *Mater. Lett.* **2013**, *92*, 430–432.
127. Semiatin, S.L.; Corbett, M.W.; Fagin, P.N.; Salishchev, G. a; Lee, C.S. Dynamic-Coarsening Behavior of an alpha /beta Titanium Alloy. *Metall. Mater. Trans. A* **2006**, *37*, 1125–1136.
128. Velay, V.; Matsumoto, H.; Vidal, V.; Chiba, A. Behavior modeling and microstructural evolutions of Ti-6Al-4V alloy under hot forming conditions. *Int. J. Mech. Sci.* **2016**, *108–109*, 1–13.
129. Guo, W.; Jia, Q.; Li, R.; Li, W. The Superplastic Deformation Behavior and Phase Evolution of Ti-6Al-4V Alloy at Constant Tensile Velocity. *High Temp. Mater. Process.* **2017**, *36*, 55–62.
130. Alabort, E.; Kontis, P.; Barba, D.; Dragnevski, K.; Reed, R.C. On the mechanisms of superplasticity in Ti-6Al-4V. *Acta Mater.* **2016**, *105*, 449–463.
131. Vanderhastan, M. Ti-6Al-4V: Deformation map and modelisation of tensile behaviour, Royal Military Academy, 2007.
132. Engler, O.; Padmanabhan, K.A.; Lücke, K. A model for superplastic flow induced texture annihilation. *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.* **2000**, *8*, 477–490.
133. Pérez-Prado, M.T.; González-Doncel, G.; Ruano, O.A.; McNelley, T.R. Texture analysis of the transition from slip to grain boundary sliding in a discontinuously recrystallized

- superplastic aluminum alloy. *Acta Mater.* **2001**, *49*, 2259–2268.
134. Prasad, Y.V.R.K.; Rao, K.P.; Sasidhara, S. Hot Working Guide. *ASM Int.* **2015**, 636.
 135. Prasad, Y.V.R.K. Processing maps: A status report. *J. Mater. Eng. Perform.* **2013**, *22*, 2867–2874.
 136. Sun, C.; Zuo, X.; Xiang, Y.; Yang, J. Investigation on Hot Deformation Behavior and Hot Processing Map of BSTMUF601 Super-Alloy. *Metals (Basel)*. **2016**, *6*, 70.
 137. Li, Y.L.; Wang, W.X.; Zhou, J.; Chen, H.S. Hot deformation behaviors and processing maps of B4C/Al6061 neutron absorber composites. *Mater. Charact.* **2017**, *124*, 107–116.
 138. Kil, T.D.; Lee, J.M.; Moon, Y.H. Formability estimation of ring rolling process by using deformation processing map. *Procedia Eng.* **2014**, *81*, 298–303.
 139. Duan, Y.; Ma, L.; Qi, H.; Li, R.; Li, P. Developed constitutive models, processing maps and microstructural evolution of Pb-Mg-10Al-0.5B alloy. *Mater. Charact.* **2017**, *129*, 353–366.
 140. Sanrutsadakorn, A.; Uthaisangsuk, V.; Suranuntchai, S.; Thossatheppitak, B. Investigation of hot deformation characteristics of AISI 4340 steel using processing map. *Adv. Mater. Res.* **2013**, *683*, 301–306.
 141. Roy, S.; Suwas, S. The influence of temperature and strain rate on the deformation response and microstructural evolution during hot compression of a titanium alloy Ti-6Al-4V-0.1B. *J. Alloys Compd.* **2013**, *548*, 110–125.
 142. Hu, M.; Dong, L.; Zhang, Z.; Lei, X.; Yang, R.; Sha, Y. A novel computational method of processing map for Ti-6Al-4V alloy and corresponding microstructure study. *Materials (Basel)*. **2018**, *11*, 1599.
 143. Mathieu Vanderhasten Ti-6Al-4V : DEFORMATION MAP AND MODELISATION OF TENSILE BEHAVIOR. **2007**.
 144. Niu, Y.; Hou, H.; Li, M.; Li, Z. High temperature deformation behavior of a near alpha Ti600 titanium alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2008**, *492*, 24–28.
