

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

На правах рукописи

Постникова Мария Николаевна

Разработка сплавов с низкотемпературной сверхпластичностью на основе системы Ti-Al-V-Mo, легированных эвтектоидообразующими элементами и бором

Специальность 2.6.1

Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель:

к.т.н Котов Антон Дмитриевич

Москва - 2023

Оглавление

Актуальность работы	4
Глава 1. Литературный обзор	10
1.1 Сверхпластическая деформация двухфазных титановых сплавов	10
1.2 Промышленные двухфазные титановые сплавы и параметры, определяющие их сверхпластическое поведение.....	12
1.2.1 Размер зерен перед началом сверхпластической деформации	15
1.2.2 Влияние соотношения объемных долей α - и β -фаз при нагреве до температуры сверхпластической деформации	19
1.3 Выбор легирующих элементов и их концентрации для титановых сплавов для сверхпластической формовки.....	20
1.3.1 Элементы β -стабилизаторы с высокой скоростью диффузии в титане	22
1.3.2 Влияние бора на исходную микроструктуру	26
Заключение	27
Глава 2. Материалы и методика исследования.....	30
2.1 Выбор составов сплавов и получение слитков	30
2.1.1 Сплавы с полной и частичной заменой Mo, имеющие одинаковую температуру β -трансуса.....	31
2.1.2 Сплавы с добавками 0,01-2 мас.% бора.....	32
2.1.3 Сплавы группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co	33
2.2 Анализ фазового состава.....	35
2.3 Режимы термической и термомеханической обработки.....	35
2.4 Методы анализа микроструктуры	36
2.5 Определение показателей сверхпластичности и механических свойств при комнатной температуре.....	38
2.6 Расчет энергии активации	39
2.7 Методика расчета эффективного коэффициента диффузии сплавов	40
Глава 3. Сплавы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co с заменой Mo на Fe/Ni/Co и близкой температурой β-трансуса	42
3.1 Определение фазового состава и температур фазовых превращений группы Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co	42
3.2 Исследование сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co	44
3.2.1 Анализ микроструктуры после горячей прокатки и отжига	44
3.2.2 Показатели сверхпластичности.....	47
3.2.3 Эволюция микроструктуры в процессе сверхпластической деформации	50
3.3 Исследование сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co	56
3.3.1 Анализ микроструктуры после горячей прокатки и отжига	57
3.3.2 Показатели сверхпластичности.....	61

3.3.3	Эволюция микроструктуры в процессе сверхпластической деформации	64
3.4	Анализ механических свойств при комнатной температуре сплавов Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co	67
3.5	Зависимость показателей сверхпластичности от диффузионного параметра	68
	Выводы по главе 3	71
Глава 4.	Сплавы Ti-4Al-3Mo-1V, легированные 0,01 – 2 % В	73
4.1	Анализ фазового состава и исходной микроструктуры сплавов	73
4.2	Анализ микроструктуры после термомеханической обработки	77
4.3	Определение показателей сверхпластичности	79
4.4	Механические свойства после сверхпластической деформации	82
	Выводы по главе 4	83
Глава 5.	Сплавы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B, дополнительно легированные Fe, Ni и Co	85
5.1	Анализ исходной микроструктуры и фазового состава сплавов	85
5.2	Сравнение показателей сверхпластичности	92
5.3	Исследование эволюции микроструктуры сплавов в процессе сверхпластической деформации	97
5.4	Определение механических свойств после сверхпластической деформации	103
5.5	Расчет эффективной энергии активации	105
5.6	Зависимость показателей сверхпластичности от диффузионного параметра сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co	105
	Выводы по главе 5	107
Глава 6.	Влияние содержания молибдена на микроструктуру и показатели сверхпластичности сплавов Ti-4Al-(1-5)Mo-1V-0,1B-1Ni-1Fe	109
6.1	Определение химического и фазового состава	109
6.2	Размер зерна и объемная доля α - и β -фаз после термомеханической обработки и отжига	110
6.3	Определение показателей сверхпластичности	112
6.4	Анализ эволюции микроструктуры в процессе сверхпластической деформации	115
6.5	Механические свойства после сверхпластической деформации	120
6.6	Энергия активации и диффузионные параметры сплавов группы Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe	121
	Выводы по главе 6	123
	Выводы по работе	124
	Список использованной литературы	126

ВВЕДЕНИЕ

Актуальность работы

Сплавы на основе титана широко востребованы в различных отраслях промышленности в силу того, что обладают уникальным комплексом свойств: низкой плотностью и высокой удельной прочностью, превосходной коррозионной стойкостью во многих средах, хорошей жаростойкостью и жаропрочностью. Высокая коррозионная стойкость титановых сплавов во многих агрессивных средах в сочетании с высокими прочностными свойствами позволяет применять их в химической и нефтехимической промышленности. Благодаря хорошим характеристикам жаропрочности сплавы применяют до температур 500-600 °С. Из титановых сплавов обработкой давлением при повышенных температурах изготавливают легкие и прочные детали и конструкции для авиационной и аэрокосмической промышленности, химической и судостроительной отрасли. При этом получение деталей сложной формы из титановых сплавов традиционными методами формообразования является непростой задачей из-за высоких значений напряжений в сочетании с относительно низким модулем упругости, а также высокой чувствительности к параметрам обработки, что приводит к высокому проценту брака на производстве, низкой точности деталей сложной геометрии, производимых из листовых полуфабрикатов. Внедрение сверхпластической формовки (СПФ) листов из титановых сплавов позволяет устранить вышеперечисленные трудности и обеспечивает возможность формообразования малым давлением газа за одну технологическую операцию деталей сложной геометрии с высокой точностью воспроизведения гравюры матрицы, в том числе из труднодеформируемых сплавов, что существенно снижает брак, обеспечивает высокий коэффициент использования металла и, при мелкосерийном производстве, способствует снижению себестоимости изделий. Не менее важным достоинством метода является получение деталей со сниженным уровнем остаточных напряжений, а также с уменьшенным количеством сварных швов.

Среди большого количества титановых сплавов, применяемых для сверхпластической формовки, выделяют двухфазные сплавы ВТ6 (Ti-6Al-4V) и ВТ14 (Ti-4Al-3Mo-1V), которые благодаря стабильной дуплексной структуре имеют хорошие показатели сверхпластичности в сочетании с повышенными прочностными свойствами при комнатной температуре. Однако, сплавы проявляют сверхпластичность в области высоких температур деформации от 850 до 1030 °С. Оптимальная температура сверхпластической деформации определяется требуемым соотношением фаз (зачастую $\alpha/\beta \sim 50/50$ %) и

параметрами формирующейся зеренной структуры. Высокая температура формовки является ключевым недостатком с точки зрения повышенного износа оборудования и штампов, высоких энергетических затрат и снижения качества поверхности получаемого изделия из-за образования альфированного слоя на его поверхности в результате взаимодействия с кислородом при высоких температурах.

Повышение эффективности СПФ листовых заготовок из двухфазных промышленных титановых сплавов возможно двумя способами. Первым способом является формирование ультрамелкозернистой структуры при помощи предварительной термомеханической обработки, в том числе благодаря применению методов интенсивной пластической деформации (ИПД). Измельчение зеренной структуры обеспечивает эффективное снижение температуры СПФ уменьшает напряжение течения и повышает скоростную чувствительность, благодаря облегчению зернограничного скольжения в процессе сверхпластической деформации. Сплавы, подвергнутые интенсивной пластической деформации, характеризуются устойчивым сверхпластическим течением при низких температурах и, как правило, обладают требуемыми для формообразования изделий сложной конфигурации показателями сверхпластичности при достаточно высоких скоростях деформации. Однако, применение методов ИПД значительно повышает стоимость конечных деталей, а также ограничивает их габариты.

Вторым подходом к снижению температуры проявления сверхпластичности является снижение температуры β -трансуса титановых сплавов за счет дополнительного легирования элементами, стабилизирующими β -фазу (Fe, Co, Ni, Nb, Cr, Mo, V) или за счет уменьшения концентрации α -стабилизирующего Al. Более эффективное снижение температуры сверхпластической деформации возможно за счет легирования элементами β -стабилизаторами, обладающими высоким коэффициентом гетеродиффузии в β -титане. Такими элементами являются Fe, Co, Ni и Cr, легирование которыми позволяет снижать температуру полиморфного превращения не только за счет β -стабилизирующего действия, но и за счет активизации контролируемых диффузией механизмов деформации, в том числе, облегчения зернограничного скольжения в условиях пониженных температур.

Снижение температуры СПФ листов титановых сплавов является актуальной задачей, решение которой позволит сократить время получения деталей сложной формы и обеспечит возможность снижения стоимости оборудования за счет увеличения его срока службы. Кроме того, проведение операции формовки при пониженных температурах снизит вероятность формирования альфированного слоя на поверхности изделий и, тем самым, позволит избежать химической обработки поверхности, а также повысит точность размеров и механические свойства конечных деталей. Одним из решений данной проблемы

является разработка титановых сплавов, повышающих эффективность СПФ за счет формирования требуемой микроструктуры при пониженных температурах. Разработанные сплавы будут проявлять сверхпластичность в требуемом интервале температур и скоростей деформации, и обладать повышенными прочностными характеристиками при комнатной температуре после сверхпластической деформации.

Цель и задачи работы

Разработать сплавы на основе системы Ti-Al-Mo-V, способные к проявлению сверхпластичности в условиях пониженных температур при скорости деформации не ниже $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ путем установления закономерностей влияния легирования β -стабилизаторами с высоким коэффициентом диффузии в β -Ti (Fe, Ni, Co) и добавками бора на эволюцию микроструктуры, показатели сверхпластичности и механические свойства при комнатной температуре.

Для достижения данной цели были поставлены **следующие задачи:**

1. Выбрать составы сплавов для исследования и режимы термомеханической обработки, основываясь на литературных данных и фазовых диаграммах состояния;
2. Установить закономерности влияния легирования β -стабилизаторами с разным коэффициентом диффузии в титане на эволюцию микроструктуры и показатели сверхпластичности;
3. Определить влияние добавки бора на формирование структуры в процессе получения листа и при сверхпластической деформации сплавов и объяснить механизмы его влияния;
4. Выбрать концентрацию β -стабилизаторов, необходимую для достижения сверхпластичности при пониженных температурах за счет увеличения объемной доли β -фазы и эффективного коэффициента диффузии сплава при сохранении уровня механических свойств при комнатной температуре.

Научная новизна

1. Установлено, что β -стабилизаторы Fe, Ni и Co, имеющие высокий коэффициент диффузии в β -титане, обеспечивают снижение температуры сверхпластической деформации и улучшение показателей сверхпластичности сплавов Ti-4Al-3Mo-1V не только благодаря росту доли β -фазы в условиях пониженных температур выше установленного критического значения 20 %, но и за счет повышения эффективного коэффициента диффузии.
2. Показано, что увеличение содержания бора до 0,1 мас. % в сплавах Ti-4Al-3Mo-1V обеспечивает модифицирование зеренной структуры на стадии кристаллизации слитка, при этом при концентрациях бора 1–2 % модифицирующий эффект

отсутствует. Малая добавка бора (0,01–0,1 %) обеспечивает значимое снижение напряжения течения на начальной стадии сверхпластической деформации за счет ускорения процессов рекристаллизации и глобуляризации фаз и не оказывает влияния на относительное удлинение.

3. Показано, что увеличение содержания эвтектоидообразующих быстродиффундирующих элементов (Fe, Co и Ni) с 0,5 до 1,8–2 %, обеспечивая повышение доли β -фазы и эффективного коэффициента диффузии сплава, способствует снижению температуры проявления сверхпластической деформации с 825–875 до 625 °С при увеличении относительного удлинения и скоростной чувствительности напряжения течения. Легирование до 2 % Fe и Co и до 0,9 % Ni не приводит к выделению частиц интерметаллидов (или их доля незначительна), что обеспечивает рост прочностных характеристик при комнатной температуре без снижения характеристик пластичности, определяемых при испытаниях на одноосное растяжение в состоянии после сверхпластической деформации и охлаждения на воздухе.

4. Выявлено, что повышение содержания Mo от 1 до 5 % в сложнолегированных сплавах системы Ti-4Al-xMo-1V-1Fe-1Ni-0,1B с быстродиффундирующими в β -фазе Fe и Ni обеспечивает снижение температуры проявления сверхпластичности с 775 до 625 °С и рост относительного удлинения за счет повышения объемной доли β -фазы и снижения скорости динамического роста зерен, способствуя при этом снижению температуры выделения интерметаллидной фазы Ti_2Ni и росту прочностных характеристик и характеристик пластичности.

Практическая значимость работы

1. Показано, что введение 0,5–2 % Fe, 0,9–1,8 % Ni и 2 % Co в сплав типа BT14 обеспечивает сверхпластичность при температурах 625–775 °С с удлинениями 500–1000 % и коэффициентом скоростной чувствительности более 0,45 при промышленно значимой скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

2. Легирование малыми добавками бора сплава Ti-4Al-3Mo-1V (до 0,1 мас. %) обеспечивает измельчение зеренной структуры в процессе кристаллизации и формирование глобулярной рекристаллизованной структуры перед сверхпластической деформацией.

Предложены составы сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-2Fe (зарегистрировано НОУ-ХАУ №075-01002-21-00 от 22.12.2020г), Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-0,9Ni, Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-2Co и Ti-4Al-5Mo-1V-0,1B-1Ni-1Fe, обеспечивающие возможность сверхпластической деформации в условиях пониженных температур 625–700 °С, и обладающими высокими значениями предела прочности (до 1055 МПа) без существенной потери пластичности при комнатной температуре.

Положения выносимые на защиту

1. Закономерности влияния бора от 0,01 до 2 % на параметры исходной микроструктуры, ее морфологию перед началом сверхпластической деформации, характер сверхпластического течения титановых сплавов и природа его влияния;
2. Особенности влияния элементов β -стабилизаторов с разным коэффициентом диффузии в титане на эволюцию микроструктуры во время отжига и в процессе сверхпластической деформации, а также на показатели сверхпластичности в условиях пониженных температур и на механические свойства при комнатной температуре;
3. Закономерности влияния эффективного коэффициента диффузии и доли β -фазы на показатели сверхпластичности сплавов с добавками эвтектоидообразующих β -стабилизаторов.

Актуальность работы подтверждается участием автора в качестве исполнителя в проекте, реализуемом по тематике исследования РНФ № 21-79-10380 «Структурообразование и механизмы сверхпластической деформации титановых сплавов, легированных бета-стабилизаторами и редкоземельными металлами» и в государственном задании № 0718-2020-0030 «Научные основы создания высокотехнологичных ультрамелкозернистых материалов на основе легких металлов с повышенными механическими свойствами и гетерогенной структурой композиционного и дуплексного типа».

Личный вклад автора заключается в проведении экспериментов, постановке задач, анализе полученных результатов, непосредственном участии в подготовке научных публикаций. Автор выражает благодарность и признательность научному руководителю к.т.н. Котову А.Д., а также к.т.н. О.А. Яковцевой, к.т.н. В.В. Чеверикину, к.т.н. А.И. Базлову и к.т.н. Р.Ю. Баркову за помощь в проведении экспериментов и обсуждении результатов. Отдельно автор благодарит к.т.н. А.В. Михайловскую за многочисленные научные консультации, помощь в анализе и интерпретации результатов работы.

Апробация работы

Основные материалы работы были представлены и обсуждены на следующих конференциях: XX Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов — молодых ученых, (2020, г. Екатеринбург), Междисциплинарный научный форум с международным участием «Новые материалы и перспективные технологии», ИМЕТ РАН (2020, г. Москва), «Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов «ФППК-2022» (2022, г. Черноголовка), Всероссийская научно-практическая конференция с международным участием «Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении ИТММ-2022», (2022, г. Пермь),

Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов», Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук, (2022, г. Москва), конференция в рамках XIV Всероссийского конкурса научно-технических работ и проектов в области авиационной и ракетно-космической техники и технологий «Молодежь и будущее авиации и космонавтики» (2022, г. Москва), Международная научная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов», (2019-2023 г. Москва), Научно-технический семинар «Бернштейновские чтения по термомеханической обработке металлических материалов» (2022, г. Москва).

Структура и объем диссертации

Диссертационная работа состоит из введения, шести глав, выводов, списка использованной литературы, включающего 144 источника. Диссертация изложена на 135 страницах и включает 75 рисунков и 30 таблиц.

Глава 1. Литературный обзор

1.1 Сверхпластическая деформация двухфазных титановых сплавов

Благодаря высоким физическим и механическим свойствам, а также широкому интервалу рабочих температур ($\alpha+\beta$)-титановые сплавы широко применяют во многих отраслях промышленности. В то же время титановые сплавы плохо поддаются деформации при комнатной температуре, что является ограничивающим фактором для получения деталей методами холодной прокатки, волочения и штамповки. Многокомпонентные двухфазные титановые сплавы практически не подвергают холодной деформации вследствие сильного деформационного упрочнения. Следовательно, применение деформации титановых сплавов в состоянии сверхпластичности является эффективной операцией с точки зрения получения изделий сложной геометрической формы.

Сверхпластичность - это способность материалов к равномерной пластической деформации до аномально высоких удлинений при повышенных температурах и скоростях и небольших напряжениях [1]–[3]. Феномен сверхпластичности имеет большое технологическое значение для сплавов на основе титана и алюминия. Деформация в состоянии сверхпластичности используется для операции сверхпластической формовки, которая является эффективным методом мелко- и среднесерийного производства изделий сложной формы из листовых заготовок [4]. Метод СПФ позволяет получать детали с высокой точностью воспроизводимости гравюры матрицы за одну технологическую операцию при помощи газа в процессе формовки. Удлинения на сотни и тысячи процентов у сверхпластичных материалов в процессе сверхпластической деформации в отличие от обычной пластической деформации связаны с высокой скоростной чувствительностью напряжения течения. Основными параметрами, обеспечивающими перевод материала в сверхпластичное состояние, является скорость и температура сверхпластической деформации. Так как характер сверхпластического течения определяется температурой и скоростью деформации, то снижение первого и повышение второго фактора позволят повысить эффективность сверхпластической деформации. Для сверхпластичных материалов характерна сигмоидальная скоростная зависимость напряжения течения (σ), которая в свою очередь делится на три участка (рис.1.1). Первая область соответствует низким скоростям сверхпластической деформации, сверхпластическое течение при которых сопровождается слабой зависимостью σ от скорости и низкими значениями относительного удлинения δ и показателя m . Низкие значения δ и m соответствуют и третьему интервалу, в котором скорости сверхпластической деформации слишком высоки,

чтобы обеспечивать стабильное сверхпластическое течение. Более резкая скоростная зависимость напряжения течения и максимальные значения относительного удлинения и показателя скоростной чувствительности m соответствуют 2-му интервалу.

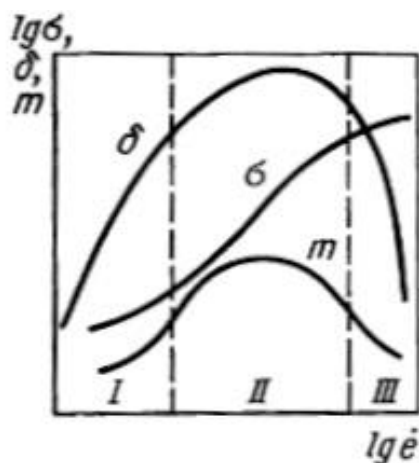


Рисунок 1.1 – Зависимости показателя скоростной чувствительности m , напряжения течения σ и относительного удлинения δ от скорости деформации $\dot{\epsilon}$ [2]

Увеличение температуры деформации приводит к снижению уровня напряжений течения и смещению оптимального диапазона скоростей, соответствующих максимальному показателю скоростной чувствительности m , в сторону более высоких значений. В то же время увеличение температуры не должно превышать диапазон, в котором формируется стабильная мелкозернистая структура, необходимая для достижения высоких показателей сверхпластичности. Диапазон скоростей сверхпластической формовки промышленных титановых сплавов составляет 10^{-3} - 10^{-4} с $^{-1}$, а температура сверхпластической деформации составляет выше $0,5T_{пл}$ ($T_{пл}$ - абсолютная температура плавления сплава) [1], [2]. При превышении этих значений происходит значительный рост зерен и стабильность зеренной микроструктуры снижается, что приводит к снижению сверхпластичности. При достижении необходимой температуры сверхпластическая деформация обеспечивается зернограницным скольжением (ЗГС), которое является основным механизмом для большинства сверхпластичных материалов и аккомодируется диффузионной и дислокационной ползучестью. В то время как при низких температурах сверхпластическая деформация сопровождается нестабильным течением с преобладанием дислокационных механизмов (коэффициент скоростной чувствительности m не превышает 0,3). Влияние температуры на сверхпластическое поведение можно описать при помощи энергии активации. Для большинства сверхпластичных материалов значение энергии активации близко к энергии активации зернограницной самодиффузии [5].

Влияние температуры на сверхпластичность ($\alpha+\beta$)-титановых сплавов описано во многих работах [6], [7]. В них отсчет при определении температуры сверхпластической деформации следует вести от температуры полиморфного превращения-перехода в область β -фазы. Максимальные показатели сверхпластичности промышленных титановых сплавов достигаются при нагреве до температур, не превышающих температуру полиморфного превращения (диапазон таких температур составляет $(0,90-0,93)T_\beta$, где T_β -температура β -трансуса сплава) [8], [9]. Так для наиболее используемых двухфазных титановых сплавов BT6 (Ti-6Al-4V) и BT14 (Ti-4Al-3Mo-1V) температурный интервал сверхпластичности составляет 850-1030 °С [1]. Высокие температуры сверхпластической деформации двухфазных титановых сплавов обусловлены необходимостью получения дуплексной структуры с близким соотношением объемных долей α - и β -фаз ($\alpha/\beta \sim 50/50$ %), которая обладает повышенной термической стабильностью из-за развитой межфазной поверхности, а также характеризуется большой долей пластичной β -фазы, необходимой для достижения высоких показателей сверхпластичности. Высокие температуры сверхпластической деформации титановых сплавов также позволяют облегчить диффузионные процессы, необходимые для достижения высоких относительных удлинений в сочетании с равномерным сверхпластическим течением. Нагрев до таких высоких температур ограничивает применение операции СПФ в массовом производстве высококачественных деталей из-за повышенного износа матриц, а также образования альфированного слоя на поверхности деталей вследствие взаимодействия с кислородом в формовочной среде, что снижает эксплуатационные и механические свойства конечного изделия [10].

Таким образом, повышение эффективности формообразования деталей из двухфазных титановых сплавов методом СПФ возможно при помощи снижения температуры перевода их в сверхпластичное состояние. Решение такой задачи через разработку новых составов или оптимизацию уже используемых ($\alpha+\beta$)-титановых сплавов требует установления влияния параметров исходной микроструктуры, фазового и химического состава, соотношения объемных долей α - и β -фаз и их морфологии на деформационное поведение и температуру сверхпластической деформации.

1.2 Промышленные двухфазные титановые сплавы и параметры, определяющие их сверхпластическое поведение

Научный и практический интерес к двухфазным титановым сплавам обусловлен сочетанием в них комплекса важных для промышленности свойств, таких как высокая

прочность и пластичность в сочетании с низкой плотностью, хорошей обрабатываемостью и высокой стойкостью к коррозии [11], [12]. Сплавы ВТ6 и ВТ14 являются достаточно универсальными и применяются для получения листовых заготовок и штамповок [13]. Востребованность сплавов ВТ14 и ВТ6 для операции сверхпластической формовки связана с их высокими прочностными характеристиками в сочетании с низкими значениями плотности, близкими к чистому коммерческому титану при комнатной температуре (таблица 1). Механические свойства этих двухфазных сплавов сильно зависят от параметров обработки, таких как скорость и температура деформации [14]. Поэтому для достижения высоких характеристик прочности двухфазных титановых сплавов важно изучать особенности их деформационного поведения и устанавливать взаимосвязь исходной микроструктуры и свойств. Повышение прочности сплавов ВТ6 и ВТ14 можно достигнуть при помощи предварительной термической обработки [15], [16]. Так, одним из известных видов упрочняющей термообработки сплава ВТ6 является твердорастворное упрочнение в сочетании с закалкой и дальнейшим старением, которое позволяет повысить предел прочности за счет превращения β -фазы в мартенситную α' -фазу, которая в результате старения распадается на равноосные α и β -фазы [17]–[20].

