

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

Омар Ахмед Омар Мослех

СВЕРХПЛАСТИЧЕСКАЯ ДЕФОРМАЦИЯ ТИТАНОВЫХ СПЛАВОВ С РАЗНОЙ
ИСХОДНОЙ МИКРОСТРУКТУРОЙ

Специальность 05.16.01

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Автореферат диссертации

на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель: кандидат технических наук,
доцент Михайловская Анастасия Владимировна

Москва, 2019

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

Сплавы на основе титана находят широкое применение в аэрокосмической отрасли и биомедицине благодаря превосходным эксплуатационным свойствам. Титановые сплавы обладают высоким уровнем прочности и удельной прочностью, хорошей стойкостью к окислению и коррозии, в том числе, при повышенных температурах эксплуатации, 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. 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. 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. 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. 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 BT14 и OT4-1, 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 BT6;
- 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 VT14 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 VT14 0.1%V 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 VT6, OT4-1 и VT14 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 $(1-5) \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ 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.

Апробация работы

Основные материалы диссертационной работы доложены и обсуждены на:

- VIII-й Евразийской научно-практической конференции "Прочность неоднородных структур ПРОСТ-2016" А. Омар Мослех, А.Д. Котов, А.В. Михайловская, В.К. Портной, Исследование сверхпластичности титанового сплава ОТ4-1, Москва, 2016.
- Международной конференции EuroSPF 2017 Kotov, A.D.; Mikhaylovskaya, A.V.; Mosleh, A.O.; Portnoy V.K., Microstructure evolution and hot deformation behavior of the near-alpha Ti alloy, United Kingdom, September 2017.
- Международной конференции 13th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM 2018) Mosleh, A.O.; Mikhaylovskaya, A.V.; Kotov, A.D.; Portnoy, V.K., Arrhenius-Type Constitutive Equation Model of Superplastic Deformation Behaviour of Different Titanium Based Alloys, St. Petersburg, Russia, August 2018
- Международной конференции УМЗНМ 2018 Мослех А.О., Котов А.Д., Михайловская А.В., Ситкина М.Н., Портной В.К., Математическое моделирование деформационного поведения титанового сплава ВТ14, Уфа, Республика Башкортостан, Россия, октябрь 2018.
- Международной конференции 10th EEIGM International Conference on Advanced Materials Research, Mosleh, A.O.; Mikhaylovskaya, A.V. Kotov, An integrated approach for superplastic forming of Ultra-fine grained Ti-4Al-3Mo-1V alloy, MISiS, Moscow, Russia. April 2019.
- Международной конференции 13th European Conference on Superplastic Forming (EuroSPF 2019) Kotov A; Mosleh, A.; Mestres-Rinn, P; Mikhaylovskaya, A., Microstructural aspect of superplastic deformation of Ti-Al-V-Mo alloy, Matera, Italy, September 2019.

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

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Глава 1 содержит обзор литературы по теме исследований. Дано общее описание титановых сплавов, их классификация и применение. Приведены определения, связанные со сверхпластичностью, описаны работы анализирующие механизмы деформации и факторы, влияющие на показатели сверхпластичности и эволюцию микроструктуры при

сверхпластическом течении. Из анализа литературы следуют основные задачи сверхпластической формовки титановых сплавов: 1) разработка технологий/сплавов, обеспечивающих сверхпластичность при пониженных температурах, 2) оптимизация режимов сверхпластической формовки с целью обеспечения минимальной разнотолщинности деталей, 3) анализ действующих механизмов и определение роли каждой их фаз при сверхпластической деформации титановых сплавов с микродулексной структурой. Несмотря на то, что феномен сверхпластичности хорошо освещен в литературе, а метод СПФ актуален для получения изделий из титановых сплавов, большинство работ сосредоточено на сплаве ВТ6. Так, показатели сверхпластичности, особенности микроструктуры и механизмов деформации в сверхпластическом состоянии описаны, главным образом, для сплава ВТ6, так как именно этот материал используют для СПФ в промышленности. Для ряда применений могут потребоваться сплавы других составов, например, псевдо- α сплав повышенной жаропрочности ОТ4-1 или сплав повышенной прочности ВТ14, которые были выбраны в качестве основных объектов представленного исследования.

Таблица 1 – Химический состав исследуемых сплавов по основным 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

Глава 2 описывает методики микроструктурного анализа и механических испытаний, проведенных для исследования сверхпластичности изучаемых сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14

(таблица 1). Испытания на одноосное растяжение двух типов (со ступенчатым уменьшением скорости деформации и поддержанием постоянной скорости деформации) проводили на универсальной испытательной машине «Walter Bay LFM100», используя пятикратные пропорциональные образцы с головками, вырезанные из листов параллельно направлению прокатки.

Образцы для микроструктурного анализа до и после деформации были подготовлены по стандартной процедуре с использованием полировальной машины Struers LaboPol-5, включающей стадии механической шлифовки и полировки с последующим травлением реактивом (10 мл HNO_3 +10 мл HF +30 мл $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$). VEGA3 LMH (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 и объемную долю фаз

определяли методом случайных секущих на основе не менее 300 измерений. Ошибки измерений рассчитывали с использованием стандартного отклонения полученного массива данных, принимая доверительную вероятность 95%. Анализ дислокационной структуры проводили с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM-2010. Образцы утоняли путем двухсторонней электрополировки на установке TenuPol-5 (фирмы Struers) с использованием электролита АЗ (производства Struers) при температуре (-20 °С).

Для изучения действующих в процессе сверхпластической деформации механизмов анализировали эволюцию поверхности деформированных образцов сплава ВТ14. Поверхность образцов перед испытаниями на растяжение механически шлифовали с последующей полировкой коллоидной суспензией диоксида кремния. Маркерные сетки наносили на полированную поверхность ионным травлением 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 с постоянной скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 875 °С в атмосфере аргона с предварительной вакуумизацией и изучали эволюцию микроструктуры поверхности с помощью СЭМ (дополнительно использовали Philips XL30 ESEM FEG, оборудованный детектором TLD).

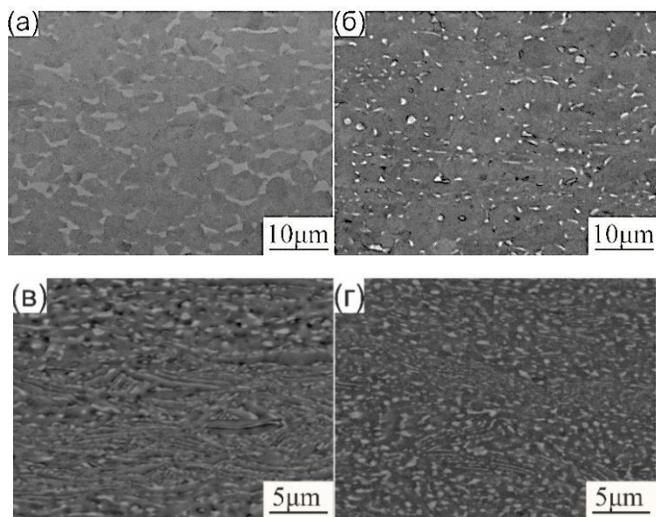


Рис. 1 Исходная микроструктура сплавов (а) ВТ6, (б) ОТ4-1, (в) ВТ14-СТ и (г) ВТ14-СП

В Главе 3 представлены результаты анализа микроструктуры листов сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14 (СТ и СП, отличающиеся исходной микроструктурой) в состоянии поставки и перед началом деформации и обсуждены показатели сверхпластичности. В исходной структуре сплавов наблюдали две фазы - α (темную в отраженных электронах СЭМ) и β (светлую) (рис. 1). Исходная объемная доля β -фазы составляла $15 \pm 3\%$, $7 \pm 2\%$, $20 \pm 3\%$ и $25 \pm 3\%$

для образцов сплавов ВТ6 (Рис. 1а), ОТ4-1 (Рис. 1б), ВТ14-СТ (Рис. 1в) ВТ14-СП Рис. 1г), соответственно. Структура листов сплава ВТ14, маркированных СТ и СП, состояла из участков равноосных частиц/зерен и вытянутых пластин, объемная доля пластинчатой

структуры составила $45\pm 5\%$ и $22\pm 3\%$ для СТ и СП, соответственно. Средний размер зерен β -фазы в исходном состоянии составил 1.4 ± 0.1 мкм в листах ВТ6, 1.2 ± 0.2 мкм в ОТ4-1, 1.0 ± 0.1 мкм в ВТ14-СТ и 0.9 ± 0.1 мкм в ВТ14-СП.