 145. Samantaray, D.; Mandal, S.; Bhaduri, A.K.; Sivaprasad, P. V An overview on constitutive modelling to predict elevated temperature flow behaviour of fast reactor structural materials. *Trans. Indian Inst. Met.* **2010**, *63*, 823–831.
 146. Zener, C.; Hollomon, J.H. Effect of strain rate upon plastic flow of steel. *J. Appl. Phys.* **1944**, *15*, 22–32.
 147. Sellars, C.M.; McTegart, W.J. On the mechanism of hot deformation. *Acta Metall.* **1966**, *14*, 1136–1138.
 148. Sellars, C.M.; McTegart, W.J. On the mechanism of hot deformation. *Acta Metall.* **1966**, *14*, 1136–1138.
 149. Astanin, V. V.; Kaibyshev, O.A.; Faizova, S.N. The role of deformation localization in superplastic flow. *Acta Metall. Mater.* **1994**, *42*, 2617–2622.
 150. McQueen, H.J. Deformation mechanisms in hot working. *JOM* **1968**, *20*, 31–38.
 151. Dyment, F.; Libanati, C.M. Self-diffusion of Ti, Zr, and Hf in their hcp phases, and diffusion of Nb95 in hcp Zr. *J. Mater. Sci.* **1968**, *3*, 349–359.

152. N.E.Walsøe De Reça; Y. C. M. Libanati Autodiffusion De Titanio Beta Y Hafnio Beta. *Acta Metall.* **1968**, *16*, 1297–1305.
153. Weiss, I.; Srinivasan, R.; Minerals, M.; Committee, M.S.T.; Minerals, M.; Shaping, M.S.; Committee, F.; Bania, P.J.; Eylon, D.; Minerals, M.; et al. *Advances in the Science and Technology of Titanium Alloy Processing: Proceedings of an International Symposium Sponsored by the TMS Titanium and Shaping and Forming Held at the 125th TMS Annual Meeting and Exhibition in Anaheim, California, February 5-8, 1*; TMS (The Minerals, Metals & Materials Society), 1996; ISBN 9780873393249.
154. Froes, F.H.; Caplan, I.L. *Titanium '92 - science and technology : proceedings of a symposium ... held at the 7th World Titanium Conference June 29 - July 2, 1992 in San Diego, California*; Titanium '92; TMS, 1993; ISBN 9780873392228.
155. Liu, Y.; Baker, T.N. Deformation characteristics of IMI685 titanium alloy under b isothermal forging conditions.pdf. **1995**, *197*, 125–131.
156. Lacombe, P.; Tricot, R.; Béranger, G.; française de métallurgie, S. *Sixth World Conference on Titanium: Cannes, June 6-9, 1988*; Sixth World Conference on Titanium: Cannes, June 6-9, 1988; Les éditions de physique, 1989; ISBN 9782868831293.
157. Kimura, H.; Izumi, O.; of Mining Metallurgical; Society, P.E.M. *TITANIUM '80: Science and Technology : 4th International Conference on Titanium, Kyoto, May 1980, Proceedings*; 1980;
158. Seshacharyulu, T.; Medeiros, S.C.; Frazier, W.G.; Prasad, Y.V.R.K. Hot working of commercial Ti–6Al–4V with an equiaxed α – β microstructure: materials modeling considerations. *Mater. Sci. Eng. A* **2000**, *284*, 184–194.
159. F. Dymont; C. M. Libanati Self-diffusion of Ti, Zr, and Hf in their hcp phases, and diffusion of Nb95 in hcp Zr. *J. Mater. Sci.* **1968**, *3*, 349–359.
160. Du, Z.; Xiao, S.; Liu, J.; Lv, S.; Xu, L.; Kong, F.; Chen, Y. Hot Deformation Behavior of Ti-3.5 Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5 Fe Alloy in α + β Field. *Metals (Basel)*. **2015**, *5*, 216–227.
161. McKee, D.W.; Huang, S.C. The oxidation behavior of gamma-titanium aluminide alloys under thermal cycling conditions. *Corros. Sci.* **1992**, *33*, 1899–1914.
162. Kaibyshev, O.A.; Valiev, R.Z.; Emaletdinov, A.K. Deformation mechanisms and the theory of structural superplasticity of metals. *Phys. Status Solidi* **1985**, *90*, 197–206.