Таблица 1 – Сравнение плотности и прочности коммерческого чистого титана (CP-Ti) и сплавов ВТ14 и ВТ6 при температуре 20 °С [21]

Сплав	Плотность [г/см ³]	Предел прочности [МПа]
CP-Ti	4,51	400
Ti-6Al-4V	4,43	895
Ti-4Al-3Mo-1V	4,51	1380

Сплав ВТ6 относится к системе Ti-Al-V [22], [23] и содержит 6% Al и 4% V и является одним из наиболее популярных материалов для изготовления сборных и сварных авиационных и аэрокосмических конструкций, баллонов, работающих в условиях криогенных (196 °С) и повышенных температур (до 450 °С). Такая востребованность обусловлена не только широким диапазоном рабочих температур, но и комплексом высоких механических и технологических свойств. Сплавы типа Ti-6Al-4V применяют в судостроении, автомобильной промышленности и в сооружениях, работающих в контакте с морской водой. Оптимальная температура сверхпластической деформации сплава ВТ6 составляет 920-1000 °С, нагрев до которых обеспечивает формирование микроструктуры с объемной долей β -фазы, равной 40-50 % [24], [25]. При нагреве до такой температуры формовки возрастает интенсивность процессов окисления, что приводит к образованию

α -слоя на поверхности листовой заготовки и конечного изделия, снижающего его механические характеристики при температуре эксплуатации. Помимо образования альфированного слоя, высокотемпературный нагрев сопровождается повышением диффузии газов, которыми насыщается листовой полуфабрикат, что приводит к снижению его пластичности. При высоких температурах кислород диффундирует в поверхность заготовки, тем самым стабилизируя α -область. Насыщенный кислородом α -слой очень хрупкий и подвержен образованию микротрещин в процессе деформации а, следовательно, материал будет иметь низкую усталостную прочность. Удаление α -слоя достаточно дорогостоящий процесс и может приводить к водородному охрупчиванию. Снижение температуры сверхпластической деформации сплава ВТ6 ограничено значительным повышением напряжения. Так в процессе сверхпластической деформации сплава ВТ6 при стандартной температуре 900 °С со скоростью $3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ напряжение составило 35 МПа [7]. Сверхпластическая деформация при более низких температурах (815 и 760 °С) сопровождалась повышением напряжения до 60 МПа и 100 МПа, соответственно.

Сплав ВТ14 (Ti-4Al-3Mo-1V) также широко применяется во многих отраслях промышленности благодаря комплексу механических характеристик в сочетании с высокими показателями сверхпластичности при температуре 870 °С [9], [26], [27]. Температура полиморфного превращения сплава Ti-4Al-3Mo-1V находится в диапазоне от 920 до 950 °С. ВТ14 является первым термически упрочняемым титановым сплавом, произведенным отечественной промышленностью [27]. Благодаря своей высокой прочности применяется в отожженном состоянии. Однако, в закаленном или отожженном состоянии имеет удовлетворительные показатели пластичности при комнатной температуре, а после закалки с последующим старением демонстрирует еще более высокую прочность [28]. Значительный прирост прочности наблюдается при закалке с температур двухфазной области (900–910 °С), что объясняется образованием метастабильных фаз. Как и большинство титановых сплавов, ВТ14 в отожженном или состаренном состоянии обладает высокой коррозионной стойкостью во многих агрессивных средах. Рекомендованные температуры его длительной эксплуатации не превышают 400-500 °С, а при кратковременном воздействии может использоваться до 750 °С.

Так как наибольшее практическое значение имеет структурная сверхпластичность, исходная микроструктура оказывает основное влияние на сверхпластическое поведение сплавов. Стабильная при повышенных температурах мелкозернистая структура с равноосными зёрнами α - и β -фаз является основным фактором, определяющим сверхпластическое течение сплавов с дуплексной структурой [1], [29]. Перед началом сверхпластической деформации двухфазные титановые сплавы отличаются типом

микроструктуры, формирующейся в результате предварительной термомеханической обработки. В первом случае сплавы характеризуются мелкозернистой равноосной рекристаллизованной структурой с преобладанием высокоугловых границ зерен перед началом сверхпластической деформации [30], [31]. Как правило, процессы рекристаллизации проходят при нагреве до температуры сверхпластической деформации. Формирование такого типа микроструктуры осуществляется при помощи предварительной термомеханической обработки, такой как ИПД. Рекристаллизованная равноосная структура перед сверхпластической деформацией свойственна сплаву Ti-6Al-4V. Ко второму типу относятся сплавы с нерекристаллизованной или частично рекристаллизованной структурой перед началом сверхпластической деформации. Сплав Ti-4Al-3Mo-1V имеет исходную частично нерекристаллизованную структуру, в которой наряду с вытянутыми зернами наблюдаются равноосные зерна. В этом случае рекристаллизация является динамической, так как начинается в процессе сверхпластической деформации, в результате чего в сплавах формируется мелкозернистая структура, обеспечивающая стабильное сверхпластическое течение и высокие относительные удлинения.

Таким образом, сверхпластичность двухфазных титановых сплавов определяется такими параметрами исходной микроструктуры, как средний размер зерен и объемная доля α - и β -фаз при температуре сверхпластической деформации. Поэтому при разработке новых двухфазных титановых сплавов, проявляющих сверхпластичность в области пониженных температур, важной задачей является изучение влияния параметров микроструктуры на особенности сверхпластического поведения сплавов при снижении температуры деформации.

1.2.1 Размер зерен перед началом сверхпластической деформации

Так как ЗГС является основным механизмом сверхпластической деформации при повышенных скоростях для большинства сверхпластичных материалов, средний размер зерен перед началом деформации является определяющим фактором [32], [33]. Известно, что сверхпластичность в сплавах проявляется при формировании микроструктуры со средним размером зерна менее ≈ 10 -15 мкм [1], [9] и чем меньше этот параметр, тем лучше характеристики сверхпластичности, что непосредственно касается и группы сверхпластичных титановых сплавов. Промышленные титановые сплавы, применяемые для сверхпластической деформации, как правило имеют стабильную мелкозернистую структуру. При уменьшении среднего размера зерна и увеличении температуры диапазон

оптимальных скоростей сверхпластической деформации, соответствующий 2-ому интервалу (рис.1.1), смещается в сторону высоких скоростей. Таким образом, сверхпластичность при высоких скоростях деформации и пониженных температурах можно получить в сплавах с мелкозернистой (размер зерна ≤ 10 мкм) структурой. Кроме того, мелкозернистая структура является наиболее благоприятной с точки зрения облегчения ЗГС, что в свою очередь приводит к снижению напряжения течения и повышению скоростной чувствительности [1], [29], [34]. Для осуществления формообразования в интервале повышенных скоростей 10^{-2} - 10^{-3} с⁻¹ при высоком значении показателя скоростной чувствительности m сплав должен характеризоваться термически стабильной мелкозернистой структурой [35]. С увеличением размера зерна напряжение течения возрастает, а коэффициент скоростной чувствительности m снижается. При постоянном напряжении течения, которое соответствует области максимальной сверхпластичности (2), зависимость среднего размера зерен сверхпластичных материалов от скорости деформации описывается следующим уравнением [1]:

$$\dot{\epsilon} \sim d^{-a} \quad (1)$$

где $\dot{\epsilon}$ – скорость сверхпластической деформации во 2-ом интервале скоростной зависимости напряжения течения, с⁻¹;
 d – средний размер зерен, мкм;
 a – экспонента, значение которой находится в диапазоне 2-3 для сплава ВТ6 [36].

Сплавы, размер зерен которых составляет менее 1 мкм, относятся к ультрамелкозернистым (УМЗ) сплавам и имеют большое научное и практическое значение в связи с тем, что обладают уникальным комплексом механических и технологических свойств [37]–[39]. УМЗ материалы, как правило, характеризуются высокими прочностными и функциональными свойствами, хорошей пластичностью и вязкостью разрушения, что делает их перспективными материалами для практического применения во многих отраслях промышленности [39]–[41]. Интерес к материалам с УМЗ структурой обусловлен также возможностью реализации низкотемпературной и высокоскоростной сверхпластической деформации, что важно для увеличения эффективности метода СПФ. Повышение показателей сверхпластичности и снижение уровня напряжений в сплавах с мелкозернистой структурой обусловлено облегчением зернограницного скольжения в процессе сверхпластической деформации [29], [34], [42]. В случае титановых сплавов с дулексным типом микроструктуры формирование ультрамелких зерен является

результатом рекристаллизации и сфероидизации пластин α - и β -фаз. Для управления этими процессами важно понимать влияние параметров термомеханической обработки на исходную микроструктуру. Как правило, перед термомеханической обработкой двухфазные титановые сплавы характеризуются пластинчатой ($\alpha + \beta$)-структурой. Чем тоньше пластины α - и β -фаз, тем в более мелкие зерна они могут трансформироваться при дальнейшей обработке. Следовательно, основным назначением термомеханической обработки промышленных титановых сплавов является формирование мелкозернистой глобулярной структуры перед началом СПФ. Как правило, нагрев и выдержка в двухфазной области обеспечивают прохождение динамической рекристаллизации и приводят к формированию структуры с равноосными зернами α - и β -фаз. При последующем нагреве в β -область и закалке происходит полиморфное превращение в зернах β -фазы, а в зернах α -фазы сохраняется однофазная структура. Достаточно высокие показатели сверхпластичности титановых сплавов достигаются после закалки из β -области и последующей горячей прокатки в двухфазной ($\alpha + \beta$)-области, в результате которой формируется мелкозернистая равноосная дулексная структура [43]. Образование такого типа микроструктуры, наиболее благоприятного с точки зрения сверхпластичности, происходит в результате $\beta \rightarrow \alpha$ превращения при охлаждении и обратного превращения при нагреве в сочетании с высокой диффузионной способностью β -фазы с ОЦК решеткой.

Одним из подходов к формированию ультрамелкозернистой и равноосной микроструктуры, необходимой для проведения сверхпластической формовки при пониженных температурах, является ИПД (интенсивная пластическая деформация) [44]. Уменьшение среднего размера зерна методами ИПД приводит к смещению оптимального температурно-скоростного интервала проявления сверхпластичности в сторону более низких температур и/или более высоких скоростей сверхпластической деформации [1]–[3], [45]. Предыдущие исследования показали, что формирование УМЗ структуры в титановых сплавах приводит к увеличению их прочности при комнатной температуре и характеристик сверхпластичности при повышенных температурах [1], [2]. Закономерности развития низкотемпературной сверхпластичности в УМЗ титановых сплавах, полученных методами ИПД, изучались в работах [46], [47] в основном на примере ($\alpha + \beta$)-сплавов. В то же время эффективность применения ИПД ограничена небольшими размерами образцов и необходимостью использования специального оборудования. Титановые сплавы подвергают следующим методам интенсивной пластической деформации: кручение под высоким давлением (КВД); равноканальное угловое прессование (РКУП) и ковка [48]–[51]. Так, использование РКУП для сплава ВТ6 привело к уменьшению среднего размера зерен с 11 до 0,3 мкм и формированию равноосной структуры, что в свою очередь позволило

достичь относительного удлинения 480 % при деформации при температуре 700 °С со скоростью $1 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ [6]. Метод КВД способствовал более эффективной подготовке микроструктуры и, соответственно, получению более высоких показателей сверхпластичности в сплаве ВТ6 [52], [53]. Например, при увеличении числа оборотов в процессе КВД в образце из сплава ВТ6 росло число высокоугловых границ и волокнистая структура трансформировалась в более равноосную. В результате одноосного растяжения с таким типом микроструктуры, относительное удлинение в процессе сверхпластической деформации со скоростью 10^{-4} с^{-1} при температуре 600 °С достигло 790 % [52]. В другой работе удалось также получить ультрамелкозернистую структуру в сплаве ВТ6 методом КВД, что в результате позволило достичь удлинения 815 % с еще более высокой скоростью, равной $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 700 °С [46]. Другой операцией, позволяющей получить мелкозернистую структуру, являетсяковка при температурах 850–1150 °С. Однако, менее однородное распределение деформации по сечению ковальной заготовки в результате разности в степени деформации между поверхностью и осью заготовки приводит к более низким показателям сверхпластичности по сравнению с прокаткой в двухфазной области. В результате термомеханической обработки двухфазных титановых сплавов выше температуры превращения $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ формируется пластинчатая микроструктура, состоящая из пластин α -фазы, между которыми расположена β -фаза. В зависимости от скорости охлаждения меняется и морфология пластинчатой структуры. При низкой скорости охлаждения структура состоит из колоний α -фазы, при средней скорости образуется структура корзиночного плетения, при высокой скорости охлаждения может образовываться видманштеттова структура или структура мартенсита при закалке в воду [54].

При термомеханической обработке ниже температуры β -трансуса, то есть в $(\alpha + \beta)$ -области формируется структура с первичной α -фазой, стабильной до комнатной температуры, при этом β -фаза трансформируется частично. Помимо температуры деформации на морфологию микроструктуры и размер зерен α -и β -фаз оказывают влияние другие параметры термомеханической обработки, такие как скорость и степень деформации. Морфология пластинчатой структуры зависит от скорости охлаждения и может состоять из колоний пластин α -фазы при низкой скорости охлаждения. В результате деформации двухфазных титановых сплавов при температуре выше превращения $\alpha + \beta \rightarrow \beta$ происходит динамическая рекристаллизация. Новые зерна зарождаются на границах первичных β -зерен, образуя цепочки.

1.2.2 Влияние соотношения объемных долей α - и β -фаз при нагреве до температуры сверхпластической деформации

Наряду с размером и морфологией зерна, соотношение объемных долей α - и β -фаз оказывает влияние на сверхпластичность двухфазных титановых сплавов [33]. Коэффициент скоростной чувствительности m , определяющий способность сплавов к устойчивой сверхпластической деформации и возможность достижения больших равномерных деформаций, зависит от размера зерен и их стабильности при нагреве до температуры сверхпластической деформации, что в титановых сплавах определяется в том числе соотношением объемных долей α - и β -фаз и их морфологией [55]. Для большинства двухфазных титановых сплавов, в том числе для сплава ВТ14, для формирования структуры, обеспечивающей достаточно высокие показатели сверхпластичности, достаточно от 20 до 50 % β -фазы [33]. Так, для достижения высоких показателей сверхпластичности в сплаве Ti-6Al-4V требуется 40-50 % β -фазы, а для сплава Ti-5,5Al-1Fe достаточно 14 % β -фазы [56]. Как правило, наилучшие показатели сверхпластичности достигаются при формировании гетерогенной структуры с приблизительно равной объемной долей α - и β -фаз [1], [57].

В титановых сплавах α - и β -фазы имеют разное кристаллическое строение и отличаются характером деформации при высоких температурах. α -фаза характеризуется меньшим числом систем скольжения и на два порядка меньшим коэффициентом самодиффузии по сравнению с β -фазой. Как следствие, α -фаза имеет меньшую пластичность чем β -фаза в процессе сверхпластической деформации. Увеличение количества β -фазы с ОЦК решеткой приводит к снижению температуры β -трансуса сплава и значительно улучшает показатели сверхпластичности [57]–[59]. Таким образом, в процессе сверхпластического течения α -фаза с ГП решеткой будет являться упрочняющей фазой, в то время как β -фаза с ОЦК решеткой будет более пластична. В связи с высокой диффузионной способностью β -фазы скорость роста β -зерен достаточно высока при нагреве до температуры сверхпластической деформации. Более высокая объемная доля β -фазы снижает показатели сверхпластичности из-за склонности к росту зерен ввиду высокой диффузионной способности, а малая объемная доля β -фазы ограничивает достижение высоких значений показателей сверхпластичности из-за ослабления диффузионно-контролируемых механизмов сверхпластической деформации. В то время как роль α -фазы заключается в сдерживании динамического роста зерен и обеспечении термически-стабильной микроструктуры с достаточной объемной долей

высокодиффузионной β -фазы. В работе [60] было показано, что при увеличении объемной доли β -фазы происходит уменьшение площади границ зерен α/α , и, следовательно, снижение их вклада зернограницного скольжения в общую деформацию.

Прочность двухфазных титановых сплавов при комнатной температуре также зависит от соотношения объемных долей α - и β -фаз. Увеличение объемной доли β -фазы в матрице α -фазы приводит к росту предела прочности и достижению его максимума при формировании гетерогенной структуры, то есть с близким соотношением α - и β -фаз. Прирост прочности возникает в результате формирования мелкозернистой структуры в результате деформации при температуре двухфазной области, обеспечивающей микроструктуру с соотношением α - и β -фаз близком к 50/50 %. При росте объемной доли β -фазы более 50 % происходит снижение количества α -фазы в матрице β -фазы, что приводит к падению прочности до значений, соответствующих сплавам, микроструктура которых представлена только β -фазой [61]. Увеличение доли β -фазы также способствует повышению ударной вязкости, пластичности, прокаливаемости и снижению модуля упругости [62].

1.3 Выбор легирующих элементов и их концентрации для титановых сплавов для сверхпластической формовки

Выбор легирующих элементов в двухфазных титановых сплавах связан с необходимостью получения высокой прочности и жаропрочности в сочетании с требуемой пластичностью. Легирующие элементы оказывают влияние на температуру полиморфного превращения ($T_{\text{пп}}$) и фазовый состав титановых сплавов. В зависимости от влияния на температуру полиморфного превращения легирующие элементы в титане подразделяются на три группы. К первой группе относятся элементы, расширяющие область существования α -фазы и повышающие $T_{\text{пп}}$. Такие элементы называют α -стабилизаторами, к ним относятся: O, Al, N, C, Ce, Ga, La. Вторую группу составляют элементы, понижающие температуру полиморфного превращения, их называют β -стабилизаторами. Такие элементы подразделяются на две подгруппы: изоморфные β -стабилизаторы (V, Nb, Mo, Ta), имеющие близкие размеры атомов к титану, и эвтектоидобразующие β -стабилизаторы с меньшими размерами атомов по сравнению с титаном, образующие бинарные диаграммы с эвтектоидным превращением, тем самым обеспечивая твердорастворное упрочнение. К третьей группе относятся элементы, не оказывающие влияние на температуру полиморфного превращения (Sn, Zr, Hf), которые называют нейтральными упрочнителями.

Одним из основных легирующих элементов в двухфазных титановых сплавах, в том числе и в сплаве ВТ14, является Мо, который может подавлять процессы рекристаллизации и сфероидизации в процессе отжига ввиду его низкого коэффициента гетеродиффузии, что снижает показатели сверхпластичности. Не менее важным легирующим элементом промышленных титановых сплавов является Al, относящийся к группе α -стабилизаторов, и обладающий низкой плотностью. Следовательно, α -сплавы имеют более низкую плотность, чем β -сплавы, поскольку последние легированы более тяжелыми элементами в значительных количествах, такими как Мо и V. Добавка 4 % Al позволяет повысить характеристики прочности и жаропрочности. Увеличение концентрации алюминия обеспечивает рост сопротивления ползучести сплава, а также стойкости к окислению. Однако, повышение прочности приводит к снижению характеристик пластичности. Увеличение содержания Al более 9 % приводит к охрупчиванию сплава из-за образования интерметаллидных соединений фазы Ti_3Al . Поэтому предельное количество Al или других α -стабилизаторов при разработке новых сплавов определяют по алюминиевому эквиваленту, предложенному Розенбергом (2):

$$[Al]_{eq.} = X_{(Al)} + 1/3 X_{(Sn)} + 1/6 X_{(Zr)} + 10 X_{(O)} \quad (2)$$

где $[Al]_{eq.}$ – алюминиевый эквивалент;

X - массовое содержание легирующего элемента в сплаве [63].

Уровень легирования титановых сплавов β -стабилизаторами можно выразить через эквивалентную концентрацию Мо, обеспечивающую такое же количество β -фазы в исследуемом сплаве, как и в бинарном сплаве системы Ti-Мо. В случае сложнолегированных сплавов эквивалентное содержание легирующих элементов по отношению к концентрации Мо оценивают по следующей формуле [64]:

$$[Mo]_{eq.} = X_{(Mo)} + X_{(Nb)}/3,3 + X_{(Ta)}/4 + X_{(W)}/2 + X_{(V)}/1,4 + X_{(Cr)}/0,6 + X_{(Mn)}/0,6 + X_{(Fe)}/0,4 + X_{(Co)}/0,9 + X_{(Ni)}/0,8 \quad (3)$$

где $[Mo]_{eq.}$ – молибденовый эквивалент;

X - массовое содержание легирующего элемента в сплаве.

При расчете молибденового эквивалента пренебрегают концентрациями α -стабилизаторов и нейтральных упрочнителей.

Ванадий также является важным легирующим элементом в $(\alpha+\beta)$ -титановых сплавах. Добавка V вносит изменения в параметры решетки α -фазы. Кроме того, добавка V позволяет повысить пластичность и вязкость разрушения за счет формирования

видманштеттовой структуры. В отличие от ванадия, практически все легирующие элементы в титане увеличивают отношение параметров решетки c/a , тем самым затрудняя скольжение по призматическим плоскостям, в результате чего происходит снижение пластичности. Добавка ванадия, наоборот, снижает соотношение c/a и тем самым приводит к увеличению пластичности α -фазы.

Для формирования структуры с оптимальным соотношением α - и β -фаз титановые сплавы легируют элементами β -стабилизаторами, которые эффективно снижают температуру β -трансуса, тем самым обеспечивая сверхпластичность в условиях пониженных температур. В этом случае особое место занимают элементы с высоким коэффициентом гетеродиффузии в титане, такие как никель, железо и кобальт, которые способны ускорять диффузионные механизмы сверхпластической деформации и, следовательно, обеспечивать сверхпластическое течение при более низких температурах. Легирование β -стабилизаторами также позволяет повысить прокаливаемость за счет увеличения стабильности твердого раствора β -Ti к распаду при охлаждении.

1.3.1 Элементы β -стабилизаторы с высокой скоростью диффузии в титане

Как было сказано ранее, соотношение объемных долей α - и β -фаз, позволяющее достигать максимальных показателей сверхпластичности в процессе сверхпластической деформации двухфазных титановых сплавов, близко к соотношению 50/50 %. Снижение температуры, при которой наблюдается такое соотношение фаз, и уменьшение температуры β -трансуса титановых сплавов возможно осуществить легированием β -стабилизаторами (Mo, Nb, V, Cr, Fe, Co, Ni). Увеличение содержания β -стабилизаторов будет способствовать росту объемной доли высокодиффузионной β -фазы, тем самым сдвигая интервал сверхпластичности в сторону более низких температур. В работах [24], [33], [65] было показано, что выбор β -стабилизаторов с высоким коэффициентом диффузии в титане является наиболее эффективным методом снижения температуры сверхпластической деформации. К таким элементам относятся Fe, Co и Ni, которые по сравнению с остальными β -стабилизаторами, характеризуются высокой диффузионной способностью в титане и облегчают диффузионно-зависимые механизмы, тем самым эффективно снижая температуру сверхпластической деформации [24], [33], [66]–[70]. Коэффициент диффузии Fe, Co и Ni в титане по границам зерен составляет 78, 220 и 190 $\text{см}^2/\text{с} \cdot 10^{-10}$, соответственно [24], [71]. Для сравнения, значения коэффициента диффузии по телу зерен Mo, Al и V составляют 0,6, 1,4 и 2,4 $\text{см}^2/\text{с} \cdot 10^{-10}$, соответственно. Таким

образом, диффузионная способность Fe, Ni и Co превышает диффузионную способность Mo, Al и V в десятки раз.