Средний размер зерен, объемная доля β фазы закономерно увеличивалась с увеличением температуры отжига, причем теоретические соотношения фаз (определенные с использованием ThermoCalc) и экспериментальные близки (Рис. 2). Рост зерен β -фазы интенсивнее, чем α . Структура сплавов ВТ6 (Рис. 2а,з) и ОТ4-1 (Рис. 2б,д) представлена после отжига зернами околоравноосной формы, тогда как структура листов ВТ14-СТ и ВТ14-СП (Рис. 2в,е) сохраняет неоднородность после отжига и состоит из равноосных и пластинчатых участков. Доля пластинчатой структуры после отжига при 875°C в случае листов ВТ14-СТ составила $25\pm 3\%$, ВТ14-СП- $12\pm 3\%$.

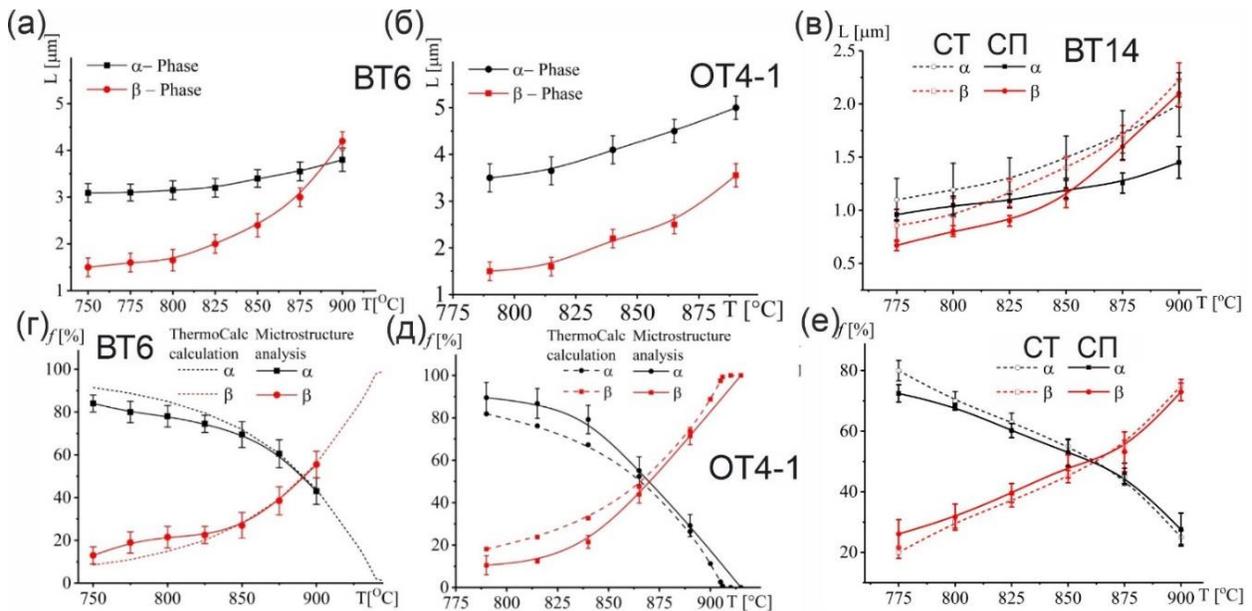


Рис.2 Влияние температуры отжига на размер зерен (а-в) и соотношение фаз (г-е, рассчитанное с использованием ThermoCalc (пунктир) и измеренное(линии))

Температурно-скоростной интервал для проведения испытаний до разрушения при постоянных скоростях деформации был выбран по результатам испытаний с пошаговым уменьшением скорости деформации с 10^{-2} до 10^{-5} c^{-1} в интервале температур $750\text{-}900^\circ\text{C}$, необходимых для анализа показателя скоростной чувствительности напряжения течения (m) (рис. 3). По результатам анализа выбраны следующие, обеспечивающие $m > 0.4$, температурно- скоростные интервалы для проведения испытаний с постоянной скоростью

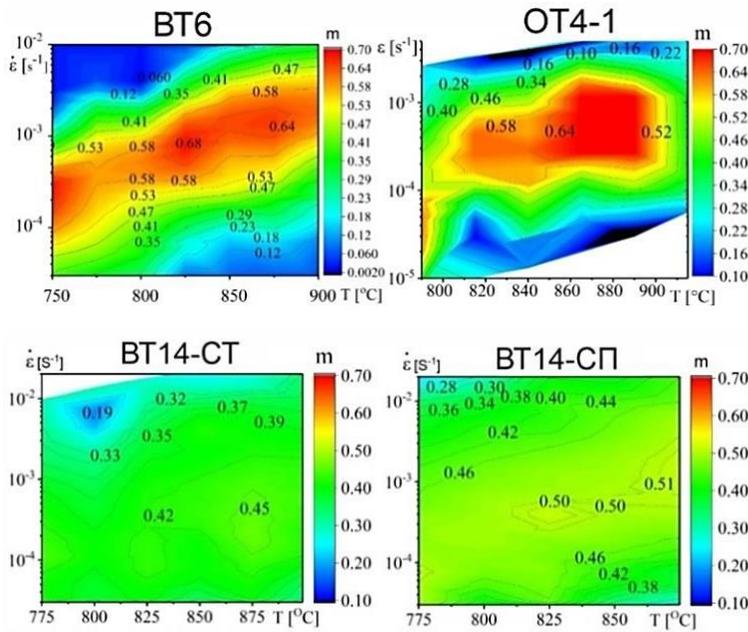


Рис.3 Зависимость показателя скоростной чувствительности напряжения течения (m) от температуры и скорости деформации

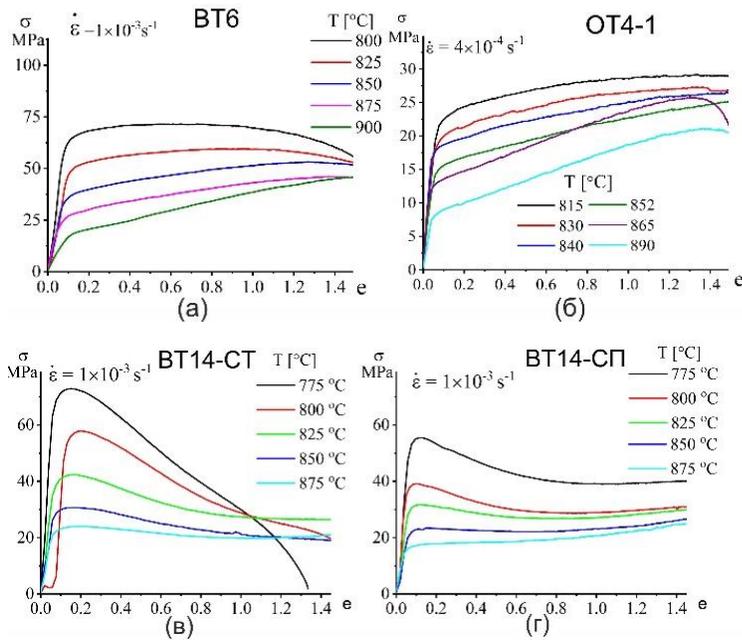


Рис. 4 Кривые растяжения, полученные при различных температурах испытаний и скоростях деформации

температуры и скорости до 200-500% деформации в образцах VT14-CT с большей долей исходной пластинчатой структуры и до 50-100% в образцах VT14-СП с меньшей долей пластинчатой структуры. Напряжение течения закономерно уменьшалось с увеличением температуры и уменьшением скорости деформации (рис.5а-в). Максимальное относительное

деформации: VT6 (800-900 °C/ $(0.3-3) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$), OT4-1 (815-890 °C/ $(2-8) \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$), VT14 (775-875 °C/ $(0.2-8) \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$).