163. Islam, M.F.; Pilling, J.; Ridley, N. Effect of surface finish and sheet thickness on isostatic diffusion bonding of superplastic Ti-6Al-4V. **1997**, *13*, 1045.
164. Du, H.L.; Datta, P.K.; Lewis, D.B.; Burnell-Gray, J.S. AIR OXIDATION BEHAVIOR OF Ti-6Al-4V ALLOY BETWEEN 650 C AND 850 C. *Corros. Sci.* **1994**, *36*, 631–642.
165. Tan, M.J.; Zhu, X.J.; Thiruvarudchelvan, S.; Liew, K.M. Oxidation effects during high temperature deformation of CP Ti alloy. *5th Int. Conf. Process. Manuf. Adv. Mater. - THERMEC'2006* **2007**, *539–543*, 3678–3683.
166. Vanderhasten, M. Ti–6Al–4V: Deformation map and modelisation of tensile behaviour, 2008, Vol. 29.
167. Shafaat, M.A.; Omidvar, H.; Fallah, B. Prediction of hot compression flow curves of Ti–6Al–4V alloy in α + β phase region. *Mater. Des.* **2011**, *32*, 4689–4695.

168. Jonas, J.J.; Sellars, C.M.; Tegart, W.J.M. Strength and structure under hot-working conditions. *Metall. Rev.* **1969**, *14*, 1–24.
169. Bahrami, A.; Anijdan, S.H.M.; Hosseini, H.R.M.; Shafyei, A.; Narimani, R. Effective parameters modeling in compression of an austenitic stainless steel using artificial neural network. *Comput. Mater. Sci.* **2005**, *34*, 335–341.
170. Guo, Z.; Malinov, S.; Sha, W. Modelling beta transus temperature of titanium alloys using artificial neural network. *Comput. Mater. Sci.* **2005**, *32*, 1–12.
171. Malinov, S.; Sha, W. Application of artificial neural networks for modelling correlations in titanium alloys. *Mater. Sci. Eng. A* **2004**, *365*, 202–211.
172. Sun, Y.; Zeng, W.D.; Zhao, Y.Q.; Zhang, X.M.; Shu, Y.; Zhou, Y.G. Modeling constitutive relationship of Ti40 alloy using artificial neural network. *Mater. Des.* **2011**, *32*, 1537–1541.
173. Mandal, S.; Sivaprasad, P. V; Venugopal, S. Capability of a Feed-Forward Artificial Neural Network to Predict the Constitutive Flow Behavior of As Cast 304 Stainless Steel Under Hot Deformation. *J. Eng. Mater. Technol.* **2006**, *129*, 242–247.
174. Qin, Y.J.; Pan, Q.L.; He, Y.B.; Li, W.B.; Liu, X.Y.; Fan, X. Artificial Neural Network Modeling to Evaluate and Predict the Deformation Behavior of ZK60 Magnesium Alloy During Hot Compression. *Mater. Manuf. Process.* **2010**, *25*, 539–545.
175. Reddy, N.S.; Lee, Y.H.; Park, C.H.; Lee, C.S. Prediction of flow stress in Ti–6Al–4V alloy with an equiaxed $\alpha+\beta$ microstructure by artificial neural networks. *Mater. Sci. Eng. A* **2008**, *492*, 276–282.
176. Sorgente, D.; Tricarico, L. The Role of the Numerical Simulation in Superplastic Forming Process Analysis and Optimization. *Key Eng. Mater.* **2010**, *433*, 225–234.
177. Hajari, A.; Morakabati, M.; Abbasi, S.M.; Badri, H. Constitutive modeling for high-temperature flow behavior of Ti-6242S alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2017**, *681*, 103–113.
178. Sorgente, D.; Palumbo, G.; Piccininni, A.; Guglielmi, P.; Aksenov, S.A. CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology Investigation on the thickness distribution of highly customized titanium biomedical implants manufactured by superplastic forming. *CIRP J. Manuf. Sci. Technol.* **2018**, *20*, 29–35.
179. Методическая рекомендация. Определение показателей сверхпластичности. *ВИЛС* **1986**.