Легирование высокодиффузионными Fe, Co и Ni способствует облегчению диффузионно-контролируемых механизмов деформации, как и ЗГС, так и его аккомодационных механизмов, что обеспечивает равномерное сверхпластическое течение в процессе деформации при пониженных температурах [24], [72]. Это также связано с ускорением процессов сфероидизации и рекристаллизации микроструктуры в процессе термомеханической обработки и отжига при температуре сверхпластической деформации [73]. Во многих работах было отмечено положительное влияние Fe, Co и Ni на температуру сверхпластической деформации, морфологию фаз и механические свойства двухфазных титановых сплавов [69], [74]–[78]. Верт и Патон доказали преимущество легирования этими β -стабилизаторами с точки зрения их высокой диффузионной способности в β -Ti [72]. Кроме того, диффузия в сплавах, содержащих Fe, Co и Ni, происходит значительно быстрее и с меньшей энергией активации. Этот эффект объясняется межузельным механизмом диффузии [79]. Авторы рассчитали коэффициенты диффузии β -стабилизаторов и отнесли их к эффективности стабилизации β -фазы. Для экстраполяции роста коэффициентов диффузии β -стабилизаторов в β -Ti при температуре 1088 K (815 °C) были получены значения коэффициентов объемной диффузии на основании данных, определенных методом меченых атомов (рис.1.2).

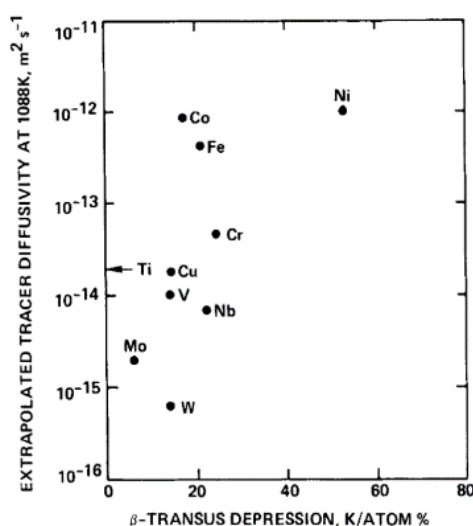


Рисунок 1.2 – Экстраполированные значения диффузии по телу зерен, определенные методом меченых атомов и снижение температуры β -трансуса для разных β -стабилизаторов [72]

Мерой эффективности β -фазы использовалось снижение температуры β -трансуса, относящееся к атомной концентрации легирующего элемента. Исходя из полученных значений коэффициентов диффузии элементов, которые наиболее эффективно стабилизируют β -фазу, были выделены Ni, Fe и Co. Данные элементы обладают почти в два раза большей скоростью диффузии в β -фазе относительно Ti и V. На примере сплава ВТ6, легированного 2% Fe, Co или Ni было отмечено снижение температуры, при которой формируется микроструктура с равной объемной долей α - и β -фаз с 930 до 815 °С [72]. Легированные железом, кобальтом и никелем сплавы демонстрировали более низкие напряжения течения относительно исходного сплава в одинаковых температурно-скоростных условиях, а также более высокий уровень прочности при комнатной температуре. Наибольший прирост прочности соответствовал сплаву с 2 % Co, предел текучести которого составил 1180 МПа и предел прочности 1250 МПа, в то время как для сплава ВТ6 эти значения составляли 931 и 1020 МПа, соответственно.

Авторы [33] также наблюдали положительный эффект влияния добавки 2 % Fe на сверхпластичность и прочностные характеристики сплава ВТ6, в этом случае удалось снизить температуру сверхпластической деформации более чем на 100 °С и повысить предел текучести на 100 МПа. Согласно [74] небольшая добавка Fe (до 1 %) позволила сохранить требуемый уровень предела текучести, повысить вязкость разрушения и увеличить твердость сплава Ti-Al-V. Модифицированные железом промышленные сплавы, такие как Ti-5Fe-4Al-2Ni [80], Ti-4,5Al-3V-2Mo-2Fe (SP700) [81], [82], Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe [83], подвергнутые стандартной термомеханической обработке, проявляли сверхпластичность в интервале температур 650-700 °С. Сплав SP700 (Ti-4.5Al-3V-2Mo-2Fe) [81] является модифицированной версией сплава ВТ6, с добавками β -стабилизирующих элементов: Fe и Mo. Благодаря добавке Fe и Mo, сплав демонстрирует более высокие характеристики прочности, вязкости и высокие показатели сверхпластичности при пониженных температурах по сравнению со стандартным сплавом ВТ6 [84]. В другой работе [43] было проведено исследование влияния увеличения концентрации Al с 2 до 5,5 % и Fe с 1 до 2 % на усталостную прочность и характеристики пластичности при комнатной температуре. В результате сплав Ti-5,5Al-1Fe показал высокие значения усталостной прочности и пластичности, а также более высокую обрабатываемость по сравнению со сплавом Ti-6Al-4V.

Однако содержание этих элементов в титановых сплавах ограничено по следующим причинам. Во-первых, Fe, Co и Ni являются эвтектоидообразующими β -стабилизаторами, поэтому их концентрация в сплаве не должна превышать 2-3 % из-за риска образования ω -фазы, наличие которой резко снижает пластичность, а также ударную вязкость [24], [76],

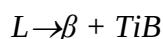
[85], [86]. Эта фаза когерентна α -фазе и не выявляется ни световой, ни электронной микроскопией, но может выявляться при потере когерентности в результате старения. Известно, что ω -фаза наблюдается во всех титановых сплавах, в которых высокотемпературная β -фаза может фиксироваться в метастабильном состоянии при низких температурах в результате ускоренного охлаждения. Она всегда метастабильна относительно равновесия ($\alpha+\beta$) и (α +интерметаллидное соединение) [86]. Как правило, ω -фаза образуется в результате ускоренного охлаждения, а также в процессе старения в сплавах, в которых содержание β -стабилизаторов превышает критическое. Образование ω -фазы также зависит от электронной плотности и атомного объема. Так, чаще всего хрупкая фаза образуется в сплавах, в которых параметры решетки β -фазы находятся в пределах 0,3255-0,3260 нм [87]. Вторым ограничивающим фактором при выборе концентрации Fe, Co и Ni является их высокая диффузионная способность в β -Ti, которая обеспечивает ускорение диффузионных процессов при сверхпластической деформации и, следовательно, может вызвать динамический рост зерен β -фазы. Хаммонд и Патон показали, что увеличение концентрации Co и Ni от 0,25 до 2,0 % [88], которые обладают наиболее высокими коэффициентами диффузии в титане, способствовало повышению показателей сверхпластичности. Однако, превышение этих концентраций сопровождалось увеличением наклона логарифмической зависимости напряжений течения от скорости, что приводит к росту напряжений в процессе сверхпластической деформации. Авторы предположили, что такие эффекты связаны с увеличением скорости массопереноса, что в свою очередь обусловлено добавкой элементов с высокими значениями коэффициента диффузии. Поэтому важным моментом с точки зрения формирования мелкозернистой структуры в сплавах с β -стабилизаторами с высоким коэффициентом диффузии является присутствие изоморфных β -стабилизаторов, таких как Mo и V. Так, легирование Mo, который обладает низкой диффузионной способностью в β -Ti может способствовать сдерживанию динамического роста зерен в сплавах с эвтектоидообразующими β -стабилизаторами, и повышению прочности без риска охрупчивания при комнатной температуре [89]–[91].

Таким образом, легирование двухфазных титановых сплавов β -стабилизаторами с высоким коэффициентом диффузии будет способствовать интенсивному росту зерен за счет одновременного ускорения диффузионных процессов и увеличения объемной доли высокодиффузионной β -фазы, что в свою очередь может привести к снижению относительного удлинения.

Одним из эффективных способов измельчения зеренной структуры при кристаллизации, а также глобуляризации микроструктуры в процессе термомеханической обработки, является дополнительное легирование малыми добавками бора [92].

1.3.2 Влияние бора на исходную микроструктуру

Бор имеет малую растворимость в титане (до 0,02 мас. %) и образует частицы TiB с орторомбической решеткой, образующиеся при кристаллизации по эвтектической реакции (рис.1.3) [93]–[96]:



Частицы TiB кристаллизуются в виде дисперсных выделений вытянутой формы, которые имеют близкое к титану значение плотности, но более чем в пять раз высокую прочность [97]. Повышение содержания бора до 10 ат.% приводит к созданию сплавов со структурой естественных композитов с нитевидными кристаллами фазы TiB (рис.1.3). Частицы TiB кристаллизуются в виде дисперсных выделений вытянутой формы и при достаточной объемной доле могут являться эффективными упрочнителями. Отмечено, что легирование бором позволяет повысить механические и технологические свойства титановых сплавов [98]–[100].

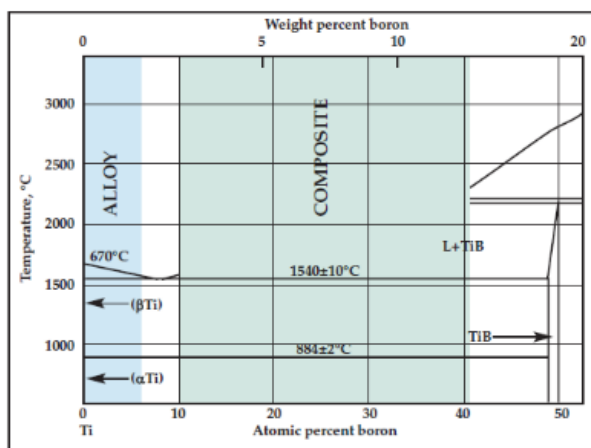


Рисунок 1.3 – Двойная фазовая диаграмма системы Ti-B [97]

В работах [101], [102] отмечено сильное влияние малых добавок бора на измельчение зеренной структуры в процессе кристаллизации. Легирование бором способствует эффективному зародышеобразованию новых зерен и торможению роста

образовавшихся зерен α -фазы в процессе кристаллизации титановых сплавов и, тем самым обеспечивает формирование исходной мелкозернистой структуры [101], [103]. Атомы бора сегрегируют по границам зерен α/β фаз в процессе охлаждения ниже температуры β -трансуса при кристаллизации, что способствует ускорению зародышеобразования новых зерен α -фазы на границах первичной β -фазы, а также препятствует росту новых колоний α -фазы. Измельчение зерна в литом состоянии было отмечено при легировании малыми добавками бора β -сплава Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe, в котором средний размер зерен уменьшился с 1200-1400 до 300-600 мкм при увеличении концентрации бора от 0,06 до 0,12 % [104]. Аналогичный эффект был показан и в чистом титане CP-Ti, легированном 0,025-0,15 % бора [105].

Частицы боридов могут ускорять рекристаллизацию и способствовать глобуляризации микроструктуры в процессе термической и термомеханической обработки, тем самым повышая однородность листовых полуфабрикатов [99], [106]–[109]. Добавка 0,1 % В обеспечила улучшение технологичности сплава Ti-6Al-4V при сверхпластической формовке [108].

При достаточной объемной доле частиц TiB в титановых сплавах обеспечивается, повышение прочностных характеристик без увеличения плотности [97], [110]. Во многих работах [111]–[115] уделено внимание положительному влиянию малых добавок бора на механические свойства при комнатной температуре титановых сплавов. Таким образом, бор, увеличивая скорость зародышеобразования и сдерживая рост зерен в процессе кристаллизации и при дальнейшей термомеханической обработке, способствует формированию мелкозернистой равноосной микроструктуры, благоприятной для сверхпластической деформации, технологических и конечных механических свойств.

Заключение

Снижение температуры сверхпластической формовки титановых сплавов является актуальной задачей. Применение высоких температур сверхпластической деформации в первую очередь обусловлено необходимостью формирования микроструктуры с оптимальным соотношением объемных долей α - и β -фаз, которое обеспечивает высокие показатели сверхпластичности. Снижение температуры сверхпластической деформации возможно при помощи предварительной обработки, обеспечивающей формирование в сплавах мелкозернистой структуры. В то же время применение предварительных операций, таких как ИПД, требует дополнительных затрат на оборудование и электроэнергию. Однако в большинстве случаев применение ИПД ограничивается объемом исходной заготовки.

Вторым способом снижения температуры сверхпластической деформации является легирование эвтектоидообразующими β -стабилизаторами с высокой диффузионной способностью (Fe, Co, Ni). Увеличение концентрации этих элементов приводит к росту объемной доли β -фазы при пониженных температурах при одновременном увеличении ее коэффициента диффузии, что способствует формированию структуры с требуемой объемной долей α - и β -фаз при более низких температурах. Помимо эффективного снижения температуры сверхпластической деформации, легирование Fe, Co, Ni также дает возможность получения новых сплавов с высокими механическими свойствами при комнатной температуре.

Таким образом, для достижения поставленной в работе цели, а именно разработки сплавов на основе системы Ti-Al-Mo-V, способных к проявлению сверхпластичности в условиях пониженных температур, необходимо установить закономерности влияния легирования β -стабилизаторами как с высоким коэффициентом диффузии в β -Ti (Fe, Ni, Co), так и низким (Mo), а также добавок бора на эволюцию микроструктуры, показатели сверхпластичности и механические свойства при комнатной температуре. Для этого были выбраны составы сплавов с разной концентрацией β -стабилизаторов (Fe, Ni, Co, Mo), а также с добавками бора, которые были разделены на следующие группы:

1. Сплавы с заменой 3 и 1 % Mo в сплаве Ti-4Al-3Mo-1V на Fe, Co, Ni были выбраны с целью установления закономерностей влияния замены Mo с низким коэффициентом диффузии на β -стабилизаторы с высоким коэффициентом диффузии в β -фазе. Содержание Fe, Co и Ni для данной группы сплавов были выбраны с учетом обеспечения одинаковых температур β -трансуса и близкой объемной доли β -фазы при температуре сверхпластической деформации с целью установления закономерности влияния изменения диффузионной способности сплавов на эволюцию микроструктуры и показатели сверхпластичности.

Сплавы Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co в свою очередь подразделялись на группы сплавов с полной заменой 3 % Mo (0Mo) и сплавы с частичной заменой 1 % Mo (2Mo):

1.1 Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co;

1.2 Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co.

2. С целью изучения влияния добавок бора на эволюцию микроструктуры и показатели сверхпластичности были выбраны составы сплавы группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB, где $x = 0, 0,01, 0,05, 0,1, 1$ и $2 \text{ мас. \% B}$;

3. Сплавы группы Ti-4Al-xMo-1V-B, легированные β -стабилизаторами с высоким коэффициентом диффузии, а также малой добавкой бора:

3.1 Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co;

3.2 Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe.

Сплавы данной группы были выбраны для минимизации влияния диффузионной способности сплавов и определения необходимой доли β -фазы для обеспечения хороших показателей сверхпластичности.

Для достижения поставленной цели были сформулированы задачи исследования:

1. Получить слитки исследуемых групп сплавов, провести их микроструктурный и фазовый анализ;
2. Провести термомеханическую обработку по режиму, обеспечивающему формирование необходимой для сверхпластической деформации мелкозернистой структуры;
3. Получить температурные зависимости таких параметров микроструктуры, как средний размер зерен и объемная доля α - и β -фаз;
4. Провести анализ деформационного поведения сплавов и эволюции микроструктуры в процессе сверхпластической деформации;
5. Определить механические свойства сплавов при комнатной температуре после сверхпластической деформации.
6. Определить закономерности влияния содержания элементов на показатели сверхпластичности, эволюцию микроструктуры, а также механические свойства при комнатной температуре.

Глава 2. Материалы и методика исследования

2.1 Выбор составов сплавов и получение слитков

На основании анализа литературных данных о влиянии концентрации β -стабилизаторов на температуру и фазовый состав стандартных промышленных сплавов, а также с использованием термодинамических расчетов фазовых равновесий, были выбраны следующие группы сплавов:

1. Сплавы группы Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co с близкой температурой β -трансуса с заменой 3 и 1% Mo на Fe, Co, Ni подразделялись на:

- 1.2 Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co;

- 1.3 Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co;

Составы сплавов данной группы были выбраны с целью установления закономерностей влияния замены Mo с низким коэффициентом диффузии на β -стабилизаторы с высоким коэффициентом диффузии в β -фазе Fe, Ni и Co.

2. Сплавы группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB, составы которых выбраны с целью изучения влияния разной концентрации бора на эволюцию микроструктуры и показатели сверхпластичности;

3. Сплавы группы Ti-4Al-xMo-1V-B, легированные β -стабилизаторами с высоким коэффициентом диффузии и бором:

- 3.1 Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co;

- 3.2 Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe.

Сплавы третьей группы были выбраны с целью изучения влияния концентрации β -стабилизаторов с разным коэффициентом диффузии (Fe, Ni, Co и Mo) на эволюцию микроструктуры и сверхпластичность в условиях пониженных температур.

Предварительный расчет концентрации легирующих элементов в исследуемых сплавах и определение температуры β -трансуса проводили теоретическим путем при помощи построения фазовых диаграмм в программе «*Thermo-Calc*».

Слитки всех исследуемых сплавов были получены согласно следующей методике. Навеску из шихтовых материалов, массой 100 г, расплавляли в дуговой вакуумной печи «*Arc Melter ARC200*» в атмосфере аргона и переплавляли 5 раз для гомогенного распределения состава сплава по слитку. Разливку слитков проводили в медную водоохлаждаемую изложницу. Для получения сплавов использовали чистые металлы Ti (99,99 %), Al (99,99 %), V (99,95 %), Fe (99,95 %), Ni (99,95 %), Co (99,95 %) и лигатуру Ti-50 % Mo. В таблицах 2.1, 2.3, 2.4 и 2.6 представлены составы полученных сплавов. Все

концентрации элементов в работе указаны в мас.%. Химический состав сплавов был подтвержден с помощью SEM-EDS анализа путем усреднения состава по 10 областям при малом увеличении после различных стадий обработки. Отклонение между номинальными и экспериментальными значениями для легирующих элементов Al, V, Fe, Ni, Co и Mo было не выше 0,1-0,2 мас.%. Концентрации бора в сплавах представлены в таблицах как номинальные значения.

2.1.1 Сплавы с полной и частичной заменой Mo, имеющие одинаковую температуру β -трансуса

С целью снижения температуры сверхпластической деформации были предложены составы сплавов с добавками β -стабилизаторов на базе сплава VT14 (Ti-4Al-3Mo-1V), имеющие близкую температуру β -трансуса (920 °C). Несмотря на то, что Mo является одним из основных β -стабилизаторов в сплаве VT14, который также обеспечивает упрочняющее действие, он имеет низкий коэффициент диффузии в титане. Поэтому его полная или частичная замена на β -стабилизаторы с высоким коэффициентом диффузии при равном β -трансусе может способствовать улучшению показателей сверхпластичности в условиях пониженных температур [116]. В качестве β -стабилизаторов были выбраны элементы с наиболее высокой диффузионной способностью в β -Ti с целью увеличения эффективного коэффициента диффузии сплава и, следовательно, облегчения и ускорения как зернограничного скольжения, так и аккомодационных механизмов диффузионной и дислокационной ползучести. Согласно анализу литературы, наибольшие коэффициенты диффузии в β -фазе имеют такие β -стабилизаторы как Fe, Co и Ni. Диффузионная способность Fe, Ni и Co превышает диффузионную способность Mo в десятки раз, так как коэффициент диффузии Mo в β -Ti составляет $0,6 \times 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$.

Для оценки влияния коэффициента диффузии легирующего элемента на сверхпластичность были получены сплавы с полной (1,5Fe-0Mo, 2Ni-0Mo и 2,5Co-0Mo) и сплавы с частичной заменой (0,4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo и 0,6Co-2Mo) медленно-диффундирующего Mo на элементы с высокой диффузионной способностью в β -Ti: Fe, Co и Ni. При этом концентрация железа, кобальта и никеля выбиралась с учетом сохранения одинаковой температуры β -трансуса, как и для сплава сравнения Ti-4Al-3Mo-1V, и равной объемной доли α - и β -фаз при температуре 875 °C. Составы и теоретическая плотность сплавов группы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co представлены в таблицах 2.1 и 2.2, соответственно.

Таблица 2.1 - Составы сплавов группы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co с близкими температурами β -трансуса

Обозначение сплава	Массовая доля компонентов, %					
	Al	Mo	V	Fe	Ni	Co
BT14	4,2	3,0	1,1	-	-	-
1,5Fe-0Mo	4,1	-	1,1	1,5	-	-
2Ni-0Mo	4,2	-	1,1	-	1,9	-
2,5Co-0Mo	4,0	-	1,0	-	-	2,5
0,4Fe-2Mo	4,2	1,8	1,1	0,4	-	-
0,5Ni-2Mo	4,3	2,1	1,0	-	0,5	-
0,6Co-2Mo	4,3	2,0	1,1	-	-	0,6

Таблица 2.2 - Теоретическая плотность сплавов группы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co

Обозначение сплава	BT14	1,5Fe-0Mo	2Ni-0Mo	2,5Co-0Mo	0,4Fe-2Mo	0,5Ni-2Mo	0,6Co-2Mo
ρ , г/см ³	4,50	4,47	4,48	4,51	4,48	4,49	4,49

2.1.2 Сплавы с добавками 0,01-2 мас.% бора

Согласно анализу литературных данных, легирование малыми добавками бора (до 0,2 %) способствует измельчению зеренной структуры в процессе кристаллизации, а также процессам глобуляризации и сфероидизации в процессе термомеханической обработки. Особую необходимость в измельчении исходной зеренной структуры имеют сплавы с добавками элементов с высокой диффузионной способностью в β -фазе. Поэтому с целью выбора концентрации бора, которая позволит измельчать зеренную структуру в процессе кристаллизации и термомеханической обработки в сплавах, содержащих элементы, которые увеличивают объемную долю β -фазы, были исследованы сплавы группы Ti-4Al-1V-3Mo-xB (где $x=0,01-2$ мас. % B). Составы полученных сплавов с разной концентрацией бора представлены в таблице 2.3.

Таблица 2.3- Состав сплавов группы Ti-4Al-1V-3Mo-xB

Обозначение сплава	Массовая доля компонентов, %			
	Al	Mo	V	B
0B	4,2	3,0	1,1	-
0,01B	4,1	3,2	1,0	0,01
0,05B	4,1	2,9	0,9	0,05
0,1B	3,9	3,1	1,1	0,1
1B	4,2	3,0	1,0	1,0
2B	4,3	3,1	1,1	2,0

2.1.3 Сплавы группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co

Снижение температуры β -трансуса и достижение оптимального соотношения α/β -фаз при пониженных температурах путем оптимизации составов промышленных титановых сплавов является эффективным методом снижения температуры СПФ. Выбор Fe, Ni и Co в качестве легирующих элементов представляет наибольший научный и практический интерес, что связано не только с их β -стабилизирующим действием в титане и с высоким коэффициентом диффузии в β -фазе, а также с возможностью повышения прочностных характеристик при комнатной температуре. Улучшение прочностных характеристик без существенной потери пластичности в результате дополнительного легирования титановых сплавов такими элементами как Fe, Ni и Co отмечено во многих работах [24], [67], [75], [117], [118].

Для проведения исследований были выбраны и получены сплавы с 0,5–2,0 % Fe, 0,5–1,8 % Ni, 0,5–2,0 % Co и сплав сравнения 0Fe/0Ni/0Co, составы которых приведены в таблице 2.4. Рассматриваемые сплавы дополнительно легировали малой добавкой бора (до 0,1 %) для измельчения зеренной структуры при кристаллизации расплава, а также глобуляризации микроструктуры в процессе термомеханической обработки и при нагреве до температур сверхпластической деформации за счет присутствия дисперсных частиц TiB [96], [106], [114], [119]. Положительный эффект легирования небольшой концентрацией бора на сверхпластичность сплавов на основе титана был отмечен в работах [99], [108]. Было показано, что бориды могут облегчать процессы рекристаллизации и сфероидизации фаз [120], [121], и следовательно, обеспечивать ультрамелкозернистую структуру, необходимую для сверхпластической деформации.