Примеры кривых напряжение - деформация, полученных при постоянных скоростях деформации приведены на рис. 4, а результаты анализа испытаний в исследованном температурно-скоростном диапазоне, включая значения напряжений течения при $e=0.15$, удлинений до разрушения и

коэффициента n (из $\sigma \sim e^n$), характеризующего деформационное упрочнение/разупрочнение на стадии устойчивого течения представлены на рис.5. При деформации с постоянной скоростью в условиях сохранения квазиравномерного течения образцов сплавы VT6 и OT4-1 демонстрируют деформационное упрочнение (рис.4 а,б), а сплав VT14 разупрочнение (рис.4 в,г), наблюдаемое в зависимости от

удлинение 620%, 580 % и 800% обеспечили условия 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-СТ/СП, соответственно (рис. 5г-е). Коэффициент n , характеризующий деформационное упрочнение на стадии устойчивого течения увеличивался от 0 до 0.45-0.55 с увеличением температуры и снижением 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 повышенной долей пластинчатой структуры (рис. 5 ж-з).

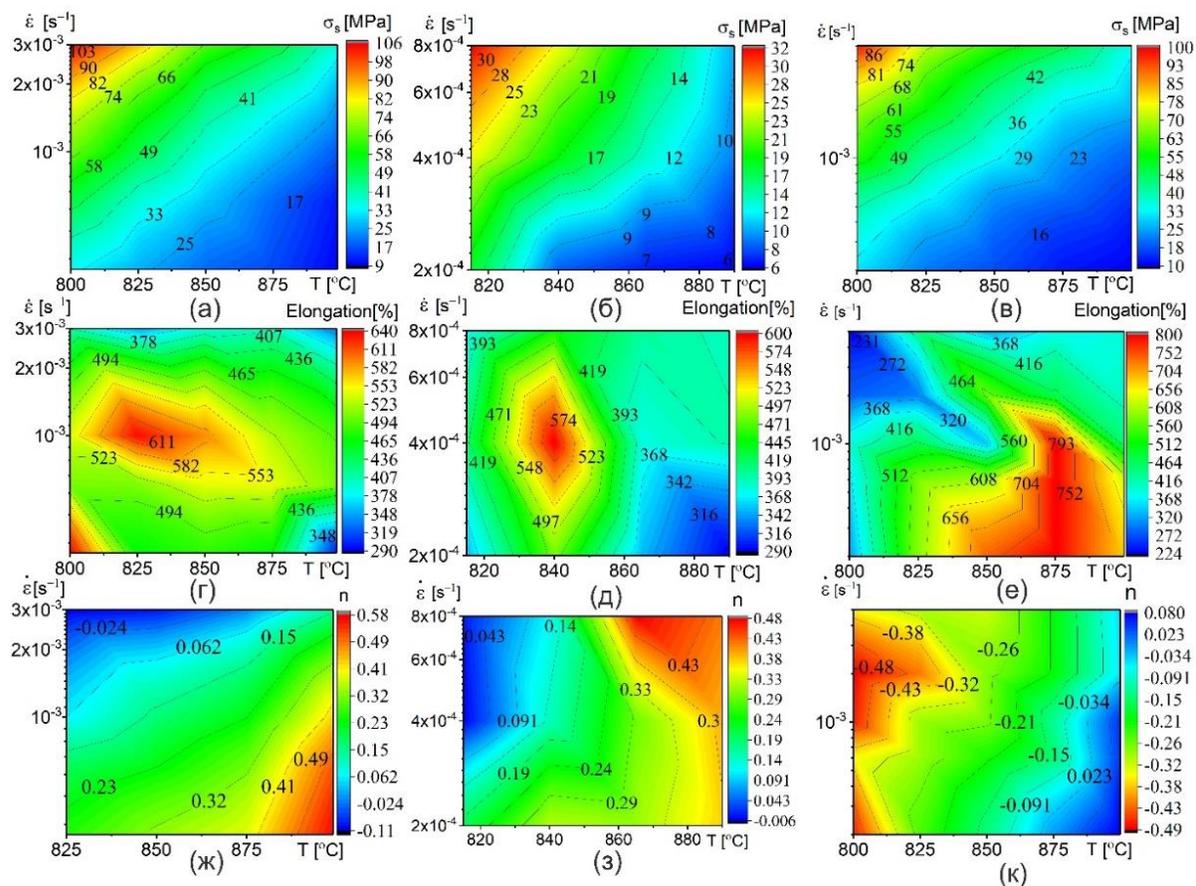


Рис.5. Зависимость напряжения течения в начале стадии устойчивого течения (а–в), удлинения до разрушения (г–е) и коэффициента (n) (ж–к) от температуры и скорости деформации изучаемых сплавов: (а,г,ж) ВТ6, (б,д,з) ОТ4-1, и (в,е,к) ВТ14-СТ.

В Главе 4 представлены результаты анализа эволюции микроструктуры сплавов при сверхпластической деформации по режимам, обеспечивающим наиболее устойчивое и продолжительное течение. Соотношение α/β фаз при сверхпластической деформации практически не менялось, при этом, после деформации 1.6 (400%) во всех сплавах наблюдается более грубая структура, чем перед началом деформации (рис.6).

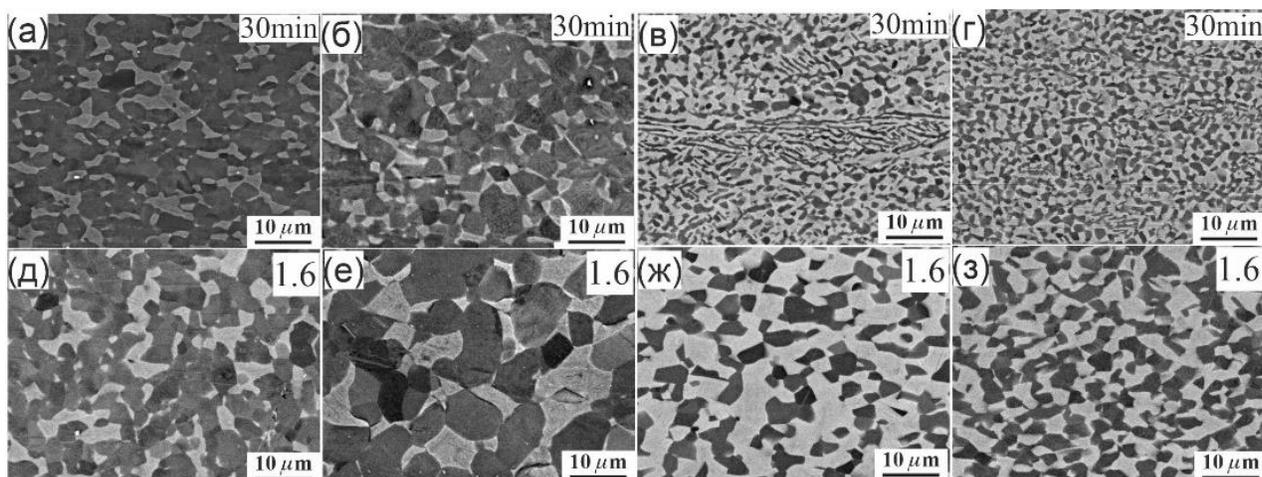


Рис. 6. Микроструктура исследуемых сплавов (а-г) перед началом деформации и (д-з) после деформации 1.6 (400%) при температурно-скоростных условиях, обеспечивающих максимальные удлинения

Рост зерен наблюдается при отжиге и сверхпластической деформации всех сплавов (рис. 7а-в), при этом, практически отсутствует при пониженной температуре 825 °С в сплаве ВТ6, обеспечившей максимальные удлинения (рис.7а, пунктир). Малая остаточная пористость обнаружена в сплаве ВТ6 в оптимальных условиях деформации до разрушения, и не выявлена в остальных сплавах.