180. Zharebtsov, S.V.; Kudryavtsev, E.A.; Salishchev, G.A.; Straumal, B.B.; Semiatin, S.L. Microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine Ti6Al4V during low-temperature superplastic deformation. *Acta Mater.* **2016**, *121*, 152–163.
181. Babu, J.; Dutta, A.; Kumaraswamy, A. Experimental Studies on Effect of Temperature and Strain Rate on Deformation Behaviour of Ti-6Al-4V Using Taguchi Method. *Procedia Mater. Sci.* **2014**, *6*, 1121–1130.
182. Nieh, T.G.; Wadsworth, J.; Sherby, O.D. *Superplasticity in Metals and Ceramics*; Cambridge: Cambridge University Press, 1997;
183. Портной, В.К.; Гусев, Ю.В.; Панфилов, О.. No Title. *Технология легких сплавов* **1980**, *3*, 41–46.

184. Humphreys, F.J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—I. The basic model. *Acta Mater.* **1997**, *45*, 4231–4240.
185. Горелик, С.С.; Добаткин, С.В.; Капуткина, Л.М. *Рекристаллизация металлов и сплавов*; Москва, 2005;
186. Liu, Z.; Li, P.; Xiong, L.; Liu, T.; He, L. High-temperature tensile deformation behavior and microstructure evolution of Ti55 titanium alloy. *Mater. Sci. Eng. A* **2017**, *680*, 259–269.
187. Shen, J.; Sun, Y.; Ning, Y.; Yu, H.; Yao, Z.; Hu, L. Superplasticity induced by the competitive DRX between BCC beta and HCP alpha in Ti-4Al-3V-2Mo-2Fe alloy. *Mater. Charact.* **2019**, *153*, 304–317.
188. Kim, J.S.; Kim, J.H.; Lee, Y.T.; Park, C.G.; Lee, C.S. Microstructural analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of Ti-6Al-4V alloy. **1999**, *263*, 272–280.
189. Hori, S.; Tokizane, M.; Furushiro, N. *Superplasticity in Advanced Materials*; The Japan Society for Research on Superplasticity: Osaka, Japan, 1991; ISBN 13: 978-4-990018429.
190. Levchenko, V.S.; Portnoy, V.K.; Novikov, I.I. Unusual low grain boundary sliding in aluminum alloy with classical features of micrograin superplasticity. *Superelasticity Adv. Mater.* **1991**, *ICSAM*, 39–44.
191. Portnoy, V.K.; Novikov, I.I. EVALUATION OF GRAIN BOUNDARY SLIDING CONTRIBUTION TO THE TOTAL STRAIN DURING SUPERPLASTIC DEFORMATION. *Scr. Mater.* **1999**, *40*, 39–43.
192. Roy, S.; Suwas, S. The influence of temperature and strain rate on the deformation response and microstructural evolution during hot compression of a titanium alloy Ti-6Al-4V-0.1B. *J. Alloys Compd.* **2013**, *548*, 110–125.
193. Li, L.; Li, M. Constitutive model and optimal processing parameters of TC17 alloy with a transformed microstructure via kinetic analysis and processing maps. *Mater. Sci. Eng. A* **2017**, *698*, 302–312.
194. He, J.; Chen, F.; Wang, B.; Zhu, L.B. A modified Johnson-Cook model for 10%Cr steel at elevated temperatures and a wide range of strain rates. *Mater. Sci. Eng. A* **2018**, *715*, 1–9.
195. Mandal, S.; Rakesh, V.; Sivaprasad, P. V; Venugopal, S.; Kasiviswanathan, K. V Constitutive equations to predict high temperature flow stress in a Ti-modified austenitic stainless steel. *Mater. Sci. Eng. A* **2009**, *500*, 114–121.
196. Mahmudi, R.; Rezaee-Bazzaz, A.; Banaie-Fard, H.R. Investigation of stress exponent in the room-temperature creep of Sn-40Pb-2.5Sb solder alloy. *J. Alloys Compd.* **2007**, *429*, 192–197.
197. Langdon, T.G. Identifying creep mechanisms at low stresses. *Mater. Sci. Eng. A* **2000**, *283*, 266–273.
198. Yang, X.; Guo, H.; Liang, H.; Yao, Z.; Yuan, S. Flow Behavior and Constitutive Equation of Ti-6.5Al-2Sn-4Zr-4Mo-1W-0.2Si Titanium Alloy. *J. Mater. Eng. Perform.* **2016**, *25*, 1347–1359.