Таблица 2.4 - Состав исследуемых сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co

Обозначение сплава	Массовая доля компонента, %						
	Al	Mo	V	Fe	Ni	Co	B
0Fe/0Ni/0Co	3,7	3,0	1,2	-	-	-	0,1
0,5Fe	3,8	2,8	1,0	0,5	-	-	0,1
1Fe	3,6	2,7	1,1	1,0	-	-	0,1
2Fe	3,7	2,9	1,2	2,0	-	-	0,1
0,5Ni	3,6	2,8	1,1	-	0,5	-	0,1
0,9Ni	3,7	2,7	1,0	-	0,9	-	0,1
1,8Ni	3,8	3,1	1,1	-	1,8	-	0,1
0,5Co	4,1	2,9	0,9	-	-	0,5	0,1
1Co	4,4	3,1	1,0	-	-	1,0	0,1
2Co	3,8	3,3	1,1	-	-	2,0	0,1

Таблица 2.5 - Теоретическая плотность (ρ [г/см³]) сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co

Сплав	0Fe/0Ni/0Co	0,5Fe	1Fe	2Fe	0,5Ni	0,9Ni	1,8Ni	0,5Co	1Co	2Co
ρ , г/см ³	4,53	4,53	4,55	4,58	4,54	4,55	4,59	4,58	4,59	4,63

В таблице 2.6 приведены составы сплавов, содержащие от 1 до 5 % Мо в присутствии 1% Ni и 1% Fe, разработанные с целью установления закономерностей влияния двух параметров на эволюцию микроструктуры и показатели сверхпластичности при пониженных температурах и механических свойств при комнатной температуре: роста объемной доли β -фазы за счет повышения концентрации Мо и увеличения скорости диффузии при присутствии Ni и Fe. Как было сказано ранее, Мо имеет низкий коэффициент диффузии в титане, но за счет β -стабилизирующего действия будет увеличивать объемную долю β -фазы при увеличении его содержания в сплаве. Молибден, являясь β -стабилизатором изоморфного типа, неограниченно растворяется в титановых сплавах, эффективно упрочняя их, при этом не образуя хрупких интерметаллидных фаз, снижающих пластичность и ударную вязкость и не несет риска охрупчивания из-за омега-фазы [89], [90]. Кроме того, Мо ввиду медленной диффузии в титане должен сдерживать рост зерен.

Таким образом, основное условие выбора состава исследуемых сплавов заключалось в возможности снижения температуры сверхпластической деформации путем легирования

элементами, понижающими температуру β -трансуса, имеющими разный коэффициент диффузии в β -фазе.

Таблица 2.6 - Состав сплавов группы Ti-4Al-1V-0,1B-1Ni-1Fe-xMo

Обозначение сплава	Массовая доля компонентов, %					
	Al	Mo	V	Ni	Fe	B
1Mo	4,3	1,0	1,0	1,0	1,0	0,1
2,5Mo	4,1	2,5	1,0	1,0	0,9	0,1
5Mo	4,2	5,1	1,0	0,9	0,9	0,1

Таблица 2.7 - Теоретическая плотность сплавов группы Ti-4Al-1V-0,1B-1Ni-1Fe-xMo

Сплав	1Mo	2,5Mo	5Mo
ρ , г/см ³	4,51	4,56	4,60

2.2 Анализ фазового состава

Теоретический расчет фазовых составов сплавов, определение значений температур β -трансуса и объемных долей α - и β -фаз в температурном интервале сверхпластичности исследуемых сплавов был проведен при помощи термодинамических расчетов в программном комплексе «*Thermo-Calc*» (база данных *TTI3*). Для экспериментального определения значений β -трансуса был использован дифференциальный термический анализ (ДТА) на калориметре «*SETARAM Instrumentation*». Температуры β -трансуса определяли по зависимостям теплового потока от температуры, полученным в результате нагрева от 20 до 1000 °C со скоростью 5 К/с и последующего охлаждения литых образцов из исследуемых сплавов.

Фазовый состав исследуемых сплавов определяли при помощи рентгенофазового анализа (РФА) на дифрактометре «*Bruker D8 Advance*» с излучением Cu-K α .

2.3 Режимы термической и термомеханической обработки

С целью получения ультрамелкозернистой структуры в листах сплавов перед началом сверхпластической деформации был выбран режим термомеханической обработки

слитков, позволяющий получить мелкозернистую структуру. Используемый режим включал в себя следующие стадии:

1. Гомогенизационный отжиг в вакууме при температуре 800 °С в течение 1 часа;
2. Отжиг при температуре 950 °С в течение 30 минут (в β -области [48], [68]) в вакуумной печи с последующей закалкой в холодную воду с целью получения мелкозернистой мартенситной структуры в теле зерен β -фазы;
3. Горячая прокатка слитков толщиной 10 мм при температуре двухфазной ($\alpha+\beta$)-области (750 ± 10 °С) с суммарным обжатием 90 %. Степень деформации варьировали в диапазоне 10-33 % с абсолютным обжатием 0,5-1,0 мм за проход. Для обеспечения постоянства температуры слитки выдерживали в течение 10 минут в печи после каждого прохода. Сплав 1,8Ni (раздел 5.1) также подвергали прокатке при температуре (700 ± 10) °С для обеспечения близкого к другим сплавам соотношения объемных долей α/β -фаз после прокатки. Для сплавов 1В и 2В прокатку проводили при температуре (900 ± 10) °С ввиду их низкой технологической пластичности при (750 ± 10) °С. Конечная толщина листов всех исследуемых сплавов составила $1 \pm 0,05$ мм.

После прокатки слитки обрабатывали в растворе Кролла (6 % HNO_3 , 2 % HF , ост. H_2O) в течение 30-40 минут с целью удаления, образовавшегося в результате окислительных процессов при нагреве до температуры прокатки альфированного слоя. Для анализа эволюции и определения параметров микроструктуры, а также температурного интервала сверхпластичности (при котором объемная доля β -фазы составляет 40–60 %) была проведена серия отжигов в течение 30 минут с шагом 50 °С в интервале температур 775–875 °С для сплавов группы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co с полной и частичной заменой Mo, которые имеют близкую температуру β -трансуса, и в интервале 625–875 °С для сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co с разным содержанием Fe, Ni и Co, и для сплавов группы Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe- с разным содержанием Mo.

2.4 Методы анализа микроструктуры

Эволюцию микроструктуры на каждом этапе термомеханической обработки, а также до и после сверхпластической деформации контролировали методом сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) в микроскопе «*Tescan Vega 3 LMH*», оснащенном энергодисперсионным детектором (ЭДС) «*X-Max 8*».

Метод дифракции обратного рассеяния электронов «*Electron Backscatter Diffraction (EBSD)*» применяли для изучения эволюции зеренной/субзеренной структуры, текстуры,

определения углов разориентировки зерен и доли малоугловых (МУГ) и высокоугловых (ВУГ) границ зерен в исследуемых сплавах при помощи детектора «HKL NordlysMax». Размер сканируемой области составил 50x50 мкм² при шаге сканирования 0,15 мкм.

Образцы для проведения микроструктурного анализа в СЭМ вырезали и подготавливали методом механической шлифовки с использованием бумаги разной дисперсности и полировки SiC суспензией. Состав суспензии: 100 мл коллоидной суспензии OPS, 20 мл H₂O₂ (30 %), 10 мл реагента Кролла. Шлифовку и полировку проводили на установке «Struers LaboPol-5». Поверхность образцов от суспензии очищали в ультразвуковой ванне, наполненной спиртом.

Для анализа зеренной структуры в литом состоянии при помощи оптического микроскопа, образцы подвергали травлению в реагенте Века (100 мл H₂O, 50 мл этанола, 2 г. гидрофторида аммония NH₄HF₂). Количественный анализ микроструктуры проводили на каждой стадии термомеханической обработки, после отжига, а также в процессе сверхпластической деформации. Измерение среднего размера зерен осуществляли методом случайных секущих в программе «Sizer», а определение объемной доли α - и β -фаз проводили в программе «ImageJ». Средний размер зерен после термомеханической обработки измеряли вдоль и поперек оси деформации и обозначали как $L_{||}$ и $L_{\perp}$, соответственно. В остальных случаях средний размер зерен α - или β -фазы обозначали как d .

Известно, что рост зерен при высокотемпературной деформации включает статическую и динамическую составляющие, поэтому размеры зерен α - и β -фаз были определены после сверхпластической деформации с постоянной скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ и после отжига в течение времени, которое соответствует времени испытания. Статический рост зерна описывается через уравнение 4 [122]–[125]:

$$d_s^n - d_0^n = K_s \times (t - t_0), \quad (4)$$

где K_s – коэффициент статической скорости роста зерен;

t_0 – время отжига, соответствующее времени нагрева и выдержки образца до начала испытания на растяжение, которое составляло 0,5ч.;

t – время деформации, ч;

d_0 – исходный размер зерна до начала деформации, мкм;

d_s – размер зерна после отжига в течение времени t , мкм;

n – показатель степени.

Уравнение 5 использовали для описания динамического роста зерна [122], [126]:

$$d^n - d_s^n = K_d \times (t - t_0), \quad (5)$$

где K_d – коэффициент статической скорости роста зерен;
 d – средний размер зерна после деформации, соответствующей времени растяжения t , мкм;
 n – показатель степени (из анализа полученной линейной зависимости n равен 3, как и для сплава Ti-6Al-4V [124], [126]).

2.5 Определение показателей сверхпластичности и механических свойств при комнатной температуре

Определение показателей сверхпластичности проводили по результатам испытаний на одноосное растяжение при повышенных температурах на универсальной испытательной машине «*Walter Bay LFM-100*», оснащенной печью с атмосферой аргона и программным обеспечением «*DionPro*» для управления движением траверсы в процессе испытаний. Образцы для проведения испытаний имели ширину рабочей части 6 мм и длину 14 мм, и были вырезаны из горячекатанных листов вдоль направления оси деформации, толщиной 1 мм. Одноосное растяжение проводили, используя три вида испытаний. Для определения оптимального интервала скоростей, при которых сплав проявляет максимальную сверхпластичность, были проведены испытания с пошаговым в 1,5 раза понижением скорости от 5×10^{-2} до $5 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$. По кривым напряжение-скорость деформации, полученным в результате испытаний с пошаговым понижением скорости, рассчитывали коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения m , используя следующую формулу:

$$m = \frac{d \ln(\sigma)}{d \ln(\dot{\epsilon})} \quad (6)$$

где σ - напряжение течения, МПа;
 $\dot{\epsilon}$ - скорость деформации, с^{-1} ;
 m - коэффициент скоростной чувствительности напряжения течения.

Второй вид испытания заключался в проведении одноосного растяжения с постоянной скоростью деформации в исследуемом диапазоне температур. По результатам данного вида испытаний определяли относительное удлинение и строили графики зависимости напряжения от степени деформации. Для изучения эволюции показателя скоростной чувствительности m в процессе сверхпластического течения проводили испытания по третьему методу, который заключался в увеличении скорости деформации на 20 % относительно номинальной скорости по стандарту *ASTM E2448-11* [127]. Перед всеми

испытаниями образцы нагревали и выдерживали в печи при температуре сверхпластической деформации в течение 30 минут. Титановые сплавы активно взаимодействуют с воздушной средой при температурах сверхпластической деформации. В связи с высокой растворимостью кислорода и азота в α -фазе образуется α -слой, что может отрицательно сказываться на показателях сверхпластичности и механических свойствах при комнатной температуре. Для предотвращения окислительных процессов высокотемпературные испытания на одноосное растяжение проводили в атмосфере аргона.

Механические свойства (предел прочности, предел текучести и относительное удлинение) при комнатной температуре определяли по результатам одноосного растяжения образцов с размером рабочей части $30 \times 6 \times 1$ мм³ на испытательной машине «Zwick Z250». Образцы для проведения испытаний предварительно деформировали до 100 % инженерной деформации (0,69 истинной деформации) со скоростью 1×10^{-3} с⁻¹ при температуре 875 °С (сплавы Ti-4Al-1V-xMo/Fe/Ni/Co и Ti-4Al-3Mo-1V-xB) и при 775 °С (сплавы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co и Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe). Сплавы групп Ti-4Al-3Mo-1V-xB и Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co и Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe подвергали старению при температуре 480 °С в течение 16 часов.

2.6 Расчет энергии активации

Расчет эффективной энергии активации является одним из способов определения основного механизма сверхпластической деформации. Эффективную энергию активации исследуемых сплавов рассчитывали по результатам испытаний на одноосное растяжение в исследуемом температурно-скоростном режиме при 100 % инженерной деформации (0,69 истинной деформации) по уравнению 7 [128], [129]:

$$Q = \frac{1}{m} \times R \times \left. \frac{\partial \ln \sigma}{\partial 1/T} \right|_{\dot{\epsilon} = \text{const}}, \quad (7)$$

где R (8,314 кДж/моль) - универсальная газовая постоянная;

m - коэффициент скоростной чувствительности при оптимальной скорости 1×10^{-3} с⁻¹, σ - напряжение при деформации, равной 100 % ($\epsilon = 0,69$);

T – оптимальная температура сверхпластической деформации (K).

2.7 Методика расчета эффективного коэффициента диффузии сплавов

Для оценки влияния диффузии легирующих элементов по границам и в теле зерна на показатели сверхпластичности был рассчитан диффузионный параметр каждого сплава в исследуемом температурном интервале деформации. Установление зависимости между двумя типами диффузии легирующих элементов в α - и β -фазе, а также с учетом самодиффузии Ti, возможно при использования уравнения Харта [130], которое позволяет получить значение эффективного коэффициента диффузии $Deff$ [131], [132]:

$$Deff(\alpha/\beta) = \sum x_i((1 - f_{GBi}) \times D_{vi} + f_{GBi} \times D_{GBi}), \quad (8)$$

где x_i - атомная доля каждого легирующего i -элемента в α - и β -фазе;

f_{GBi} - объемная доля границ зерен в α - и β -фазе, значение которой было получено согласно уравнению:

$$f_{GBi} = \delta/d_i, \quad (9)$$

где δ - ширина границы зерна (м);

$d_{\alpha/\beta}$ - средний размер зерен α - или β -фазы при определенной температуре (м)
(в работе было принято, что $\delta \sim (1-2)$ атомного слоя);

D_{vi} -объемная диффузия (по телу зерен) каждого i -элемента в α - и β -фазе, значение которой было получено согласно уравнению Аррениуса:

Для α -фазы:

$$D_{vi} = D_{0i} \times \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right), \quad (10)$$

Для металлов с ОЦК решеткой наблюдается аномальное поведение само- и гетеродиффузии элементов. При этом, температурная зависимость коэффициентов диффузии описывается уравнением Аррениуса [79], [133], [134]. Поэтому D_{vi} для β -фазы рассчитывали согласно следующему обобщенному уравнению Аррениуса [133]:

$$D_{vi} = D_{0i} \times \exp\left(-\frac{Q}{k_B T}\right) \times \exp\left(-\frac{\alpha}{k_B T^2}\right), \quad (11)$$

где D_{0i} – предэкспоненциальный показатель диффузии i -элемента в α - или β -фазе (($\text{см}^2/\text{с}$) $\times 10^{-10}$) [71], [135];

Q - энергия активации самодиффузии каждого элемента(кДж/моль) [71];

k_B - константа Больцмана ($1,38 \times 10^{-23}$ Дж/К);

$\alpha = G_0^M T$ параметр кривизны зависимости Аррениуса для каждого элемента [71] (кДж·К);

T - температура сверхпластической деформации (К);

D_{GBi} - коэффициент зернограницной самодиффузии и гетеродиффузии каждого элемента в α - или β -фазе, полученный с учетом сегрегации элементов по границам зерен при помощи показателя зернограницной диффузии P :

$$P = s \times \delta \times D_{gb}, \quad (12)$$

где s - фактор сегрегации, значения которого находятся в диапазоне от 1 до 10^3 , в случае самодиффузии $s = 1$ [131], [134], [136], [137].

Зависимости показателей сверхпластичности (показателя скоростной чувствительности m и относительного удлинения δ) от рассчитанных коэффициентов диффузии были построены с учетом объемных долей α - и β -фаз (f_α и f_β) в исследуемом интервале температур путем вычисления диффузионного параметра $\sum f_i \times D_{eff(i)}$ уравнению 13:

$$\sum f_i \times D_{eff(i)} = f_\alpha \times D_{eff(\alpha)} + f_\beta \times D_{eff(\beta)} \quad (13)$$

Глава 3. Сплавы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co с заменой Mo на Fe/Ni/Co и близкой температурой β -трансуса

3.1 Определение фазового состава и температур фазовых превращений группы Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co

Основываясь на анализе литературных данных и предыдущих исследованиях, а также путем термодинамических расчетов фазовых равновесий в программе «*Thermo-Calc*» были определены составы сплавов группы Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co с целью изучения влияния полной (3 %) и частичной (1 %) замены медленно-диффундирующего Mo на элементы с высоким коэффициентом диффузии в β -фазе (Fe, Ni, Co) на эволюцию микроструктуры и показатели сверхпластичности. Составы сплавов с заменой 3 % Mo: 1,5Fe-0Mo, 2Ni-0Mo, 2,5Co-0Mo и заменой 1 % Mo: 0,4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo, 0,6Co-2Mo представлены в таблице 2.1. Концентрации Ni, Fe и Co были выбраны по построенным политермическим разрезам фазовых диаграмм («*Thermo-Calc*») с целью обеспечения близкой температуры β -трансуса, равной температуре β -трансуса промышленного сплава сравнения Ti-4Al-3Mo-1V (920 °C). Полученные политермические сечения фазовых диаграмм сплавов Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co представлены на рис.3.1.

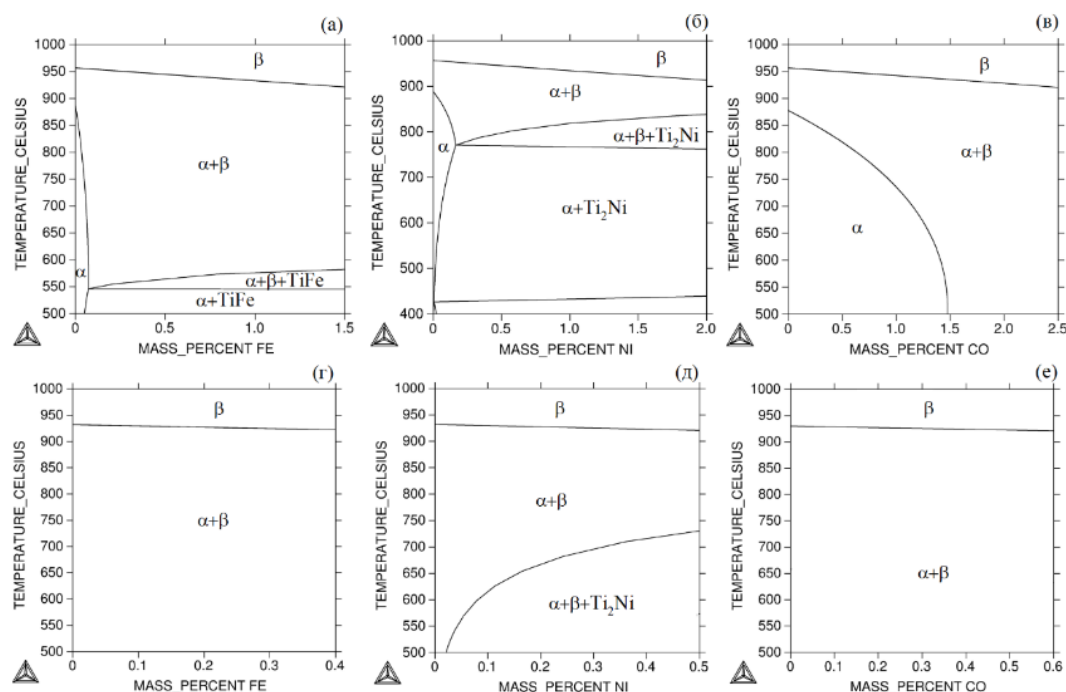


Рисунок 3.1 – Политермические сечения фазовых диаграмм Ti-4Al-0Mo-1V-xFe (а), Ti-4Al-0Mo-1V-xNi (б), Ti-4Al-0Mo-1V-xCo (в), Ti-4Al-2Mo-1V-xFe (г), Ti-4Al-2Mo-1V-xNi (д), Ti-4Al-2Mo-1V-xCo (е), построенные в программе «*Thermo-Calc*»

Согласно термодинамическим расчетам и данным ДСК-анализа, результаты которых представлены на рисунке 3.2, сплавы группы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co имеют одинаковую температуру β -трансуса, равную ~ 920 °С. Также стоит отметить сходимость результатов теоретических расчетов в программе «*ThermoCalc*» и ДТА.

По результатам, полученным РФА (рис.3.3в), в сплаве 2Ni-0Mo происходит образование интерметаллидной фазы с никелем, что также подтверждает политермическое сечение фазовой диаграммы на рисунке 3.1б. Хрупкая фаза Ti_2Ni образуется при температурах ниже 820 °С. Фазы TiFe, образующейся согласно политермическому сечению фазовой диаграммы сплава Ti-4Al-0Mo-1V-1,5Fe и по результатам РФА не выявлено, вероятно, по причине меньшей склонности к распаду β -фазы по эвтектиoidной реакции и более низкого коэффициента диффузии у железа по сравнению с никелем.