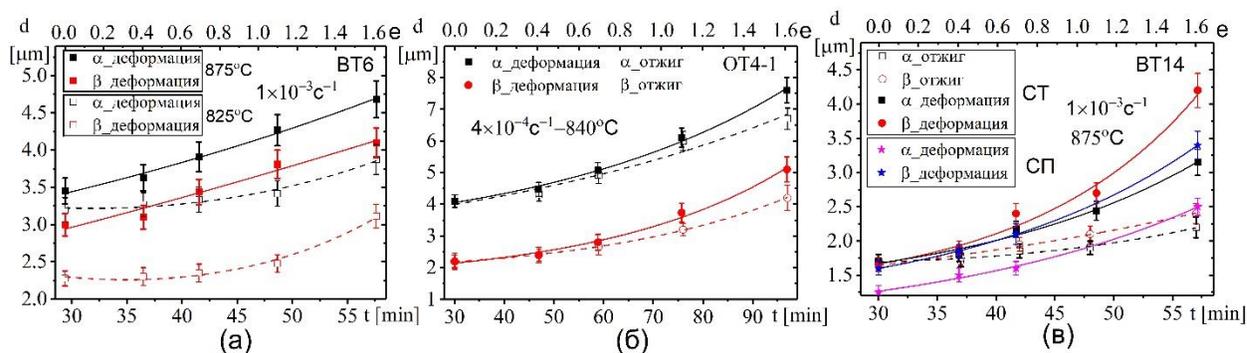


Рис.7. Зависимость размера α и β зерен от степени деформации/времени отжига для сплавов ВТ6 (а), ОТ4-1 (б) и ВТ14 (в)

Скорость динамического роста зерен увеличивается с увеличением температуры и степени сверхпластической деформации, но не превышает 0.1 мкм/мин в сплавах ВТ6 и ОТ4-1 и 0.2 мкм/мин в сплаве ВТ14 при деформации 1.6. Средний размер зерен (Рис.7в) и скорость роста зерен в листах СП сплава ВТ14 меньше, чем в листах СТ. 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.

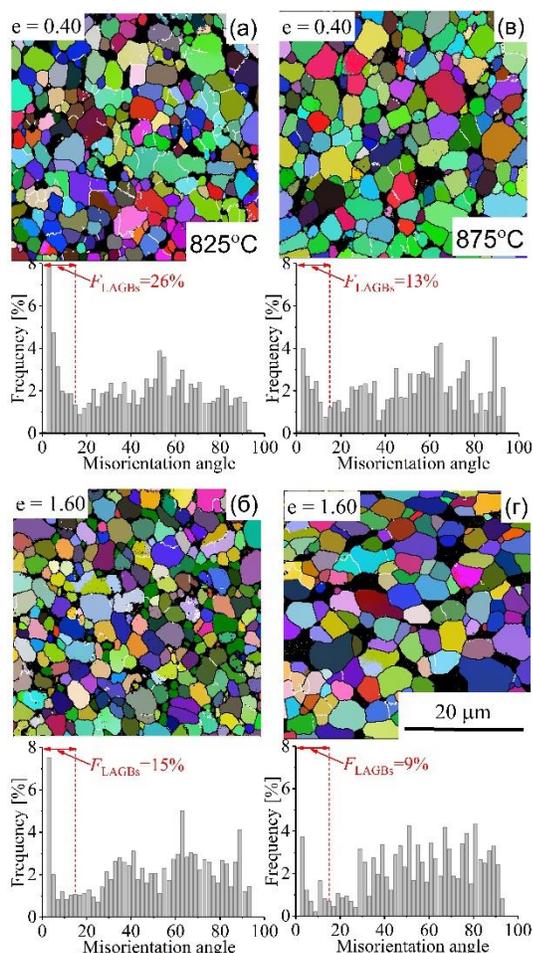


Рис. 8 EBSD-карты распределения границ зерен и соответствующие гистограммы углов разориентировок в сплаве ВТ6 после деформации 0.4 и 1.6 при 825 (а,б) и 875 °С (в,г) (белые линии МУГ, черные – ВУГ)

только динамический рост зерен, без значимых изменений субструктуры, при этом доля МУГ сохранялась на уровне 9-13% (рис.8 в,г).

В сплаве ОТ4-1 при 840 °С доля малоугловых границ зерен уменьшается с 27 до 10% при увеличении деформации от 0 до 0.69 (рис.8 а,б), а при увеличении деформации до 1.6 не меняется ни форма зерен, ни соотношение МУГ/ВУГ, т.е. сплаве ОТ4-1 формирование рекристаллизованной структуры путем динамической рекристаллизации завершается при деформациях менее 0.69 (100%). При этом, по всей видимости, трансформация малоугловых границ в высокоугловые происходит в локальных участках и процесс рекристаллизации не оказывает значимого влияния на изменение напряжения течения или компенсируется динамическим ростом соседних зерен, аналогично сплаву ВТ6.

При температуре деформации 825 °С средний размер зерен в сплаве ВТ6 практически не изменился, составив 3.2-3.3 мкм, а по результатам EBSD-анализа, с увеличением деформации от 0 до 1.6 наблюдали уменьшение доли малоугловых границ (МУГ) с 26 до 15% и соответственное увеличение доли высокоугловых границ (ВУГ) (рис.8а,б). Стабильная зеренная структура, вероятно, является причиной наибольшего относительного удлинения при температуре 825 °С в сплаве ВТ6 (см. рис.5 г). Конкуренция процессов рекристаллизации и роста зерен при деформации, может поддерживать их средний размер на одном уровне. По полученным данным EBSD из-за фазового превращения при охлаждении с температуры деформации невозможно однозначно сказать за счет какой из фаз при высокотемпературной деформации идет рекристаллизация, но можно предположить, что в большей степени за счет более пластичной ОЦК β-фазы. При температуре 875 °С в том же сплаве с увеличением степени деформации наблюдали