199. Weiss, I.; Semiatin, S.L. Thermomechanical processing of alpha titanium alloys - an

- overview. *Mater. Sci. Eng. A* **1999**, 263, 243–256.
200. Wu, S.W.; Zhou, X.G.; Cao, G.M.; Liu, Z.Y.; Wang, G.D. The improvement on constitutive modeling of Nb-Ti micro alloyed steel by using intelligent algorithms. *Mater. Des.* **2017**, 116, 676–685.
 201. Lafeng, G.; Bao Cheng, L.; Yong, X.; Zhimin, Z. Constitutive Relationship Model of Al-W Alloy Using Artificial Neural Network. *Adv. Mater. Res.* **2014**, 1004–1005, 1120–1124.
 202. Sun, Y.; Zeng, W.D.; Zhao, Y.Q.; Qi, Y.L.; Ma, X.; Han, Y.F. Development of constitutive relationship model of Ti600 alloy using artificial neural network. *Comput. Mater. Sci.* **2010**, 48, 686–691.
 203. Zhao, J.; Ding, H.; Zhao, W.; Huang, M.; Wei, D.; Jiang, Z. Modelling of the hot deformation behaviour of a titanium alloy using constitutive equations and artificial neural network. *Comput. Mater. Sci.* **2014**, 92, 47–56.
 204. Haghdadadi, N.; Zarei-Hanzaki, A.; Khalesian, A.R.; Abedi, H.R. Artificial neural network modeling to predict the hot deformation behavior of an A356 aluminum alloy. *Mater. Des.* **2013**, 49, 386–391.
 205. Ji, G.; Li, F.; Li, Q.; Li, H.; Li, Z. A comparative study on Arrhenius-type constitutive model and artificial neural network model to predict high-temperature deformation behaviour in Aermet100 steel. *Mater. Sci. Eng. A* **2011**, 528, 4774–4782.
 206. Sabokpa, O.; Zarei-Hanzaki, A.; Abedi, H.R.; Haghdadadi, N. Artificial neural network modeling to predict the high temperature flow behavior of an AZ81 magnesium alloy. *Mater. Des.* **2012**, 39, 390–396.
 207. Han, Y.; Qiao, G.; Sun, J.; Zou, D. A comparative study on constitutive relationship of as-cast 904L austenitic stainless steel during hot deformation based on Arrhenius-type and artificial neural network models. *Comput. Mater. Sci.* **2013**, 67, 93–103.
 208. Li, H.Y.; Wei, D.D.; Li, Y.H.; Wang, X.F. Application of artificial neural network and constitutive equations to describe the hot compressive behavior of 28CrMnMoV steel. *Mater. Des.* **2012**, 35, 557–562.
 209. Alabort, E.; Barba, D.; Shagiev, M.R.; Murzinova, M.A.; Galejev, R.M.; Valiakhmetov, O.R.; Aletdinov, A.F.; Reed, R.C. Alloys-By-Design: Application to titanium alloys for optimal superplasticity. *Acta Mater.* **2019**.
 210. Matsumoto, H.; Yoshida, K.; Lee, S.H.; Ono, Y.; Chiba, A. Ti-6Al-4V alloy with an ultrafine-grained microstructure exhibiting low-temperature-high-strain-rate superplasticity. *Mater. Lett.* **2013**, 98, 209–212.
 211. Shen, J.; Sun, Y.; Ning, Y.; Yu, H.; Yao, Z.; Hu, L. Superplasticity induced by the competitive DRX between BCC beta and HCP alpha in Ti-4Al-3V-2Mo-2Fe alloy. *Mater. Charact.* **2019**, 153, 304–317.
 212. Klimenko, D.; Ozerov, M.; Suresh, S.; Stepanov, N.; Tikhonovsky, M.A.; Salishchev, G.; Zharebtsov, S. Microstructure Evolution and Properties of Ti-6Al-4V Alloy Doped with Fe and Mo during Deformation at 800°C. *Defect Diffus. Forum* **2018**, 385, 144–149.