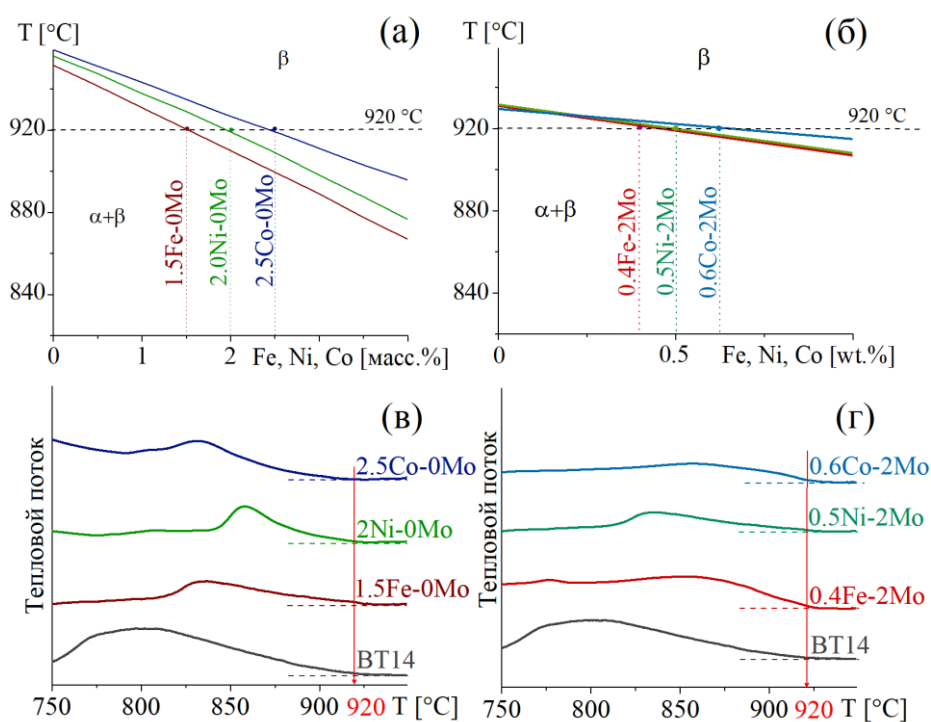


Рисунок 3.2 – Политермические сечения фазовых диаграмм Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co (а) и Ti-4Al-1V-2Mo-xFe/Ni/Co (б) («*Thermo-Calc*») и зависимости теплового потока от температуры по результатам ДТА (в,г) исследованных сплавов

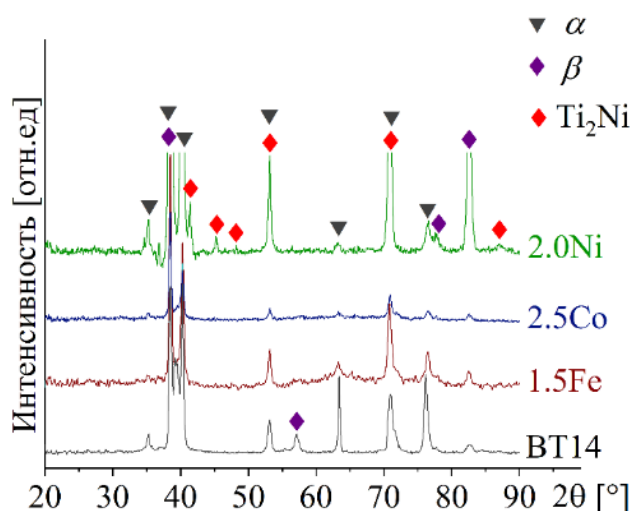


Рисунок 3.3 – Рентгенофазовый анализ сплавов Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава сравнения BT14

3.2 Исследование сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co

3.2.1 Анализ микроструктуры после горячей прокатки и отжига

После термомеханической обработки, включающей закалку из β -области и горячую прокатку в $(\alpha+\beta)$ -области, сплавы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co характеризовались преимущественно нерекристаллизованной, несфероидизированной структурой с вытянутыми в направлении прокатки зернами α - и β -фаз (рис. 3.4). В сплаве 2Ni-0Mo в микроструктуре были выявлены частицы интерметаллидной фазы Ti_2Ni , что коррелируется с термодинамическими расчетами при температуре прокатки 750 °C (рис.3.16), а также было подтверждено рентгенофазовым анализом (рис.3.3). Значения среднего размера зерен β -фазы в направлении оси горячей прокатки и перпендикулярно ей для сплавов группы Ti-4Al-1V-0Mo-xFe/Ni/Co приведены в таблице 3.1. При замене 3 % Mo на элементы с высоким коэффициентом диффузии средний размер зерен β -фазы в направлении оси деформации ($L_{\parallel}$) увеличился с $0,8 \pm 0,2$ мкм (значение для сплава BT14) до $1,5 \pm 0,1$ мкм (значение для сплава 2,5Co-0Mo). Размер зерен β -фазы в поперечном направлении ($L_{\perp}$) изменился незначительно с $0,5 \pm 0,1$ мкм (BT14) до $0,6 \pm 0,1$ мкм для сплавов 1,5Fe-0Mo и 2Ni-0Mo, и до $0,7 \pm 0,1$ мкм для сплава 2,5Co-0Mo.

Таблица 3.1 – Средний размер зерен β -фазы сплава BT14 и сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co в продольном ($L_{\parallel}$) и поперечном ($L_{\perp}$) направлении прокатки

Сплав	Средний размер зерен β -фазы, мкм		
	$L_{\parallel}$	$L_{\perp}$	$L_{\perp}/L_{\parallel}$
BT14	$0,8 \pm 0,2$	$0,5 \pm 0,1$	0,6
1,5Fe-0Mo	$1,2 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,5
2Ni-0Mo	$1,1 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,4
2,5Co-0Mo	$1,5 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$	0,5

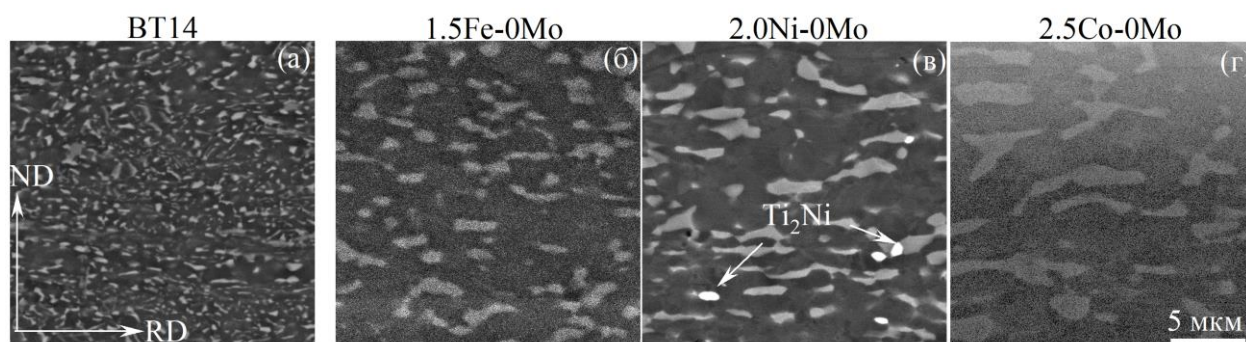


Рисунок 3.4 – Микроструктура сплава BT14 (а) и сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co (б-г) после ТМО

Анализ микроструктуры, а также определение средних размеров зерен и объемных долей α - и β -фаз проводили после отжига в предполагаемом температурном интервале проявления сверхпластичности 775–875 °С, в котором согласно «Thermo-Calc» формируется структура с объемной долей β -фазы от 20 до 60 %. С этой целью была проведена серия отжигов продолжительностью 30 минут с последующей закалкой в воду. По результатам структурного анализа сплавов 1,5Fe-0Mo, 2Ni-0Mo, 2,5Co-0Mo и сплава сравнения наибольший рост зерен, как α - так и β -фазы наблюдали у сплава 2,5Co-0Mo (рис. 3.4г,з,м). Нагрев до 775 °С и дальнейшая выдержка при этой температуре привели к образованию фазы Ti_2Ni в сплаве 2Ni-0Mo (рис.3.4в), что согласуется с фазовой диаграммой (рис.3.1д). При повышении температуры от 825 до 875 °С образование интерметаллида не выявили, что также коррелирует с термодинамическими расчетами (рис. 3.5ж,л). Увеличение температуры отжига приводит к увеличению объемной доли β -фазы для всех сплавов данной группы. Согласно количественным измерениям объемной доли β -фазы, соотношение объемных долей фаз $\alpha/\beta=50/50$ % у сплавов без Mo соответствует 870–875 °С, как и для сплава сравнения (рис.3.6а). При повышении температуры отжига с 775 до 875 °С средний размер зерен α -фазы увеличился с $2,6 \pm 0,2$ мкм до $3,7 \pm 0,1$ мкм и β -фазы с $1,9 \pm 0,1$ мкм до $3,2 \pm 0,2$ мкм. При этом в сплаве сравнения, содержащем 3% Mo (BT14), при увеличении температуры рост зерен α - и β -фаз был менее значительным, размер зерен

α -фазы увеличился с $1,1 \pm 0,1$ мкм до $1,8 \pm 0,2$ мкм, β -фазы с $0,9 \pm 0,1$ мкм до $1,7 \pm 0,1$ мкм (рис.3.6б,в).

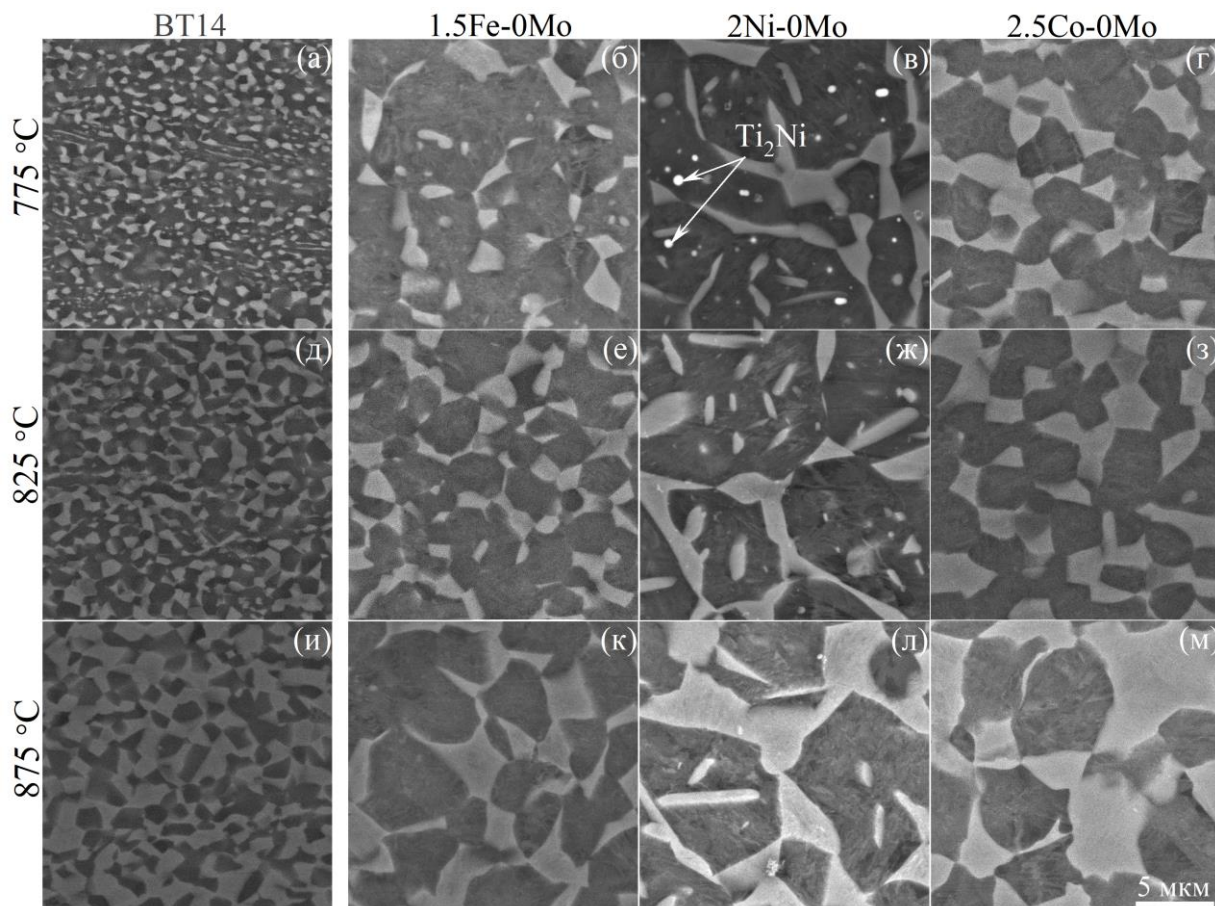


Рисунок 3.5 – Микроструктура сплава BT14 и сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co после отжига при 775 °C (а-г), 825 °C (д-з) и 875 °C (и-м)

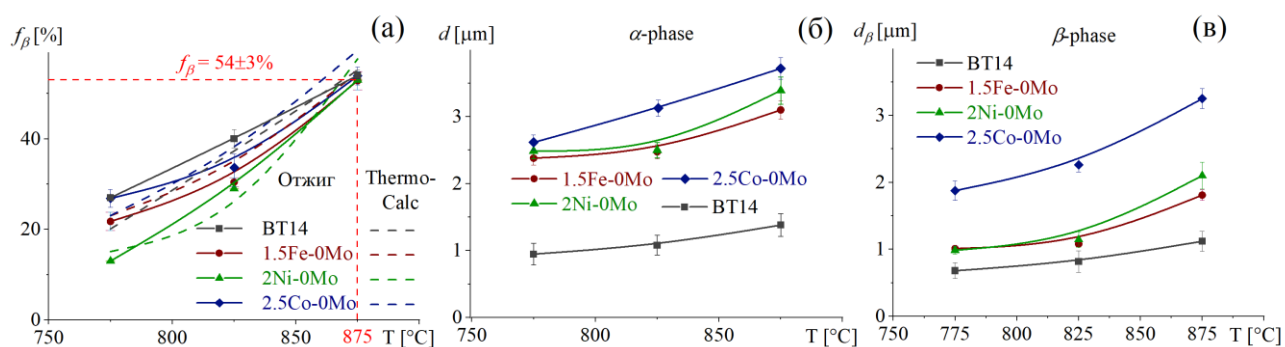


Рисунок 3.6 – Параметры микроструктуры: объемная доля β -фазы (а) и средний размер зерен α - (б) и β -фазы (в) в интервале температур 775–875 °C для сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co

3.2.2 Показатели сверхпластичности

Для определения оптимального скоростного и температурного диапазона сверхпластической деформации сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co были проведены испытания с пошаговым снижением скорости от 5×10^{-2} до $5 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ при температурах 775 °C, 825 °C и 875 °C. Данный температурный интервал был выбран с учетом объемной доли β -фазы, значение которой находится в интервале 20–50 %. По результатам испытаний с пошаговым изменением скорости деформации были построены зависимости показателя скоростной чувствительности m (сплошные линии) и напряжения течения (пунктирные линии) от скорости сверхпластической деформации (рис.3.7а-в). В результате исследуемые сплавы, включая сплав сравнения, демонстрировали максимальные значения m (0,5–0,55) в процессе сверхпластической деформации при температуре 875 °C в интервале скоростей 5×10^{-4} до $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. При понижении температуры до 825 °C и 775 °C значения m сплава BT14 снизились до 0,45–0,5 и до 0,4–0,48, соответственно. При этом для сплавов 1,5Fe-0Mo и 2,5Co-0Mo при снижении температуры деформации значения показателя m оставались близки к значениям m при температуре 875 °C в том же интервале скоростей. Для проведения испытаний с постоянной скоростью деформации была выбрана скорость $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, соответствующая максимальному значению m (сплошные линии на зависимости рис. 3.7а-в), и, соответственно, интервалу, в котором наблюдается линейная зависимость скорости деформации и напряжения течения (пунктирные линии на рис.3.7а-в). Кривые растяжения, полученные в результате деформации до разрушения с выбранной скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ сплавов с полной заменой Mo и сплава сравнения при температурах 775–875 °C представлены на рисунке 3.7г-е. При наименьшей температуре деформации 775 °C (рис.3.6г) сплавы 1,5Fe-0Mo и 2,5Co-0Mo сохраняли однородность сверхпластического течения до разрушения, их удлинения до разрушения составили 480 и 580 %, соответственно (рис. 3.9а). В то время как кривая растяжения сплава BT14 характеризовалась разупрочнением при удлинении, не превышающем 290 %. Несмотря на близкую объемную долю β -фазы при данной температуре, равную 18–22 %, отличия в сверхпластическом поведении сплавов с Fe и Co от сплава BT14 были существенны, что может быть объяснено активизацией диффузионных механизмов. Удлинение сплава 2Ni-0Mo при растяжении со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 775 °C не превысило 160 % (рис.3.9а), что может быть связано с образованием в структуре интерметаллидной фазы Ti_2Ni (рис. 3.1б). Объемная доля данной фазы согласно «Thermo-Calc» составила 4,5 % при 775 °C и при дальнейшем увеличении температуры снижалась. Поэтому сверхпластическая деформация сплава с никелем при температурах 825 и 875 °C, при

которых объемная доля никельсодержащей фазы не превышала 1,8 % и 0,4 %, сопровождалась более равномерным течением с удлинениями до 450 % и 560 %, соответственно (рис.3.9а). Деформация экспериментальных сплавов с заменой Мо сопровождалась значительным упрочнением уже на начальных стадиях деформации при температурах 825 и 875 °С, вероятно по причине высокой скорости динамического роста зерен (рис.3.7д,е). Несмотря на сильный рост напряжений при 825-875 °С сплавы с заменой Мо характеризовались достаточно высокими удлинениями, которые находились в том же диапазоне, как и сплав ВТ14, и составляли 400-500 % (рис.3.9а). В то же время при всех исследуемых температурах у сплавов с полной заменой Мо по сравнению со сплавом сравнения ВТ14 наблюдался более низкий уровень напряжений (в 2 раза) на начальных стадиях деформации, что связано с их более однородной фрагментированной микроструктурой перед началом сверхпластической деформации в присутствии Fe, Ni и Co.

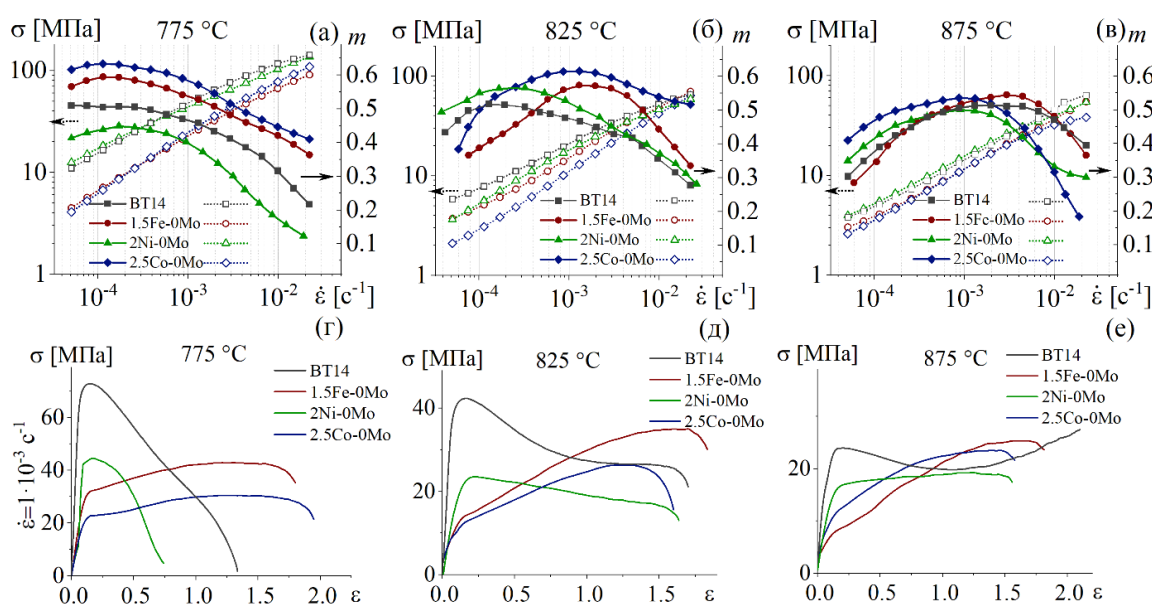


Рисунок 3.7 - Зависимость показателя скоростной чувствительности m (сплошные линии) (а-в) и напряжения течения (пунктирные линии) от скорости деформации в интервале температур 775-875 °С и кривые деформации со скоростью 1×10^{-3} c⁻¹ (г-е) для сплавов ВТ14, 1,5Fe-0Мо, 2Ni-0Мо и 2,5Co-0Мо

Из-за сильного динамического упрочнения в процессе деформации при скорости 1×10^{-3} c⁻¹, что вероятно связано с динамическим ростом зерен в сплавах с полной заменой Мо, были проведены испытания с большей в 5 раз постоянной скоростью деформации. Кривые растяжения, полученные в результате сверхпластической деформации со скоростью 5×10^{-3} c⁻¹ при температурах 825 °С и 875 °С, представлены на рисунке 3.8. Испытание при более низкой температуре 775 °С не проводили ввиду низкого значения m

(ниже 0,5), соответствующего скорости $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. В результате увеличение скорости привело к более равномерному сверхпластическому течению сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co при температурах 825 °C и 875 °C при пониженных относительно сплава сравнения напряжениях течения на начальной стадии деформации. Удлинения сплавов с Fe, Ni и Co находились на одном уровне со сплавом сравнения и составили 380–400 % при температуре 825 °C и 250–390 % при температуре 875 °C (рис.3.9б).

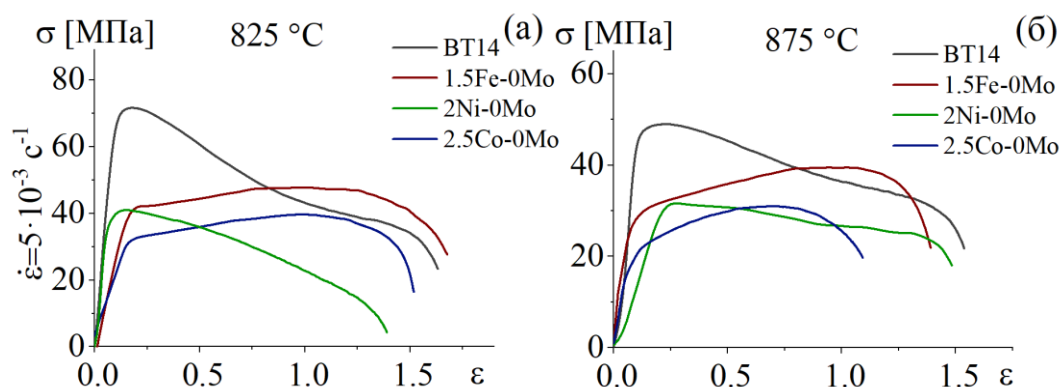


Рисунок 3.8 - Кривые деформации со скоростью $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 825 °C и 875 °C для сплавов BT14, 1,5Fe-0Mo, 2Ni-0Mo и 2,5Co-0Mo

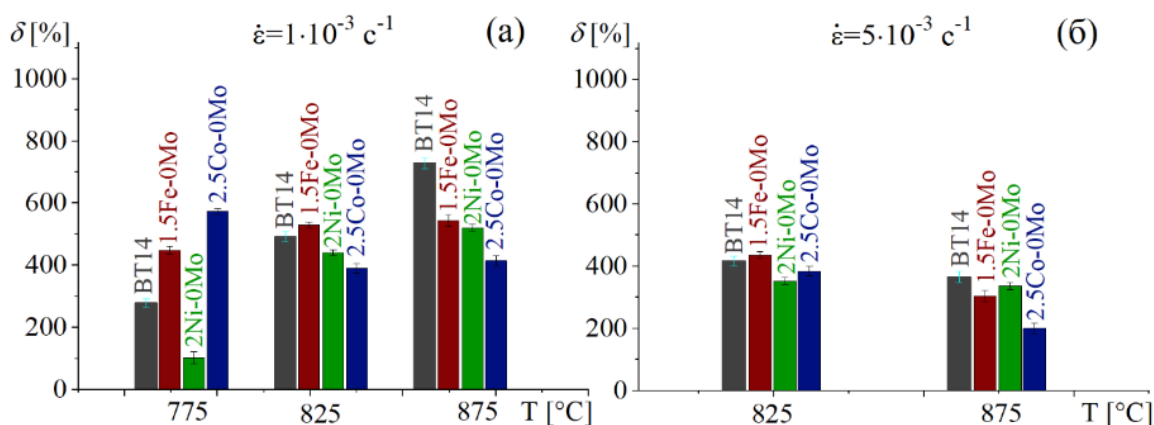


Рисунок 3.9 – Температурная зависимость относительного удлинения до разрушения (δ) сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co в процессе деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 775-875 °C (а) и со скоростью $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 825 и 875 °C (б)

Эволюцию показателя скоростной чувствительности m в процессе сверхпластической деформации изучали путем испытаний со скачковым увеличением скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ на 20 % каждые 0,1 деформации по ASTM-стандарту при температурах 775 и 875 °C (рисунок 3.10). Для сплава 2Ni-0Mo при температуре 775 °C

испытание не проводили из-за его несверхпластичного поведения при данной температуре (рис.3.7г). В процессе сверхпластической деформации до 1,5 при температуре 775 °С сплавы 1,5Fe-0Mo и 2,5Co-0Mo демонстрировали высокие значения m в пределах 0,45–0,50 для сплава с Fe и 0,50–0,55 для сплава с Co. При дальнейшем увеличении деформации от 1,5 до разрушения m снижался до 0,33–0,35 для обоих сплавов. Для сплава сравнения значение показателя скоростной чувствительности m было значительно ниже (0,32–0,36) и оставалось стабильным в процессе увеличения деформации до разрушения (до 1,2). Сверхпластическая деформация сплавов 1,5Fe-0Mo и 2,5Co-0Mo при температуре равенства объемных долей α - и β -фаз 50/50 % (875 °С) характеризовалась высокими значениями показателя m , которые увеличивались с 0,48 до 0,55 на начальной стадии деформации (до 0,75) и затем снижались до 0,42 при деформации до разрушения. Для сплава 2Ni-0Mo значение m увеличивалось с 0,41 до 0,50 при деформации до 1,0 и затем снижалось до 0,39 при увеличении деформации до разрушения. Снижение показателя m для сплавов 1,5Fe-0Mo, 2Ni-0Mo и 2,5Co-0Mo вероятно связано с высоким динамическим ростом зерен при температуре 875 °С. Для сплава BT14 значение m было более стабильно при увеличении деформации от 1,0 до 1,5 и находилось в диапазоне 0,43–0,53, а затем снижалось до 0,32 при дальнейшей деформации до разрушения.