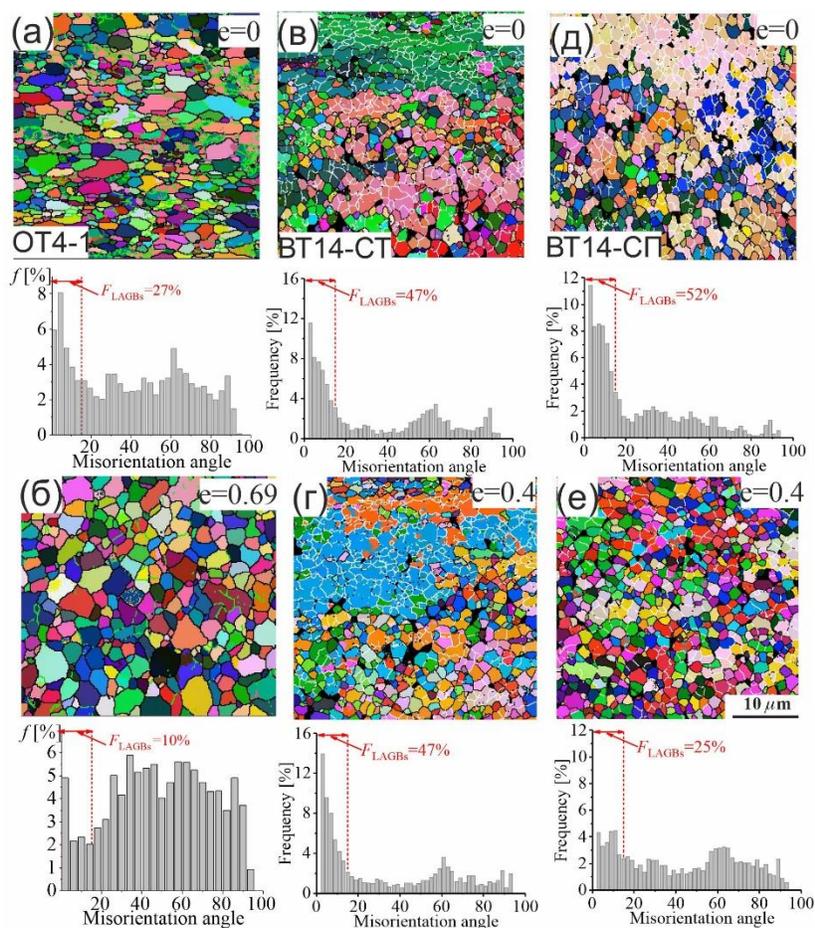


Рис. 9 EBSD-карты границ зерен (белые или зеленые линии МУГ, черные ВУГ) и распределение углов разориентировок зерен (а,в,д) после отжига и (б,г,е)сверхпластической деформации (а,б) при $840\text{ }^{\circ}\text{C}/4\times 10^{-4}\text{c}^{-1}$ для сплава ОТ4-1 (в-е); $875\text{ }^{\circ}\text{C}/1\times 10^{-3}\text{c}^{-1}$ для сплава ВТ14, листов СТ (в,г) и СТ(д,е)

сверхпластической деформации сплава ВТ14, структура которого не успевает сформироваться при нагреве, оказывает существенное влияние на деформационное поведение сплава и является причиной разупрочнения на кривых деформации.

С целью оценки вкладов действующих механизмов деформации при сверхпластическом течении проанализирована эволюция микроструктуры поверхности сплава ВТ14 с маркерными сетками после деформации на начальной стадии от 0 до 0.3 (рис.10) и на установившейся стадии от 0.69 до 1.12 при температуре $875\text{ }^{\circ}\text{C}$ и постоянной скорости $1\times 10^{-3}\text{c}^{-1}$ (рис.11).

В сплаве ВТ14 при оптимальной температуре деформации $875\text{ }^{\circ}\text{C}$ нерекристаллизованные участки с преобладающей субзеренной структурой сохраняются до $\epsilon=1.1$ (200 %) в случае образцов СТ (рис.9в,г) и до $\epsilon=0.4$ (50%) в случае образцов СП (рис.9в,е). Доля малоугловых границ зерен уменьшается с $\approx 50\%$ перед началом деформации (рис.9д,е) до 9 % в образцах СП и 17% в образцах СТ после деформации $\epsilon=1.6$ (400%), приводя к формированию равноосной зеренной структуры. Судя по значительному уменьшению соотношения МУГ/ВУГ, динамическая рекристаллизация при

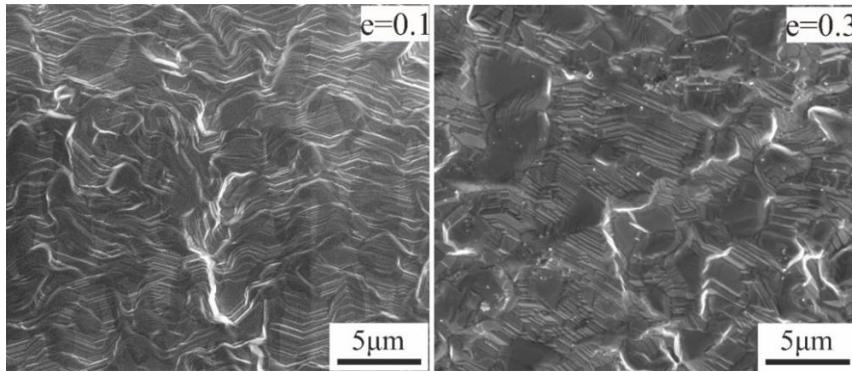


Рис. 10 Микроструктура деформированной поверхности сплава ВТ14-СТ после деформации 0.1 и 0.3 при 875 °С и $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$

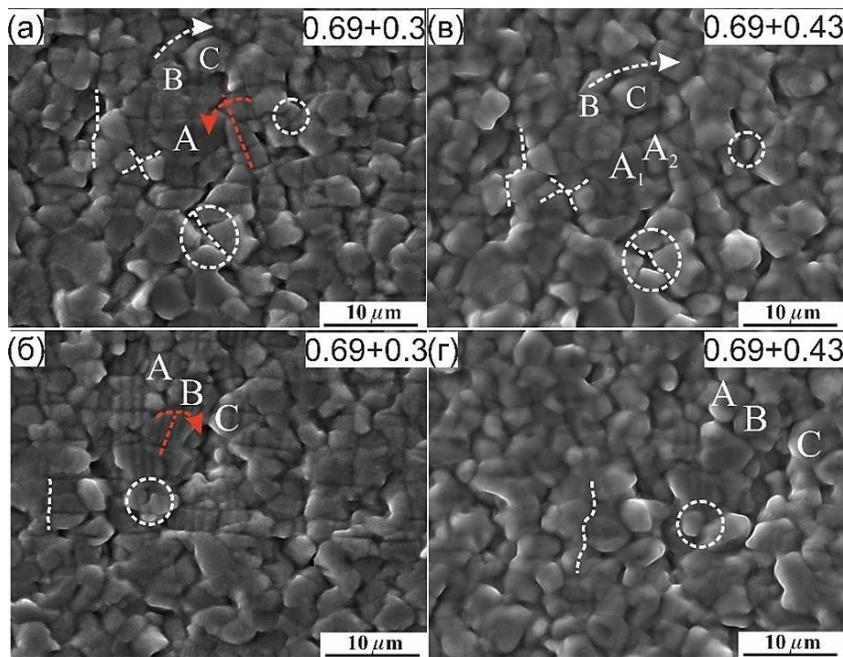


Рис. 11. Эволюция структуры участка деформированной поверхности сплава ВТ14 (СТ) при $e = 0.69 + 0.30$ и $0.69 + 0.43$ при температуре 875 °С и скорости $1 \times 10^{-3} \text{c}^{-1}$

внутризеренной деформации составил около 25% (рис.11а-г).

Анализом ПЭМ изображений сверхпластически деформированных на разную степень от 0.4 (50%) до 1.6 (400%) образцов исследованных сплавов обнаружены дислокации и стенки из дислокаций в теле α -зерен (рис.12, стрелки). Наличие дислокаций и стенок из дислокаций при относительно больших степенях деформации свидетельствует о процессах динамического возврата и действии дислокационных механизмов деформации, которые аккомодируют ЗГС. Наблюдали повышенную плотность дислокаций у межфазных границ, которая также может указывать на аккомодацию зернограничного скольжения в α -фазе в

На начальной стадии деформации от 0 до 0.3 на поверхности зерен обеих фаз образовались ступени и линии сдвига, а маркерная сетка размылась (рис. 10). При этом, отдельные зерна демонстрируют рельеф, характерный для ЗГС.

Анализ эволюции структуры поверхности на установившейся стадии деформации (от 0.69 до 1.12) (рис.11 а-г) обнаружил смещения линий сетки на границах зерен, развороты зерен, смену соседей зерен, т.е. признаки зернограничного скольжения, при этом, вклад ЗГС в общее удлинение, рассчитанный по смещению линий маркеров и углу разворота зерен, превысил 40%, а вклад

процессе ЗГС по межфазным границам, но может быть и следствием фазового превращения при охлаждении. Плотность дислокаций перед началом деформации и при $e = 0.4$ (50%) в образцах ВТ14 качественно выше по сравнению с другими сплавами, а при сверхпластическом течении заметно снижается. Данные ПЭМ анализа согласуются с результатами исследования эволюции структуры поверхности образцов, данными EBSD анализа и подтверждают динамическую рекристаллизацию на начальной стадии течения сплава ВТ14 с доминированием дислокационных механизмов деформации. Значительный вклад ЗГС при больших степенях деформации на стадии установившегося течения является результатом увеличения доли высокоугловых границ в результате динамической рекристаллизации, что активизирует ЗГС.

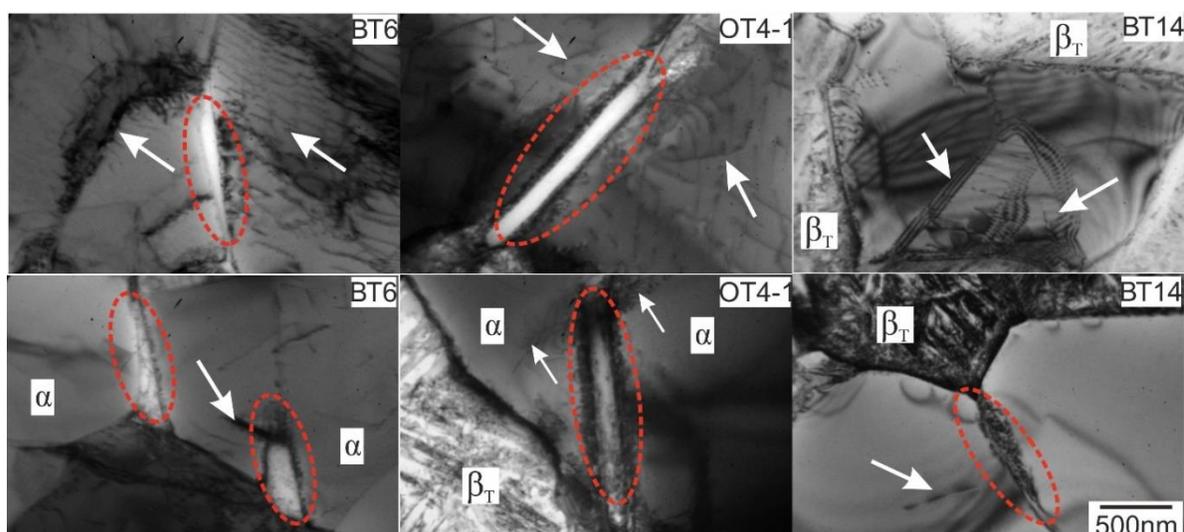


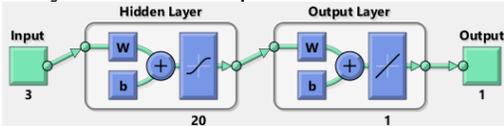
Рис.12. Дислокационная структура после 200% сверхпластической деформации при температуре 875 °С и скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для сплавов ВТ6 и ВТ14 и при температуре 840 °С и скорости $4 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ для сплава ОТ4-1

Другой важной особенностью деформированных образцов, выявленной по результатам ПЭМ анализа, является образование на границах зерен/субзерен и в теле соседствующих α -зерен, при наличии в них стенок из дислокаций, тонких отростков / “усов” β фазы. При этом, детальное исследование дислокационной структуры отоженных образцов и охлажденных в одинаковых условиях не выявило подобных образований. Обнаруженные отростки указывают на действие механизма диффузионного массопереноса, что допустимо, если учесть большую скорость диффузии в β -фазе с ОЦК решеткой. Отметим, что образование β -отростков наблюдали по границам зерен и субзерен, и по дислокационным образованиям, где скорость диффузии выше. Таким образом, диффузионный массоперенос, наряду с дислокационным скольжением/ползучестью может обеспечивать аккомодацию

зернограничного скольжения в сплавах и предупреждать развитие пористости.

Глава 5 представляет результаты математического моделирования поведения течения сплавов ВТ6, ОТ4-1 и ВТ14-СТ по данным испытаний на одноосное растяжение с использованием различных моделей связи напряжения с условиями деформации: модели основанные на уравнении Аррениуса (АСЕ), искусственная нейронная сеть (ИНС), эмпирическая модель, которая включает исходные параметры микроструктуры ($d_{\alpha,\beta}, V_{\alpha,\beta}$), модель Джонсон-Кука и модифицированная модель Джонсон-Кука (таблица 2). Эффективность моделей оценивали с помощью стандартных статистических параметров (коэффициент корреляции (R), абсолютная ошибка среднего (AARE) и корень из среднеквадратической ошибки (RMSE)). Таблица 2 представляет сравнительный анализ полученных статистических величин для каждой модели и соответствующего сплава.

Таблица 2. Сравнение между предлагаемыми моделями на основе статистических показателей (R, AARE и RMSE) для исследуемых сплавов

Модель	Показатель	Сплав		
		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 (D_0) 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 $\sigma = K(t) \times D_0 \times f(\epsilon) \times \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{m_0} \times \left(\frac{T}{T_0} \right)^\theta$	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 $\sigma = (A + B e^n)(1 + C \ln \dot{\epsilon}^*)(1 - T^{*m_1})$	R / R*	0.88	—	—
	AARE [%]	26	—	—
	RMSE [МПа]	13.2	—	—
Модифицированная модель Джонсон-Кука $\sigma = (\sigma_0 + A_1 e^{(X_0 \epsilon)})(1 + C \ln \dot{\epsilon}^*)(\exp(\lambda(T - T_r)))$	R / R*	0.98	—	—
	AARE [%]	4.4	—	—
	RMSE [МПа]	2.5	—	—

$R^* =$ Коэффициент корреляции после проведения перекрестной проверки

Большинство математических моделей за исключением модели Джонсона-Кука опробованной на сплаве ВТ6, подходит для расчета напряжения течения при сверхпластической деформации. Наибольшую точность аппроксимации ожидаемо имела ИНС (Рис.11а-в), однако перекрестная проверка работоспособности ИНС выявила ее

несколько худшую прогнозируемость, чем модели Аррениуса или эмпирической модели учитывающей микроструктурные параметры (Таблица 2, параметр R*).

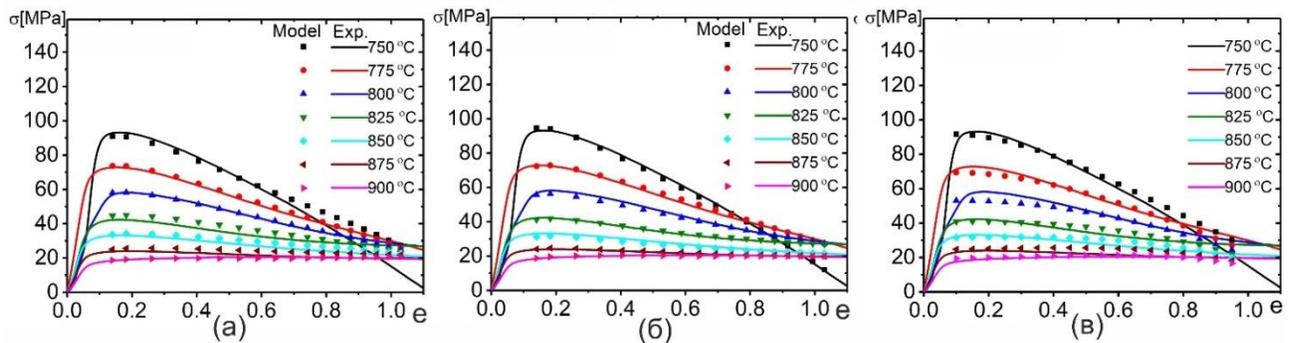


Рис.11. Сопоставление экспериментальных (линии) и расчетных (точки) значений напряжения течения, определенных по разным моделям (а) Аррениус, (б) ИНС и (в) модель учитывающая микроструктурные параметры (пример для образцов VT14-СТ при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ и температур 750-900 °C).