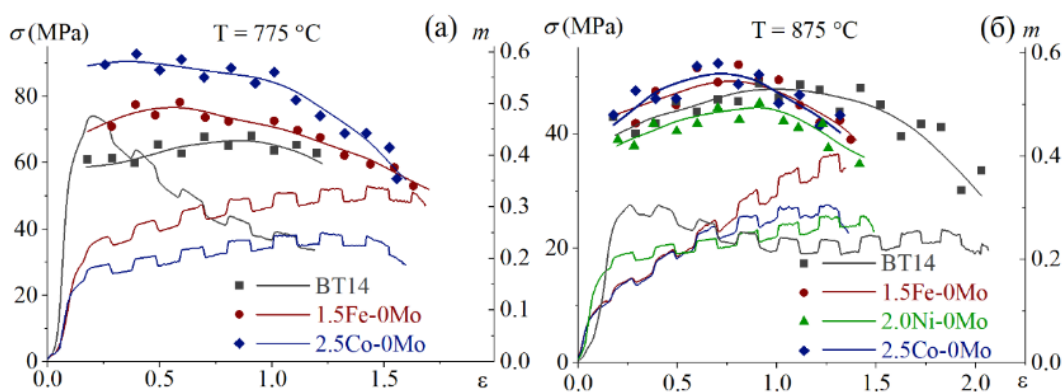


Рисунок 3.10 – Кривые деформации и зависимость показателя m от степени деформации при одноосном растяжении сплавов Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава BT14 со скоростью $1 \times 10^{-3}\text{ с}^{-1}$ при температурах 775 °С (а) и 875 °С (б) по результатам испытаний со скачковым изменением скорости на 20 % каждые 0,1 истинной деформации

3.2.3 Эволюция микроструктуры в процессе сверхпластической деформации

Микроструктуру сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава сравнения BT14 анализировали после деформации до 1,6 при температуре 825 °С (рис. 3.11) и до 1,1 при 875 °С (рис. 3.12), а также после отжига в течение времени, соответствующего времени

сверхпластической деформации. После отжига в сплавах 1,5Fe-0Mo и 2,5Co-0Mo формировалась более рекристаллизованная и равноосная структура по сравнению со сплавами BT14 и 2Ni-0Mo как при 825 °C (рис.3.11а-г), так и при более высокой температуре 875 °C (рис. 3.12а-г). После отжига при обеих температурах в сплаве сравнения наблюдались участки с вытянутыми зернами α - и β -фаз (рис.3.11,3.12а), а в сплаве с Ni формировалась неравноосная структура с частицами β -фазы по границам и внутри зерен α -фазы. Сплав 2Ni-0Mo приобрел микроструктуру, близкую к глобулярной дуплексной только в результате сверхпластической деформации до 1,6 и 1,1 (рис.3.11з и рис.3.12з).

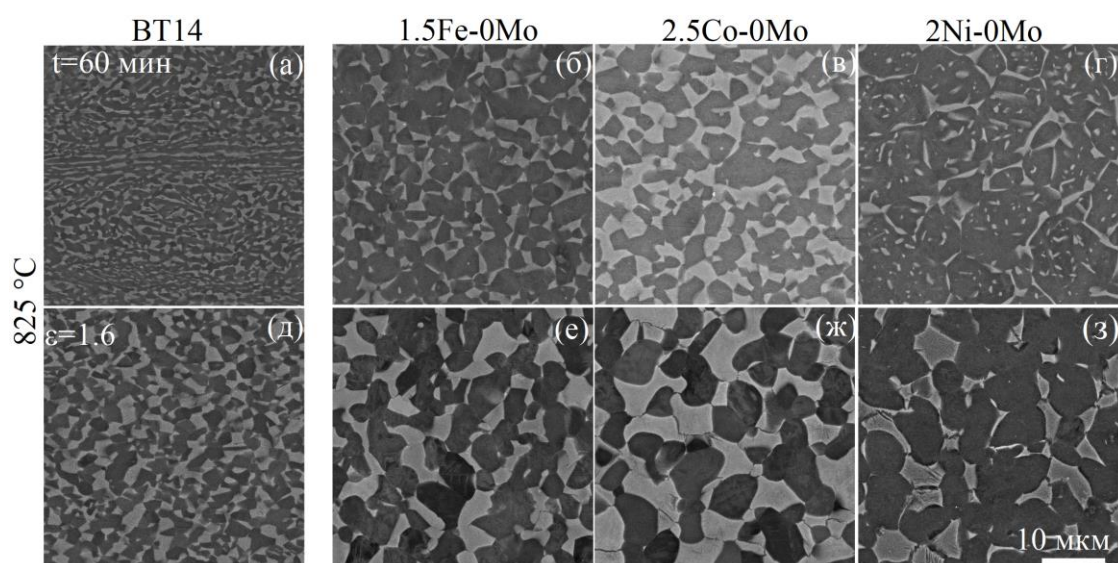


Рисунок 3.11 – Микроструктура сплавов Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co после отжига (а-г) и после сверхпластической деформации до 1,6 (д-з) при 825 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

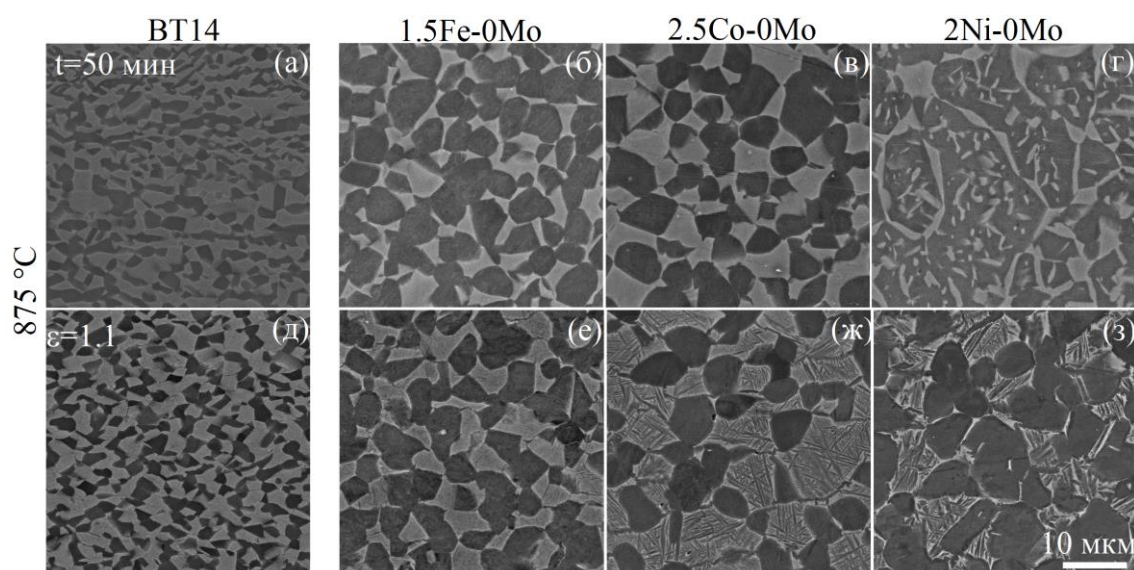


Рисунок 3.12 – Микроструктура сплавов Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co после отжига (а-г) и после сверхпластической деформации до 1,1 (д-з) при 875 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Определение динамической и статической составляющей роста зерен α - и β -фаз и расчет коэффициентов скорости роста зерен проводили путем количественного анализа микроструктуры в процессе сверхпластической деформации при 875 °С со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (рис.3.12). Для оценки динамической составляющей роста зерен обеих фаз проводили измерения размеров зерен исходной микроструктуры сплавов после отжига, имитирующего нагрев и выдержку при температуре сверхпластической деформации, а также после деформации до 1,1 и деформации до разрушения. Статический рост зерен рассчитывали путем количественного анализа микроструктуры после отжига в течение времени, соответствующего времени нагрева перед сверхпластической деформацией (30 минут) и после отжига в течение времени, соответствующего времени нахождения образца в печи в процессе сверхпластической деформации. Получившиеся зависимости среднего размера зерна α - и β -фаз для экспериментальных сплавов с заменой 3 % Мо от времени и степени деформации представлены на рисунке 3.13а,б.

В сплавах 1,5Fe-0Мо, 2,5Со-0Мо и 2Ni-0Мо при увеличении деформации до 1,1 наблюдался более сильный рост зерен относительно сплава сравнения. Средний размер зерен α -фазы увеличился с 3,1–3,7 до 3,8–4,3 мкм, β -фазы от 1,8–3,2 до 2,9–3,8 мкм. Дальнейшее увеличение степени деформации до разрушения привело к еще большему росту зерен обеих фаз сплавов с заменой 3 % Мо. Средний размер зерен при деформации до разрушения составил 4,1–4,6 мкм для α -фазы и 3,3–5,6 мкм для β -фазы. В то время как в сплаве ВТ14 средний размер зерен α -фазы незначительно увеличился с $1,2 \pm 0,1$ до $1,5 \pm 0,2$ мкм при увеличении деформации до 1,1 и затем достиг значения $2,8 \pm 0,1$ мкм при деформации до разрушения. Для β -фазы средний размер зерна сплава сравнения увеличивался с $1,2 \pm 0,2$ до $2,8 \pm 0,1$ мкм при увеличении деформации до максимальной. Все сплавы характеризовались слабым статическим ростом зерен в процессе увеличения времени сверхпластической деформации при температуре 875 °С. Средний размер зерна α -фазы для сплавов с Fe, Со и Ni увеличился незначительно с 3,1–3,7 до 4,0–4,1 мкм и для β -фазы с 1,8–3,2 до 1,9–3,4 мкм. В сплаве сравнения также наблюдали небольшой статический рост зерен α -фазы с $1,2 \pm 0,2$ до $1,4 \pm 0,1$ мкм и β -фазы с $1,2 \pm 0,1$ до $1,6 \pm 0,3$ мкм. Согласно полученным значениям средних размеров зерен обеих фаз в процессе увеличения времени отжига и деформации, а также с учетом времени и степени деформации были рассчитаны коэффициенты скорости динамического (K_d) и статического роста (K_s), представленные на гистограммах на рисунке 3.13в.

В результате было отмечено заметное преобладание динамической составляющей скорости роста зерен над статической в данных условиях сверхпластической деформации сплавов с заменой 3 % Мо. Наибольший динамический рост зерен как α -, так

и β -фазы наблюдался в сплаве 2Ni-0Mo, K_d составлял 101,2 мкм/ч для β -фазы и 98,2 мкм/ч для α -фазы.

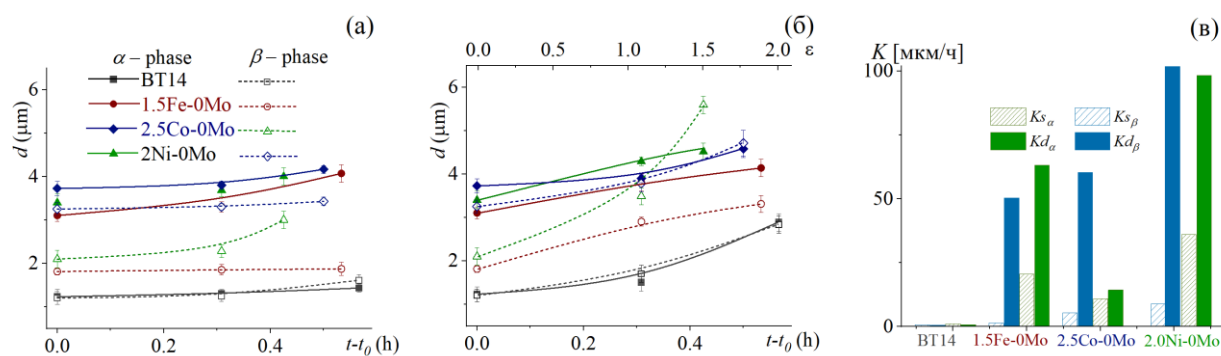


Рисунок 3.13 – Зависимости среднего размера зерен α - (сплошные линии) и β -фазы (пунктирные линии) от времени (а) и степени (б) сверхпластической деформации и коэффициенты скорости динамического и статического роста зерен при температуре 875 °С и скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Для установления влияния замены 3 % Мо элементами с высоким коэффициентом диффузии в β -Ti на параметры зеренной и субзеренной структуры был проведен EBSD-анализ сплавов после отжига в течение 30 минут и после сверхпластической деформации до 1,1 со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре, соответствующей микроструктуре с равными объемными долями α - и β -фаз – 875 °С. Согласно EBSD-картам (рис.3.14а), на которых малоугловые границы (МУГ) обозначены белым цветом, а высокоугловые (ВУГ) - черным, в сплаве сравнения до начала сверхпластической деформации формировалась частично некристаллизованная структура с высокой долей малоугловых границ – 64 %. С увеличением степени деформации до 1,1 доля МУГ снизилась до 16 % вследствие протекания процессов рекристаллизации.

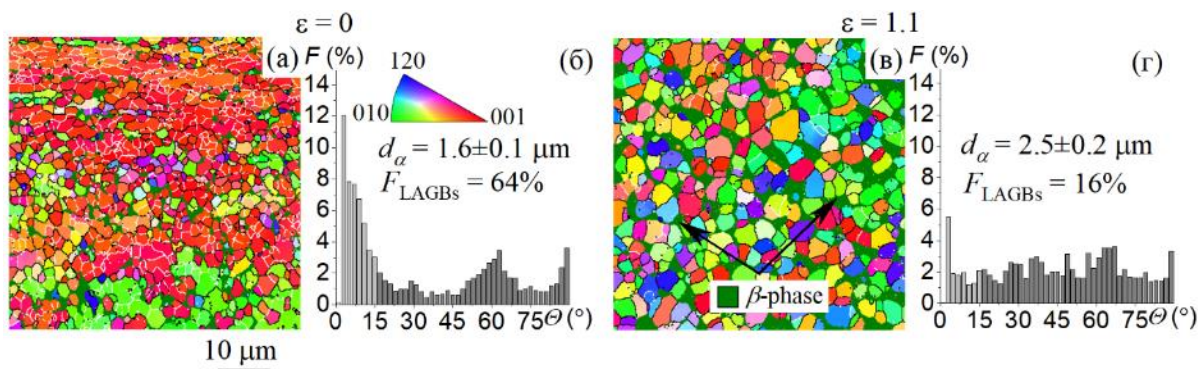


Рисунок 3.14 – EBSD-карты (а,в) и гистограммы распределения границ зерен по углам разориентировки (б,г) сплава BT14 до (а,б) и после (в,г) сверхпластической деформации при температуре 875 °С со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Таблица 3.2 – Параметры микроструктуры сплавов до ($\varepsilon=0$) и после сверхпластической деформации при температуре 875 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ($\varepsilon=1,1$)

Параметры микроструктуры	$\varepsilon=0$				$\varepsilon=1,1$			
	BT14	1,5Fe-0Mo	2Ni-0Mo	2,5Co-0Mo	BT14	1,5Fe-0Mo	2Ni-0Mo	2,5Co-0Mo
$d\alpha$, мкм	1,6	2,7	3,0	3,3	2,5	3,7	4,5	3,6
Доля МУГ/ВУГ %	64/36	14/86	22/78	13/87	16/84	6/94	22/78	15/85
Доля рекр. зерен, %	45	91	64	97	82	98	83	88
Доля субзерен %	54	9	35	3	17	1	17	10
Доля деформ. зерен, %	1	0	0	0	1	1	1	2

Напротив, для сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co с полной заменой Mo доля МУГ была низкой уже перед началом сверхпластической деформации и составляла 14-22 %, что говорит о более полном прохождении процессов рекристаллизации зеренной структуры в присутствии элементов с высоким коэффициентом диффузии в β -фазе уже на стадии отжига (рис.3.16а-в). Для сплава сравнения средний размер зерен α -фазы и частично превращенной в результате быстрого охлаждения β -фазы составил 1,6 мкм перед началом сверхпластической деформации (таблица 3.2). Области непревращенной β -фазы обозначены зеленым цветом на EBSD-картах (рис.3.15г-е, к-м). В связи с частичным превращением ОЦК решетки β -фазы в ГП решетку α -фазы в результате ускоренного охлаждения после отжига или сверхпластической деформации при 875 °C, EBSD-анализ идентифицировал ее как α -фазу (выделенные черным пунктиром области на рисунке 3.15л,м соответствуют превращенной β -фазе). В то время как в сплавах с Fe, Co и Ni формировалась более крупнозернистая структура, со средним размером зерен в два раза больше в сравнении со сплавом BT14. В результате сверхпластической деформации при температуре равенства объемных долей α - и β -фаз (875 °C) до 1,1 средний размер зерен фазы с ГП решеткой увеличился с 1,6 до 2,5 мкм для сплава сравнения, с 2,7 до 3,7 мкм для сплава 1,5Fe-0Mo, с 3,0 до 4,5 мкм для 2Ni-0Mo и с 3,3 до 3,6 мкм для 2,5Co-0Mo (таблица 3.2). Согласно рисунку 3.15в,е в сплаве 2Ni-0Mo структура дуплексного типа формируется только в результате сверхпластической деформации, в то время как после отжига β -фаза выделяется неравномерно в виде включений по телу и границам зерен α -фазы, что, вероятно, связано с более высокой диффузионной способностью Ni в сравнении с Fe и Co.

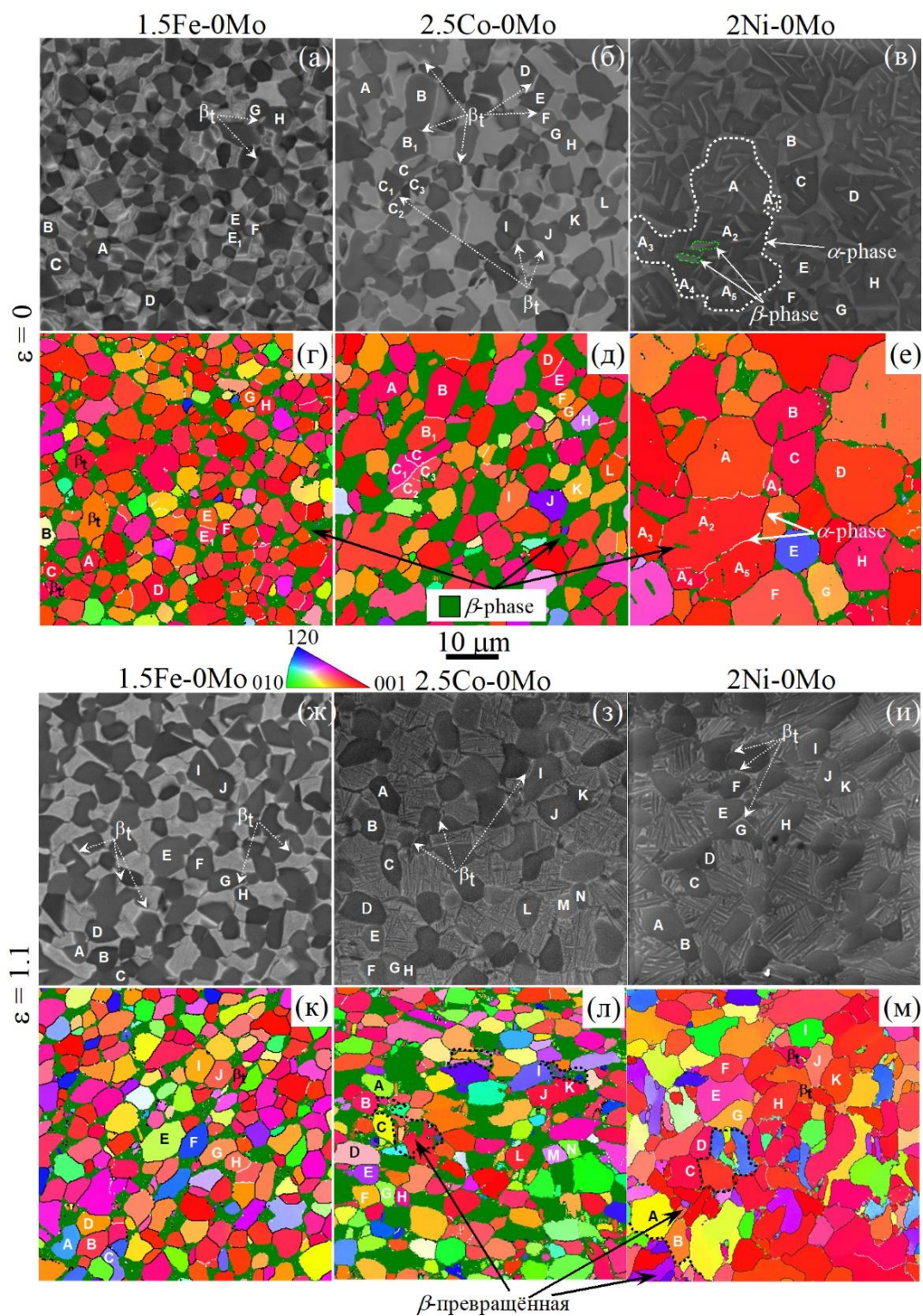


Рисунок 3.15 – СЭМ-микроструктуры (а-в, ж-и) и EBSD-карты сплавов Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co до (а-е) и после сверхпластической деформации до 1,1 при температуре 875 °C (ж-м) со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

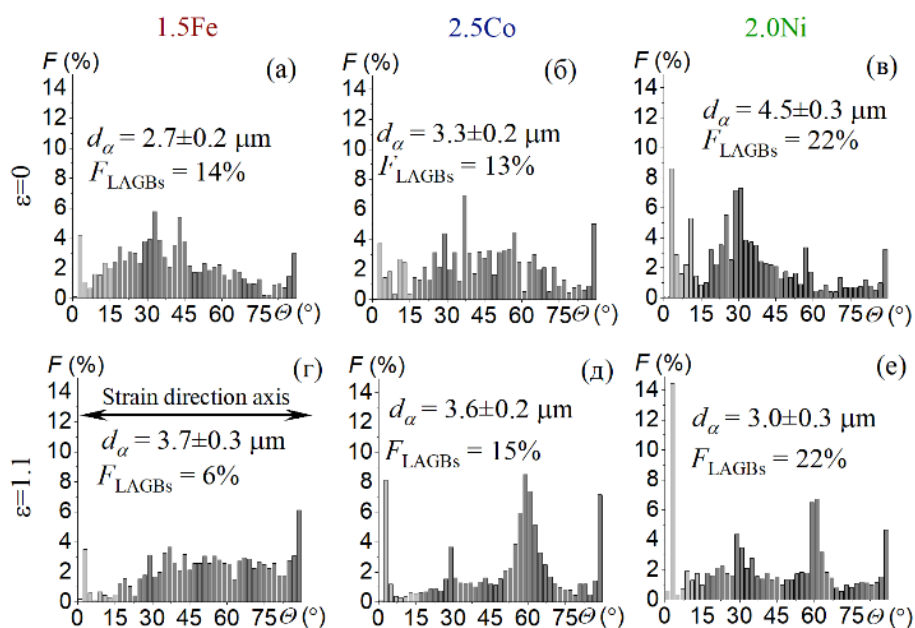


Рисунок 3.16 – Гистограммы распределения границ зерен по углам разориентировки сплавов группы Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co до отжига в течение 30 минут (а-в) и после сверхпластической деформации при температуре 875 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

3.3 Исследование сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co

Как было установлено ранее (раздел 3.1) замена 3 % Mo на элементы с высоким коэффициентом диффузии в β -Ti приводит к интенсивному динамическому росту зерен в процессе сверхпластической деформации при температуре 875 °C, соответствующей структуре с равной объемной долей α - и β -фаз, в результате чего сверхпластическая деформация сплавов 1,5Fe-0Mo, 2Ni-0Mo и 2,5Co-0Mo сопровождалась ростом напряжений и снижением относительного удлинения. Таким образом, наличие в сплавах Mo, обладающего низким коэффициентом диффузии в β -фазе, вероятно, необходимо, с точки зрения замедления диффузии в сплаве и предотвращения существенного динамического роста зерен. Для подтверждения данного факта были получены сплавы с заменой только 1 % Mo с добавками элементов с высоким коэффициентом диффузии в β -фазе 0,4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo и 0,6Co-2Mo (таблица 2.1). Согласно рис.3.2б,г, на котором представлены результаты определения температуры β -трансуса по политермическим сечениями фазовых диаграмм сплавов Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co и при помощи ДСК-анализа, сплавы с частичной заменой Mo 4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo и 0,6Co-2Mo характеризуются близким значением β -трансуса, которое составило ~ 920 °C. Результаты предварительного теоретического расчета в «Thermo-Calc» были подтверждены и согласовывались с результатами ДСК-анализа (рис.3.2). Согласно политермическому сечению фазовой

диаграммы Ti-4Al-1V-2Mo-0,5Ni, в сплаве 0,5Ni-2Mo образуется интерметаллидная фаза Ti₂Ni при температурах ниже 725 °С (рис.3.1д).