В главе 6 представлены результаты имитационного моделирования методом конечных элементов (МКЭ) и результаты получения сверхпластической формовкой осесимметричных модельных деталей заданной геометрии из сплава VT6 при температурах 825 и 875 °C и скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, и листов VT14-СТ и VT14-СП при 875 °C и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$. Экспериментальные и расчетные значения параметров исследуемых сплавов были использованы с целью моделирования процесса сверхпластической формовки в программе Deform 3D. Зависимость давления газа от времени формовки были скорректированы с целью обеспечения их соответствия оптимальному скоростному интервалу сверхпластичности для каждого сплава, т.е. повышенным значениям m . Визуальный анализ качества поверхности каждой полученной СПФ детали не обнаружил дефектов. Для сплава VT6, распределение толщины, определенное при помощи моделирования находится в хорошем соответствии с толщиной полученной детали при обеих температурах: средняя разница между значениями составила 8 %. Температура формовки 875 °C (Рис. 12б) обеспечила несколько более однородную деформацию по сечению детали чем 825 °C (Рис. 12а), с разбросом деформации в критической области наибольшей скорости деформации составившим 0.43-0.88 и 0.43-0.95, соответственно. При обеих температурах микроструктура образца однородная и мелкозернистая, огрубления в критических точках не наблюдали, а остаточная пористость отсутствовала.

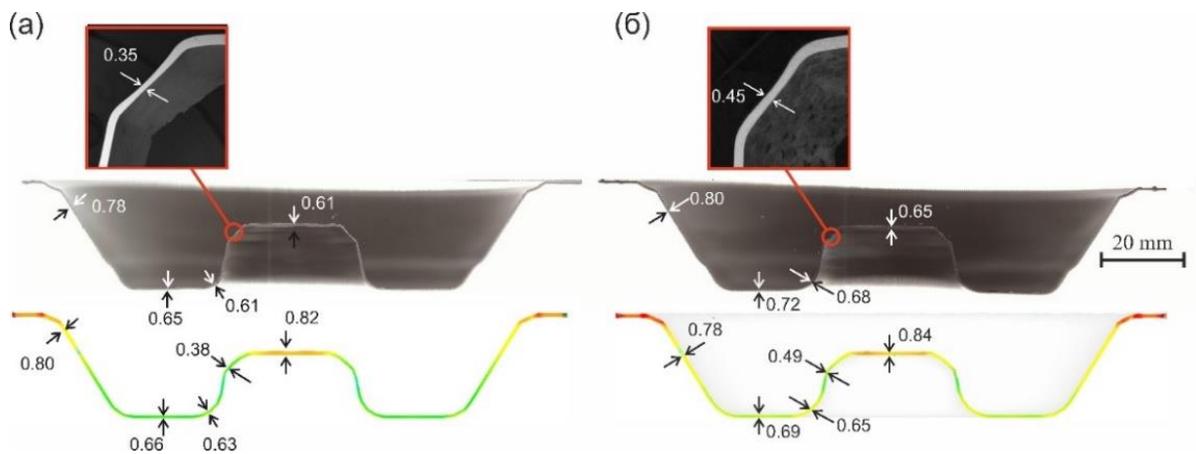


Рис. 12. Распределение толщины по сечению детали из листов сплава ВТ6 по результатам моделирования МКЭ и СПФ при температурах 825 °С (а) и 875 °С (б) со скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$.

Для листов ВТ14-СП толщина в критической области с наибольшей скоростью деформации варьировалась от 0.49 мм до 0.35 мм, что соответствовало деформации 0.8 и 1.05 (Рис. 13а).

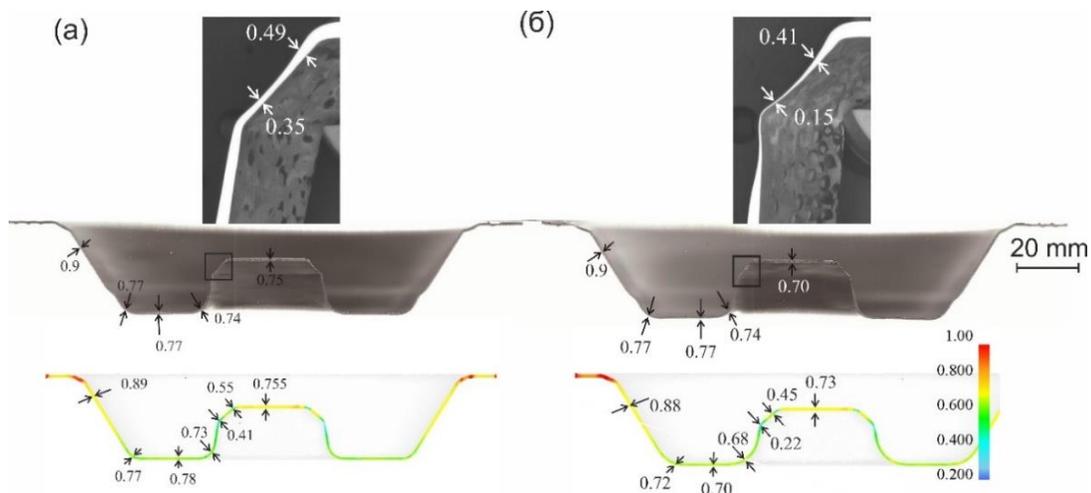


Рис. 13. Распределение толщины по сечению детали из листов СП (а) и СТ (б) сплава ВТ14 по результатам моделирования МКЭ (нижний ряд) и СПФ (верхний ряд) при температуре 875 °С со скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Разнотолщинность существенно больше у листов ВТ14-СТ: толщина варьировалась от 0.41 мм до 0.15 мм, что соответствует истинной деформации 0.9 и 1.95 (Рис. 13б). Оба результата были предсказаны МКЭ с погрешностью не более 10%. Большая скорость, а значит и степень деформации в критических точках приводит к динамической рекристаллизации в этих локальных участках и снижению напряжений, как следствие, происходит значительная локализация течения в листах ВТ14-СТ с повышенной долей пластинчатой структуры (рис. 14 б).

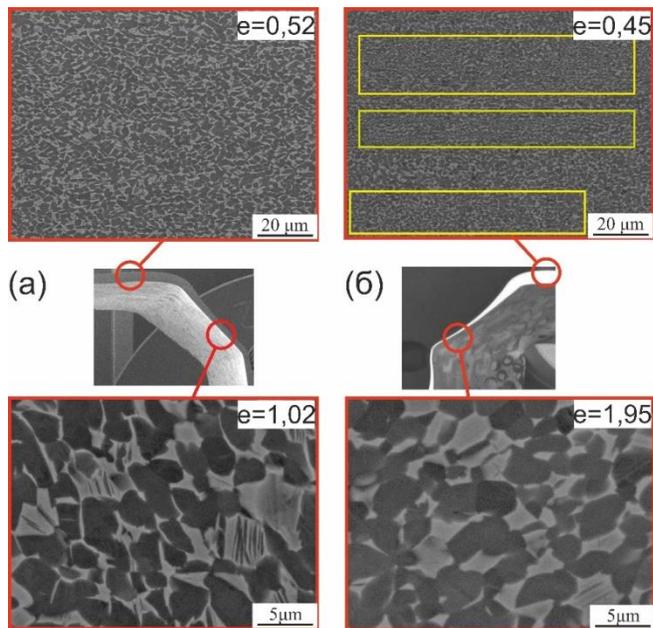


Рис. 14. СЭМ-изображения микроструктур в критических областях в полученных деталях из листов сплава ВТ14-СТ с использованием оптимизированного (а) и обычного (б) режимов СПФ.

детали. Деформация в критических точках уменьшилась с 1.95 при одностадийном до 1.02 при двухстадийном режиме формовки (рис. 14а,б).