3.3.1 Анализ микроструктуры после горячей прокатки и отжига

После горячей деформации в двухфазной ($\alpha+\beta$)-области при температуре (750 ± 10) °С сплавы с 2 % Мо имели частично-рекристаллизованную структуру с участками вытянутых вдоль направления оси деформации волокнами зерен α - и β -фаз (рис.3.17). В таблице 3.2 приведены значения среднего размера зерен β -фазы, измеренных вдоль и поперек оси деформации для сплавов с заменой 1 % Мо и, в качестве сравнения, для сплавов с заменой 3 % Мо. Стоит отметить, что в сплавах 0,4Fe/0,5Ni/0,6Co-2Мо в результате горячей прокатки сформировалась микроструктура с меньшим в 1,5-2 раза размером зерен β -фазы по сравнению со сплавами с заменой 3 % Мо (таблица 3.2).

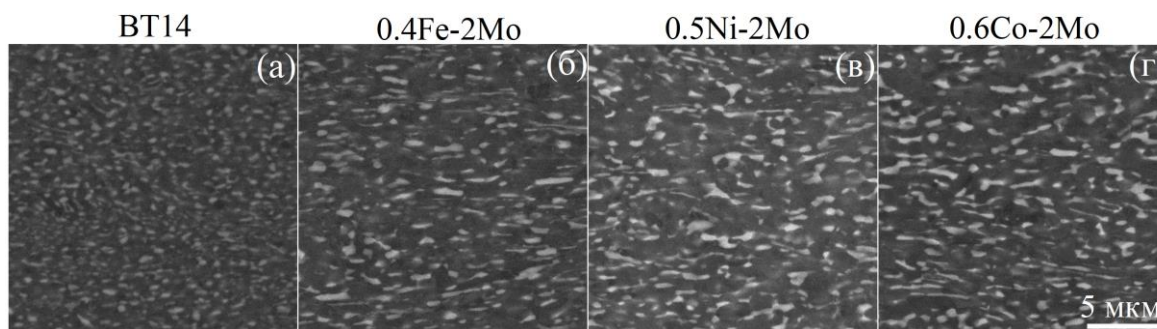


Рисунок 3.17 – Микроструктура сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co (б-г) и сплава BT14 (а) после горячей прокатки при температуре 750 °С

Таблица 3.2 – Средний размер зерен β -фазы сплава BT14 и сплавов группы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co в продольном ($L_{\parallel}$) и поперечном ($L_{\perp}$) направлении горячей деформации при температуре 750 °С

Сплав	β [мкм]		
	$L_{\parallel}$	$L_{\perp}$	$L_{\perp}/L_{\parallel}$
BT14	$0,8 \pm 0,2$	$0,5 \pm 0,1$	0,6
1,5Fe-0Mo	$1,2 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,5
2Ni-0Mo	$1,1 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,4
2,5Co-0Mo	$1,5 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$	0,5
0,4Fe-2Mo	$0,7 \pm 0,2$	$0,3 \pm 0,1$	0,4
0,5Ni-2Mo	$0,6 \pm 0,2$	$0,3 \pm 0,1$	0,5
0,6Co-2Mo	$0,5 \pm 0,1$	$0,3 \pm 0,1$	0,6

Средний размер зерен β -фазы сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co был близок к значениям сплава сравнения и составил от $0,5 \pm 0,1$ до $0,7 \pm 0,2$ мкм в направлении

прокатки и $0,3 \pm 0,1$ мкм перпендикулярно ей (таблица 3.2). Стоит отметить, что коэффициент формы зерен ($L_{\perp}/L_{\parallel}$) в сплавах группы Ti-4Al-1V-0/2Mo-xFe/Ni/Co, то есть в случае и полной замены 3 % Mo и в случае частичной замены 1 % Mo, а также сплава сравнения, изменялся слабо и варьировался в интервале 0,4–0,6 (Таблица 3.2).

Параметры микроструктуры (средний размер зерен α - и β -фаз и объемная доля β -фазы) сплавов группы Ti-4Al-1V-2Mo-xFe/Ni/Co в зависимости от температуры были определены при помощи количественного анализа микроструктур, полученных в результате серии отжигов в течение 30 минут в интервале температур 625–875 °C с шагом 50 °C (рис.3.18). Последовательное увеличение температуры отжига привело как к росту объемной доли β -фазы, так и среднего размера зерен α - и β -фаз (рис.3.19). Значения объемной доли β -фазы экспериментальных сплавов и сплава сравнения, полученные по результатам количественного анализа микроструктуры после отжига (сплошные линии) и по результатам термодинамических расчетов (пунктирные линии), представленные на рисунке 3.19а, увеличивались с 8-10 до 52-55 % при увеличении температуры отжига с 625 до 875 °C. Таким образом, температура, обеспечивающая равную долю 50/50 % α - и β -фаз, и соответствующая предполагаемой оптимальной температуре сверхпластической деформации сплавов с частичной заменой 1 % Mo, составила 875 °C. Такая же температура обеспечивала равную объемную долю фаз и у сплава сравнения, и у сплавов с полной заменой 3 % Mo, что и требовалось при выборе сплавов разного химического состава с равной объемной долей фаз. Согласно микроструктурам, представленным на рисунке 3.18, сплавы 0,4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo и 0,6Co-2Mo характеризовались более рекристаллизованной структурой при нагреве до минимальной температуры сверхпластической деформации (625 °C). Средний размер зерен α -фазы увеличивался с 0,8-1,0 до 0,9-1,1 мкм и β -фазы с 0,5-0,6 до 0,6-0,7 мкм при увеличении температуры с 625 до 675 °C. В отличие от сплавов с заменой 1 % Mo, в сплаве сравнения сформировалась частично нерекристаллизованная структура при температурах 625 и 675 °C: средний размер зерен для α -фазы составлял $0,5 \pm 0,2$ и $0,6 \pm 0,1$ мкм, а для β -фазы $0,3 \pm 0,1$ и $0,4 \pm 0,1$ мкм, соответственно. Для сплавов с заменой 1 % Mo при дальнейшем увеличении температуры отжига с 675 до 875 °C средний размер зерен α -фазы увеличился с 0,9–1,1 до 1,5–1,8 мкм, β -фазы с 0,6–0,7 до 1,4–1,8 мкм. Таким образом, замена только 1 % Mo на элементы с высокой диффузионной способностью не привела к такому сильному росту зерен при увеличении температуры отжига по сравнению с полной заменой 3 % Mo. В сплаве сравнения наблюдался более слабый рост зерен при увеличении температуры отжига от 675 до 875 °C: средний размер зерен α -фазы увеличился с $0,6 \pm 0,1$ до $1,4 \pm 0,2$ мкм и β -фазы с $0,4 \pm 0,1$ до $1,1 \pm 0,1$ мкм. Формирование более равноосной рекристаллизованной структуры начиная с самой низкой

температуры отжига в сплавах с заменой 1 % Mo можно объяснить более полным прохождением процессов рекристаллизации и сфероидизации в присутствии высокодиффузионных Fe, Ni и Co.

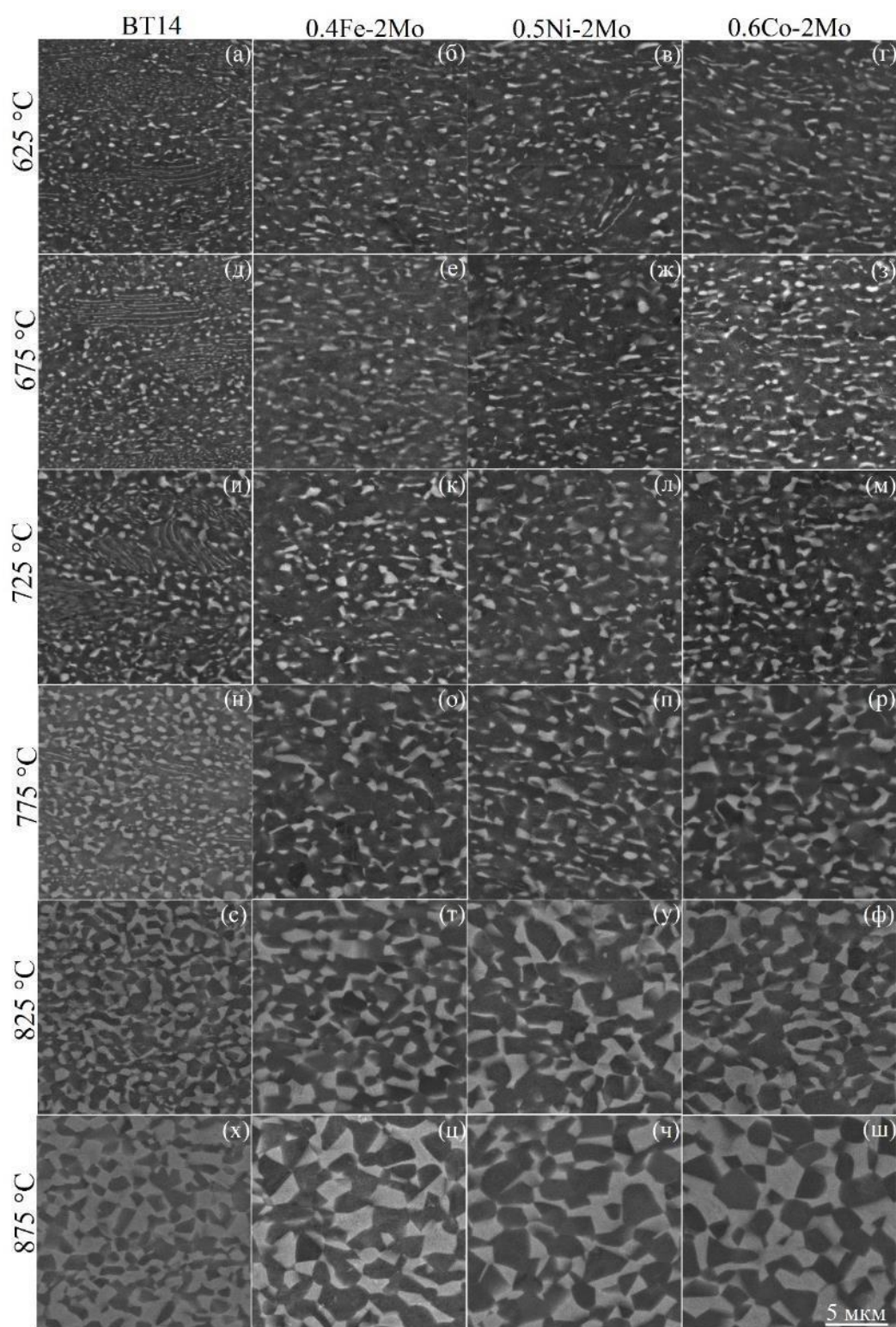


Рисунок 3.18 – Микроструктура сплава BT14 и сплавов Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co после отжига при температурах 625 °C (а-г), 675 °C (д-з), 725 °C (и-м), 775 °C (и-р), 825 °C (е-ф) и 875 °C (х-ш)

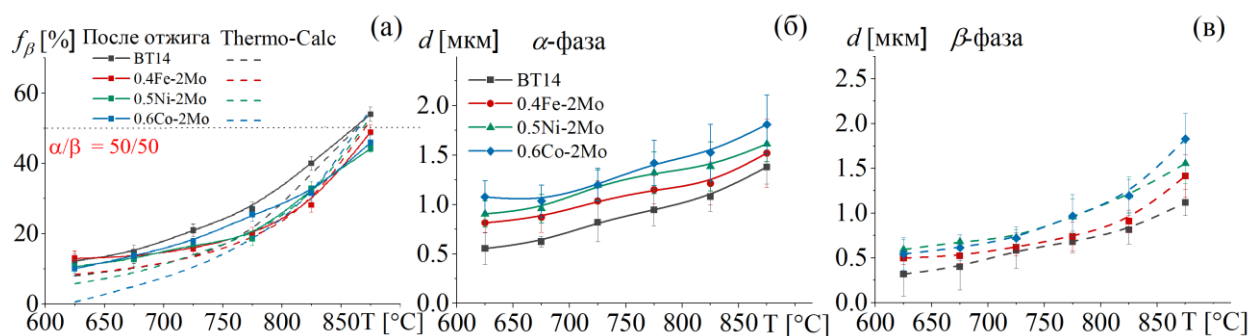


Рисунок 3.19 – Зависимости объемной доли β -фазы (а) и среднего размера зерен α -(б) и β -(в) фаз от температуры отжига в интервале 625-875 °С для сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co

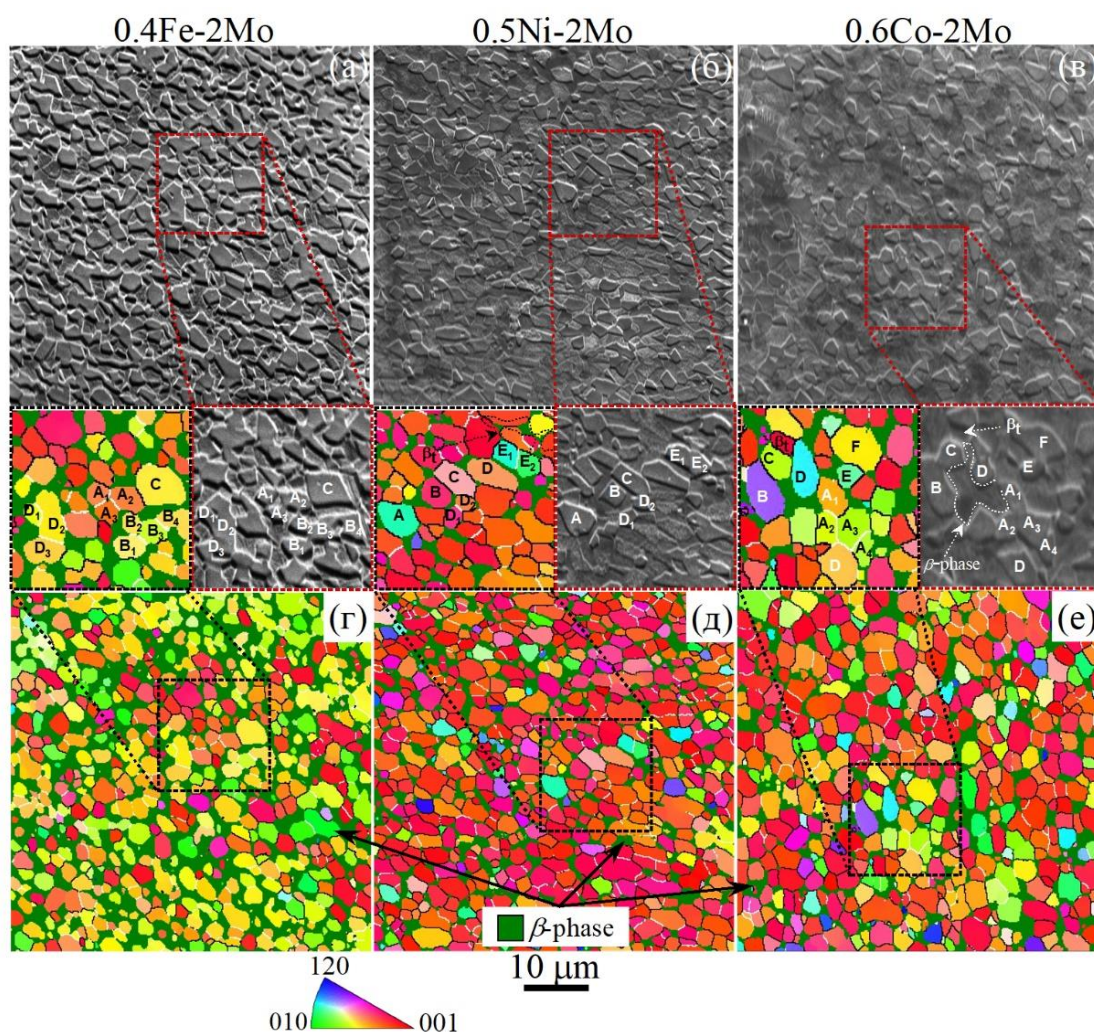


Рисунок 3.20 – СЭМ-микроструктуры (а-в) и EBSD-карты (г-е) сплавов Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co после отжига в течение 30 минут при температуре 875 °С (малоугловые границы зерен α -фазы (2-15°) на EBSD-картах обозначены белыми линиями, высокоугловые границы (>15°) - черными)

Микроструктура сплавов Ti-4Al-1V-2Mo-xFe/Ni/Co после отжига при температуре равенства объемных долей фаз (875 °С) была дополнительно изучена методом

EBSD-анализа (рис.3.20г-е) и сопоставлена с СЭМ-изображениями, полученными из того же участка сканируемой области (рис.3.20а-б). На EBSD-картах отмечено формирование субзерен фазы с ГП решеткой, которые разделены малоугловыми границами.

В то же время на СЭМ-изображениях субзерна выглядят как отдельные зерна (например, рис.3.20а зерна A_1 , A_2 , A_3). Из-за частичного превращения ОЦК решетки β -фазы в ГП α -фазы при ускоренном охлаждении некоторые области на EBSD-картах соответствовали β -фазе и обозначались β_t , что было подтверждено анализом СЭМ-микроструктур. Области β -фазы, которые не претерпевали превращения и сохраняли ОЦК-решетку обозначены зеленым цветом на EBSD-картах.

3.3.2 Показатели сверхпластичности

Анализ показателей сверхпластичности сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава сравнения проводили по результатам испытаний с пошаговым снижением скорости от 5×10^{-2} до $5 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ и с постоянной скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в интервале температур от 625 до 875 °С с шагом 50 °С. Полученные в результате понижения скорости деформации зависимости показателя скоростной чувствительности m и напряжения течения от скорости деформации, а также зависимости истинной деформации от напряжения течения (при постоянной скорости деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$) представлены на рисунках 3.21 и 3.22, соответственно. Относительные удлинения до разрушения сплавов при температурах испытаний 625–875 °С представлены на рисунке 3.23.

Сплавы 0,4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo и 0,6Co-2Mo характеризовались высокими значениями коэффициента скоростной чувствительности m в широком температурно-скоростном интервале и в 1,5-2 раза более низкими напряжениями течения на начальной стадии деформации по сравнению со сплавом сравнения ВТ14. Сверхпластическая деформация экспериментальных сплавов была неравномерной при минимальной температуре (625 °С), что связано с низкими значениями коэффициента $m \sim 0,35\text{--}0,4$. Удлинения для всех сплавов при 625 °С не превышали 200–300 % (рис.3.23а). Повышение температуры до 675–725 °С обеспечило рост удлинений и равномерности деформации в экспериментальных сплавах в отличие от сплава сравнения, деформация которого оставалась неравномерной и сопровождалась сильным ростом напряжений до 130-190 МПа на начальной стадии деформации (рис.3.22б,в). При этом деформационное поведение сплавов с заменой 1 % Мо характеризовалось более равномерным сверхпластическим течением, меньшими в 2–2,5 раза напряжениями течения на начальной

стадии деформации по сравнению со сплавом ВТ14, что связано с более сфероидизированной (глобулярной) микроструктурой перед началом деформации в сплавах с добавками Fe, Co и Ni. В результате деформации при температурах 675 °С и 725 °С относительное удлинение сплавов 0,4Fe-2Мо, 0,5Ni-2Мо и 0,6Co-2Мо составило 350-400 % и 450-700 %, соответственно (рис.3.23а). При этом, относительное удлинение до разрушения сплава сравнения не превысило 250 % в процессе сверхпластической деформации при данных пониженных температурах.

При температурах 775-825 °С скорость $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ была близка к оптимальной для экспериментальных сплавов и соответствовала максимальным значениям m (рис.3.21г,д). Удлинения до разрушения при этих температурах достигли больших значений и составили 560-800 % (рис.3.23б). В то же время сплав сравнения при повышении температур до 775-825 °С сохранил неоднородный характер течения. Относительное удлинение сплава сравнения не превысило 250-480 %. При данных температурах сплавы группы Ti-4Al-2Мо-1V-хFe/Ni/Co деформировались с упрочнением, а ВТ14 с разупрочнением на начальной стадии и практически постоянным напряжением на стадии установившегося течения. При наибольшей температуре сверхпластической деформации – 875 °С, которая соответствует микроструктуре с равной объемной долей α - и β -фаз, все сплавы деформировались с упрочнением, подразумевающим динамический рост зерен (рис.3.22е).

Сплавы группы Ti-Al-V-2Мо-хFe/Ni/Co демонстрировали достаточно высокие удлинения до 600–800 % в процессе сверхпластической деформации при 875 °С, несмотря на постоянный рост напряжений вследствие ускорения процесса динамического роста зерен в присутствии Fe, Ni и Co. Сверхпластическая деформация сплава сравнения при температуре 875 °С также сопровождалась повышением уровня напряжений, при этом относительное удлинение составило 900 % (рис.3.22е).