Глава 7 описывает результаты исследования влияния легирования Fe и V на микроструктуру и сверхпластичность сплава типа ВТ14. Сплав Ti-4.1Al-3.1Mo-1.1V-1.8Fe-0.1B 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%. Анализ микроструктуры показал, что легирование Fe и V приводит к снижению температуры β -трансуса, и уменьшению температуры равенства α/β фаз до 775 °С, что примерно на 100 °С ниже, чем в сплаве ВТ14. В результате, сплав с Fe и V проявляет признаки сверхпластичности с $m=0.45-0.50$ при температурах 675-775 °С в широкой области скоростей деформации (Рис. 15а). При той же скорости, что и ВТ14, $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, сплав с добавками показал в два раза меньшие напряжения течения, устойчивую продолжительную деформацию с удлинением 1000% при температуре 775 °С (рис.15б), что на 100 °С меньше оптимальной температуры сплава ВТ14, при этом размер зерен образца сплава после разрушения не превысил 3.2 мкм, а остаточной пористости не обнаружено. Относительное удлинение 510% было получено в сплаве модифицированного состава при 675 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Проблема разнотолщинности была решена путем использования двухстадийного режима СПФ при 875 °С, состоящего из 25% деформации с низкой скоростью $2 \times 10^{-4} \text{ c}^{-1}$ с целью подготовки микроструктуры, и последующей формовки детали с оптимальной скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ до полного воспроизведения гравюры матрицы. Использование двухстадийного режима обеспечило формирование более однородной структуры и, как следствие, повышению однородности толщины и микроструктуры по сечению модельной

(Рис. 15б), тогда как сплав ВТ14 при таких условиях не проявлял признаков сверхпластичности.

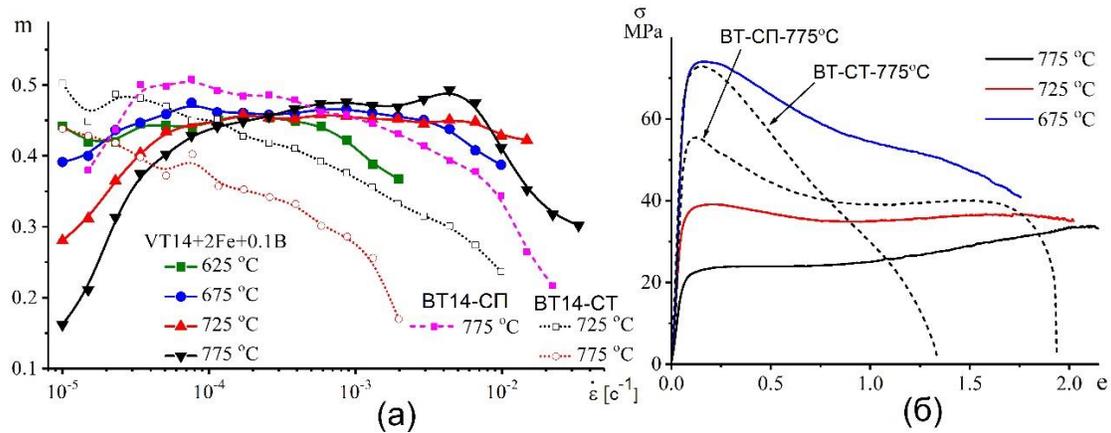


Рис. 15 (а) Зависимость коэффициента m от скорости деформации, полученная анализом зависимости напряжения от скорости по результатам испытаний с пошаговым снижением скорости деформации, и кривые напряжение-деформация, полученные при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ для сплавов ВТ14+1.8Fe+0.1В в сравнении с ВТ14-(СП и СТ) (температуры указаны на графике)

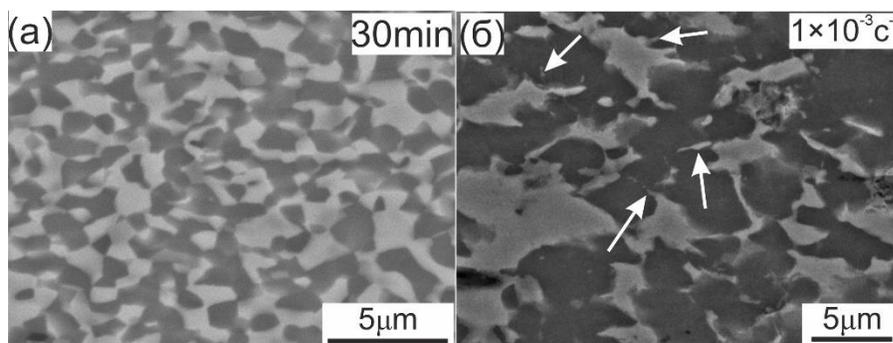


Рис.16. Микроструктура сплава ВТ14+2Fe+0.1В после (а) отжига 30 минут при 775 °С и (б) 1000 % деформации при 775 °С и $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Анализом микроструктуры образцов сплава с Fe и В, деформированных при температуре 775 °С и скорости $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$, методом СЭМ обнаружили искривление

межфазных границ из-за образования отростков β -фазы, формирование которых, как и сплаве ВТ14 при 875 °С, можно считать признаком аккомодации зернограницного скольжения путем диффузионного массопереноса, препятствующего образованию пор (Рис.16б).

Основные выводы

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 $\text{Ti-4.1Al-3.1Mo-1.1V-1.8Fe-0.1B}$ 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 ВТ14 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 зернограницного 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 зернограницного 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 зернограницного скольжения.

Основные результаты работы представлены в публикациях:

Журналы из перечня ВАК

- [1]. Mosleh AO, Mikhaylovskaya AV, Kotov AD, Kwame JS., Experimental, modelling and simulation of an approach for optimizing the superplastic forming of Ti-6%Al-4%V titanium alloy, J. Manuf. Process. 45 (2019) 262–272. doi:10.1016/j.jmapro.2019.06.033.
- [2]. Mosleh AO, Mikhaylovskaya A V, Kotov AD, Sitkina M, Mestre-Rinn P, Kwame JS., Superplastic deformation behavior of ultra-fine-grained Ti-1V-4Al-3Mo alloy: constitutive modeling and processing map, Mater. Res. Express. 6 (2019) 096584. doi:10.1088/2053-1591/ab31f9.
- [3]. Mosleh AO, Mikhaylovskaya A V, Kotov AD, Kwame JS, Aksenov SA., Superplasticity of Ti-6Al-4V Titanium Alloy: Microstructure Evolution and Constitutive Modelling, Materials (Basel). 12 (2019) 1756. doi:10.3390/ma12111756.
- [4]. Котов А.Д., Михайловская А.В., Мослех А.О., Пурсело Т.П., Просвиряков А.С., Портной В.К., Сверхпластичность ультрамелкозернистого титанового сплава Ti-4%Al-1%V-3%Mo, физика металлов и металловедение, 2019, том 120, № 1, с. 63-72.

- [5].Mosleh, A.O.; Mikhaylovskaya, A.V.; Kotov, A.D.; AbuShanab, W.S.; Moustafa, E.B.; Portnoy, V.K. Experimental Investigation of the Effect of Temperature and Strain Rate on the Superplastic Deformation Behavior of Ti-Based Alloys in the ($\alpha+\beta$) Temperature Field. *Metals* 2018, 8, 819. DOI: <https://doi.org/10.3390/met8100819>.
- [6].Mosleh, A.O.; Mikhaylovskaya, A.V.; Kotov, A.D.; Portnoy, V.K. Arrhenius-Type Constitutive Equation Model of Superplastic Deformation Behaviour of Different Titanium Based Alloys. *Defect and Diffusion Forum* 2018, 385, 45–52.
- [7].Mikhaylovskaya, A.V.; Mosleh, A.O.; Kotov, A.D.; Kwame, J.S.; Pourcelot, T.; Golovin, I.S.; Portnoy V. Superplastic deformation behaviour and microstructure evolution of near- α Ti-Al-Mn alloy. *Mater. Sci. Eng. A* 2017, 708, 469–477. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.10.017>.
- [8].Mosleh, A.; Mikhaylovskaya, A.; Kotov, A.; Pourcelot, T.; Aksenov, S.; Kwame, J.; Portnoy, V. Modelling of the Superplastic Deformation of the Near- α Titanium Alloy (Ti-2.5Al-1.8Mn) Using Arrhenius-Type Constitutive Model and Artificial Neural Network. *Metals* 2017, 7, 568. DOI: <https://doi.org/10.3390/met7120568>