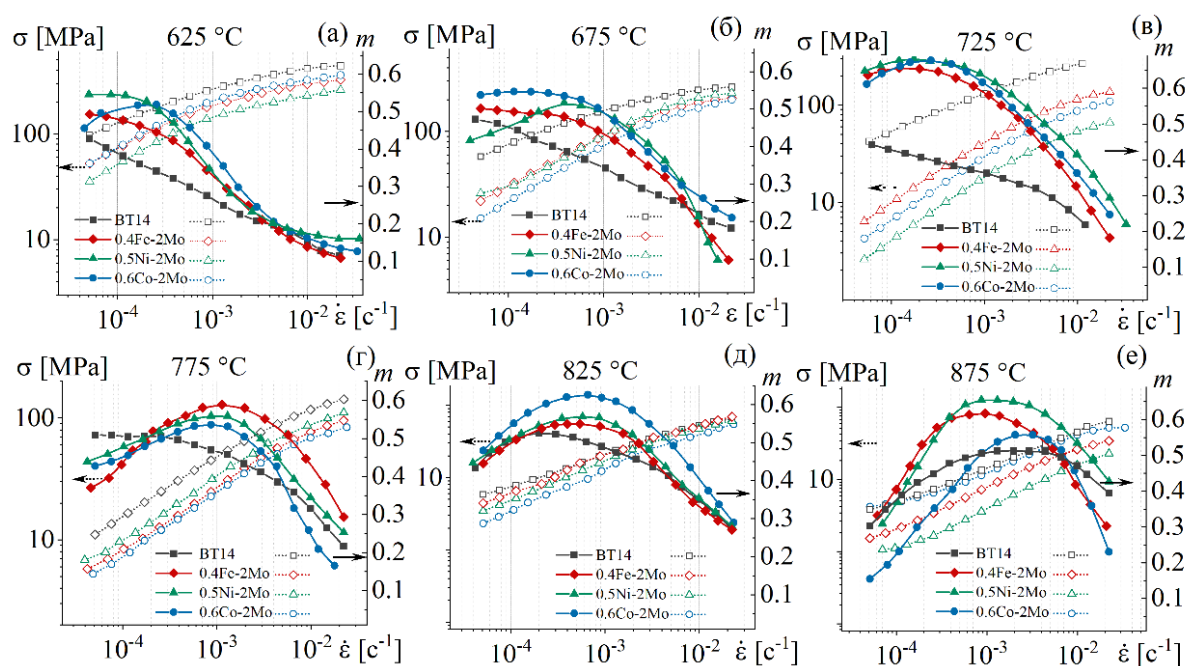


Рисунок 3.21 – Зависимости показателя скорости чувствительности m (сплошные линии) и напряжения течения (пунктирные линии) от скорости деформации сплавов BT14, 0,4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo и 0,6Co-2Mo при температурах 625–875 °C

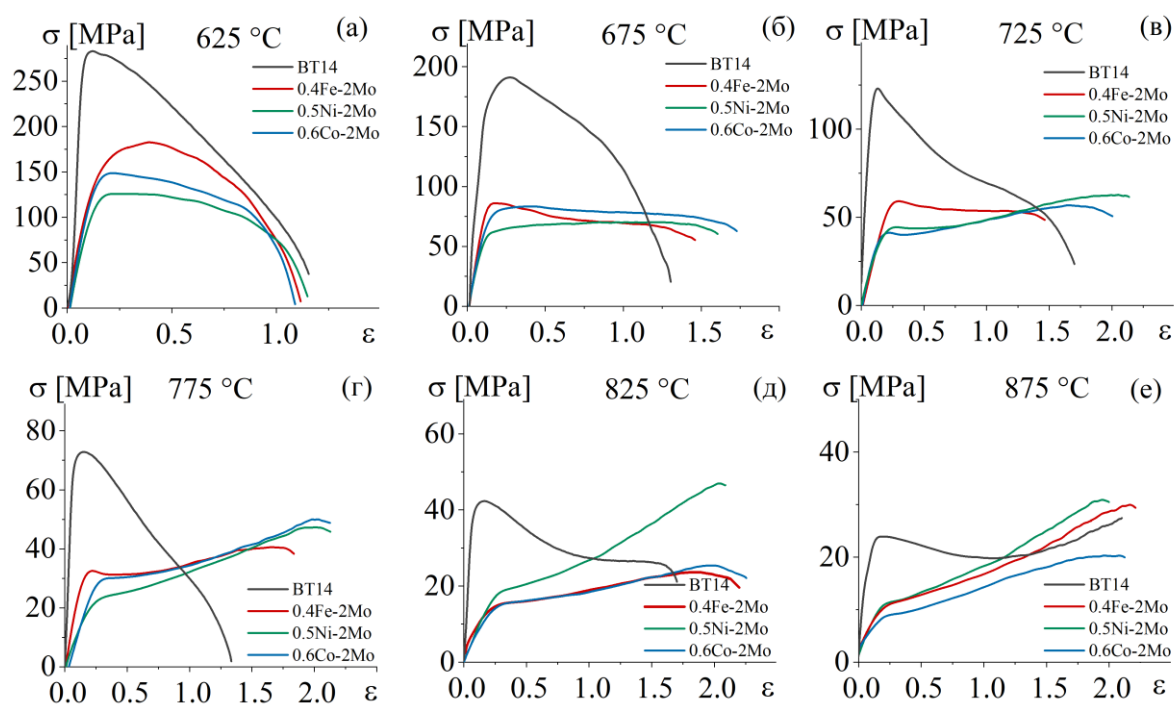


Рисунок 3.22 – Кривые деформации сплавов BT14, 0,4Fe-2Mo, 0,5Ni-2Mo и 0,6Co-2Mo со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ при температурах 625–875 °C

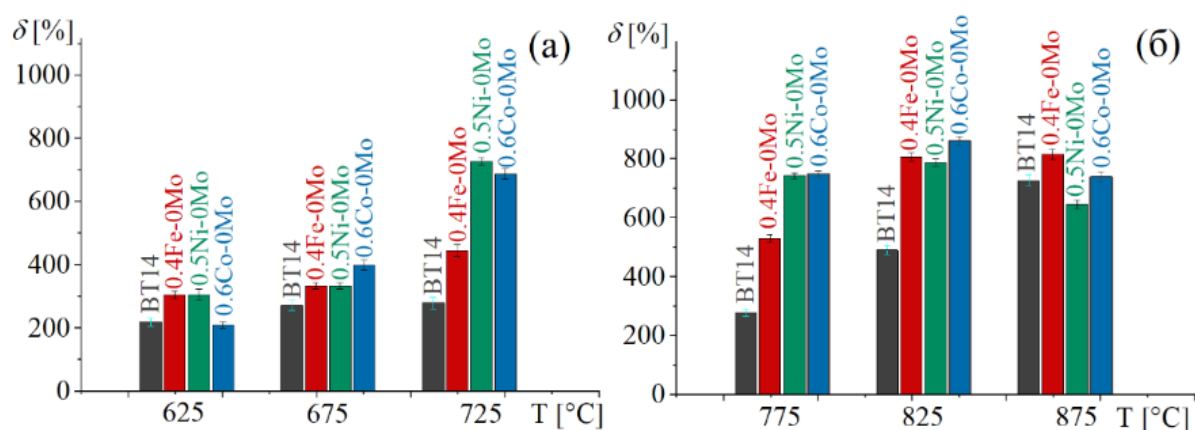


Рисунок 3.23 – Температурная зависимость относительного удлинения до разрушения (δ) сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co при температурах 625–725 °C (а) и 775–875 °C (б)

3.3.3 Эволюция микроструктуры в процессе сверхпластической деформации

Анализ микроструктуры сплавов группы Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава сравнения до и после сверхпластической деформации, а также после отжига в течение времени, соответствующего времени деформации, был проведен с целью определения статического (K_s) и динамического (K_d) коэффициентов скорости роста зерен α - и β -фаз, значения которых приведены в таблице 3.3.

Коэффициенты скорости роста определяли во всем исследуемом интервале температур 625–875 °C. В качестве примера на рисунке 3.24 представлены микроструктуры после сверхпластической деформации при температурах, обеспечивающих объемную долю β -фазы ~18-50 % (при 775–875 °C).

При увеличении температуры деформации наблюдался последовательный рост зерен α - и β -фаз для всех сплавов. При низких температурах сверхпластической деформации 625–775 °C динамический и статический рост зерен α - и β -фаз был незначительным. При этих температурах статический коэффициент скорости роста не превышал 0,02–0,6 мкм/ч для α -фазы и 0,02–0,7 мкм/ч для β -фазы, а динамический коэффициент находился в диапазоне 0,05–8,9 мкм/ч для α -фазы и 0,02–1,8 мкм/ч для β -фазы. После сверхпластической деформации при повышенных температурах 825–875 °C коэффициенты $K_{s\alpha}$ и $K_{s\beta}$ увеличились незначительно, их значения не превышали 1,8-12 мкм/ч и 0,3–4,3 мкм/ч, соответственно. Для сплава BT14 $K_{s\alpha}$ составил 1,1 мкм/ч, $K_{s\beta}$ - 0,6 мкм/ч при температуре 875 °C. Кривые растяжения, полученные для экспериментальных сплавов с добавками быстро-диффундирующих элементов при температуре 875 °C (рис.3.22е), характеризовались сильным ростом напряжений и

динамическим ростом зерен, что подтверждали рассчитанные коэффициенты Kd_α и Kd_β . Значения динамического коэффициента скорости роста зерен для α -фазы увеличивались от 0,7 (значение Kd_α для сплава ВТ14) до 22 мкм/ч, для β -фазы от 0,5 (значение Kd_β для сплава ВТ14) до 41 мкм/ч (таблица 3.3).

Таблица 3.3 – Статический (K_s) и динамический (K_d) коэффициент скорости роста зерен α - и β -фаз в процессе сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в интервале температур 625–875 °С с шагом 50 °С.

T=625 °C				
Сплав	Ks_α [мкм/ч]	Kd_α [мкм/ч]	Ks_β [мкм/ч]	Kd_β [мкм/ч]
0,4Fe-2Mo	0,03	0,05	0,02	0,08
0,5Ni-2Mo	0,02	0,3	0,1	0,3
0,6Co-2Mo	0,4	0,6	0,04	0,02
T=675 °C				
0,4Fe-2Mo	0,06	0,2	0,04	0,08
0,5Ni-2Mo	0,1	1,9	0,2	0,6
0,6Co-2Mo	0,4	0,8	0,1	0,03
T=725 °C				
0,4Fe-2Mo	0,3	0,7	0,05	1,03
0,5Ni-2Mo	0,2	4,1	0,2	1,0
0,6Co-2Mo	0,4	3,0	0,1	0,3
T=775 °C				
0,4Fe-2Mo	0,3	1,9	0,1	1,8
0,5Ni-2Mo	0,5	4,1	0,3	1,1
0,6Co-2Mo	0,6	8,9	0,7	0,6
T=825 °C				
0,4Fe-2Mo	1,8	13	0,3	2,3
0,5Ni-2Mo	2,0	21	0,6	5,6
0,6Co-2Mo	2,1	22	0,7	21
T=875 °C				
ВТ14	1,1	0,7	0,6	0,5
0,4Fe-2Mo	7	14	2,7	3,6
0,5Ni-2Mo	12	28	4,3	41
0,6Co-2Mo	2,2	24	3,4	32
1,5Fe-0Mo	14,1	63,1	11,1	50,4
2Ni-0Mo	35,9	98,2	8,8	101,8
2,5Co-0Mo	10,8	14,3	5,4	60,2

Для сравнения в таблице 3.3 также приведены коэффициенты скорости роста сплавов с заменой 3 % Мо при температуре равенства объемных долей (875 °С), значения которых были в десятки раз больше как для статического, так и для динамического роста по сравнению с сплавами с заменой 1 % Мо. Скорость статического роста зерен находилась в интервале 5,4-11,1 мкм/ч для зерен α -фазы и 50,4-101,8 мкм/ч для β -фазы. Коэффициенты

динамического роста зерен в сплавах без Мо превышали значения для сплавов с 2 % Мо в разы и составили 14,3–98,2 мкм/ч для α -фазы и 50,4–101,8 мкм/ч для β -фазы.

Микроструктура сплавов после деформации до 2,2 при температуре 875 °С была дополнительно проанализирована методом EBSD-анализа и сопоставлена с СЭМ-изображениями тех же участков микроструктуры (рис.3.25). На EBSD-картах малоугловые границы, обозначенные белым цветом, разделяют субзерна α -фазы С и С₁, D и D₁ в сплаве 0,5Ni-2Мо (рис.3.25б). Так как сверхпластическая деформация вызывает образование рельефа, то анализ СЭМ-микроструктур не достаточен для идентификации отдельных зерен и субзерен α -фазы, поэтому метод EBSD позволяет более точно анализировать отдельные зерна.

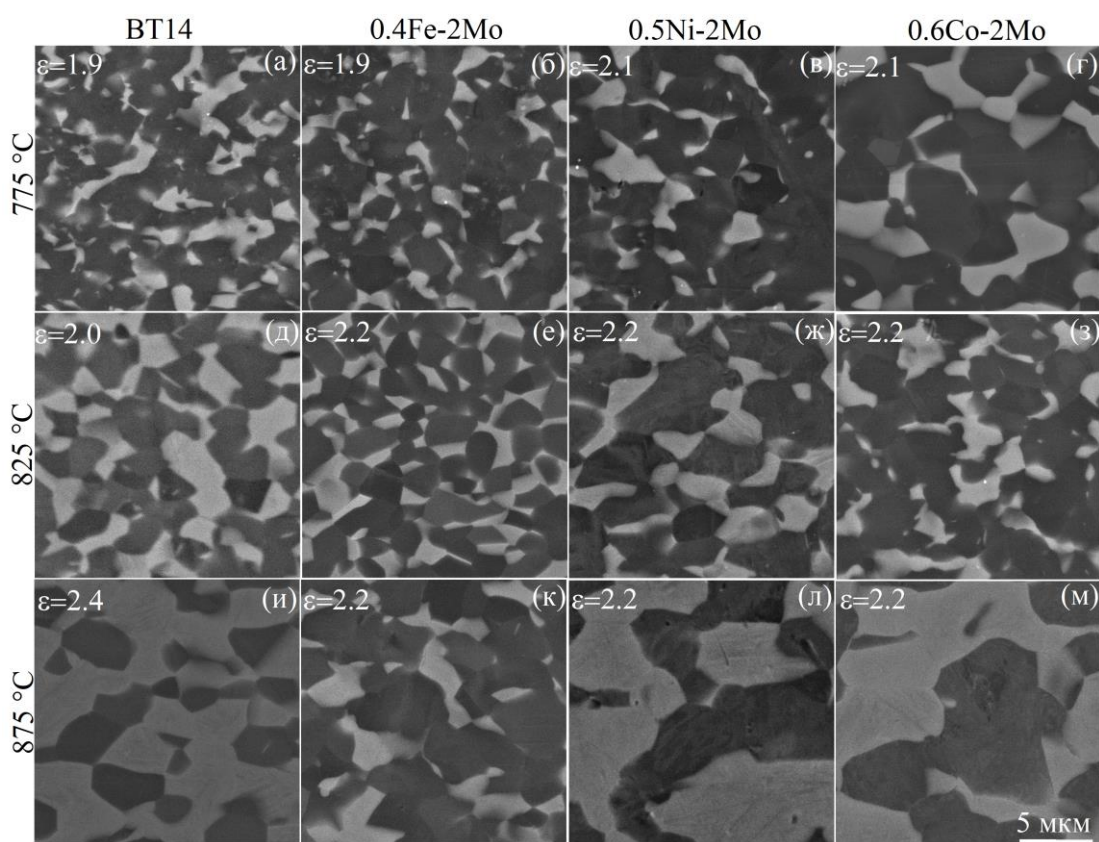


Рисунок 3.24 – Микроструктура сплавов Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава VT14 после сверхпластической деформации при температурах 775 °С (а-г), 825 °С (д-з) и 875 °С (и-м) со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

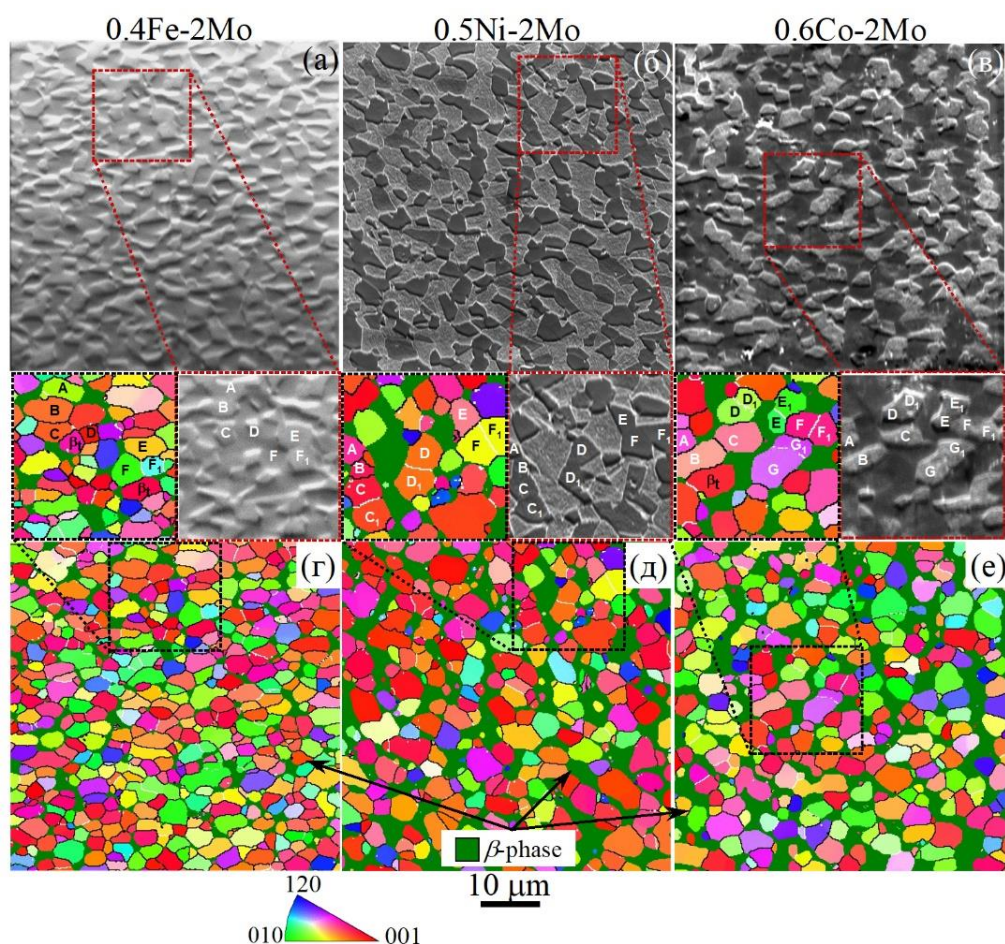


Рисунок 3.25 – СЭМ-микроструктуры (а-в) и EBSD-карты (г-е) сплавов Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co после сверхпластической деформации 875 °C при температуре $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

3.4 Анализ механических свойств при комнатной температуре сплавов Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co

Механические свойства сплавов группы Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co при комнатной температуре были определены после сверхпластической деформации до 100 % при температуре 875 °C и последующего охлаждения на воздухе (таблица 3.4). В горячекатаном состоянии сплав сравнения демонстрировал высокие характеристики прочности и пластичности: предел текучести составил $987 \pm 15 \text{ МПа}$, предел прочности $990 \pm 15 \text{ МПа}$ и относительное удлинение $4,6 \pm 0,2 \%$. Сверхпластическая деформация при температуре равенства объемных долей фаз (875 °C) привела к снижению предела текучести до $780 \pm 15 \text{ МПа}$, предела прочности до $860 \pm 17 \text{ МПа}$, и повышению относительного удлинения до $6,5 \pm 0,6 \%$.

Замена 3 % Mo на Fe, Ni и Co привела к снижению предела прочности с 860 ± 17 до 710 ± 16 , 660 ± 16 и $820 \pm 20 \text{ МПа}$, соответственно. Для сплавов с частичной заменой только 1 % Mo также наблюдалось снижение характеристик прочности: предел прочности

снижался с 860 до 650–820 МПа, предел текучести с 780 до 570–740 МПа. Снижение прочностных характеристик в результате сверхпластической деформации при температуре равенства объемных долей α - и β -фаз (875 °С) связано с интенсивным ростом зерен обеих фаз при отсутствии или при более низком содержании Мо. Наилучшие механические свойства, близкие к сплаву сравнения, были получены в сплавах с Со (2,5Со-0Мо и 0,6Со-2Мо), предел текучести и прочности которых составил 750 ± 15 и 820 ± 16 МПа, и 740 ± 15 и 820 ± 20 МПа, соответственно. При этом значения относительного удлинения также оказались близки к сплаву ВТ14 и составили $6,6 \pm 0,2$ % для сплава 2,5Со-0Мо и $6,0 \pm 0,5$ % для сплава 0,6Со-2Мо.

Таблица 3.4 – Механические свойства (условный предел текучести $\sigma_{0,2}$, условный предел прочности σ_e и относительное удлинение δ), полученные при одноосном растяжении при комнатной температуре сплавов группы Ti-4Al-0/2Мо-1V-хFe/Ni/Со и сплава ВТ14

Сплав	Состояние	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_e , МПа	δ , %
ВТ14	После прокатки 750 °С	987 ± 15	990 ± 15	$4,6 \pm 0,2$
	После 100 % деформации 875 °С/ 1×10^{-3} с ⁻¹	780 ± 15	860 ± 17	$6,5 \pm 0,6$
1,5Fe-0Мо		640 ± 15	710 ± 16	$7,2 \pm 0,5$
2,5Со-0Мо		750 ± 15	820 ± 20	$6,6 \pm 0,2$
2Ni-0Мо		580 ± 17	660 ± 16	$5,3 \pm 0,4$
0,4Fe-2Мо		570 ± 19	650 ± 12	$3,4 \pm 0,5$
0,5Ni-2Мо		650 ± 10	740 ± 15	$8,9 \pm 0,5$
0,6Со-2Мо		740 ± 15	820 ± 16	$6,0 \pm 0,5$

3.5 Зависимость показателей сверхпластичности от диффузионного параметра

Сплавы Ti-4Al-0/2Мо-1V-хFe/Ni/Со, составы которых были выбраны с учетом получения близких температур β -трансуса и соотношения фаз ($\alpha/\beta \sim 50/50$ %) при 875 °С, содержат элементы с разным, но одновременно высоким коэффициентом гетеродиффузии. Для установления влияния диффузии на показатели сверхпластичности сплавов с Fe, Ni и Со при одновременно близких значениях объемной доли β -фазы, был рассчитан эффективный коэффициент диффузии по уравнению Харта (методика расчета представлена в главе 2), учитывающий вклад диффузии по границам и телу зерен, а также параметры структуры при заданной температуре. Значения эффективных коэффициентов диффузии определяли в исследованных для каждой группы сплавов интервалах температур. Для сплавов с заменой 1 % Мо данный интервал составил 625–875 °С, а для сплавов с заменой 3 % Мо–775–875 °С.

Полученные значения D_{eff} для сплавов групп Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co, Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава сравнения представлены в таблицах 3.5 и 3.6.

Таблица 3.5 – Эффективные коэффициенты диффузии (D_{eff}) для сплавов Ti-4Al-1V-2Mo-xFe/Ni/Co в интервале температур 625-725 °C

Сплав	T [°C]					
	625 °C		675 °C		725 °C	
	D_{eff} [см ² /с]					
	$D_{eff}(\alpha)^\times$ 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)$ × 10 ⁻¹⁰	$D_{eff}(\alpha)^\times$ 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)^\times$ 10 ⁻¹⁰	$D_{eff}(\alpha)^\times$ 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)^\times$ 10 ⁻¹⁰
0,4Fe-2Mo	0,08	0,5	0,2	1,01	0,3	2,3
0,5Ni-2Mo	0,08	0,7	0,2	1,3	0,3	3,1
0,6Co-2Mo	0,13	0,3	0,3	1,7	0,3	2,9

Таблица 3.6 – Эффективные коэффициенты диффузии (D_{eff}) для сплавов Ti-4Al-0/2Mo-1V-xFe/Ni/Co и сплава Ti-4Al-3Mo-1V в интервале температур 775-875 °C

Сплав	Температура [°C]					
	775		825		875	
	D_{eff} [см²/с]					
	$D_{eff}(\alpha)^{\times}$ 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)$ × 10 ⁻¹⁰	$D_{eff}(\alpha)^{\times}$ 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)^{\times}$ 10 ⁻¹⁰	$D_{eff}(\alpha)^{\times}$ 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)^{\times}$ 10 ⁻¹⁰
BT14	0,9	1,9	-	-	7,03	5,00
0,4Fe-2Mo	0,7	4,0	2,6	14,4	6,5	30,1
0,5Ni-2Mo	0,6	3,9	2,3	17,1	5,7	31,2
0,6Co-2Mo	0,6	5,9	2,3	15,5	5,3	31,1
1,5Fe-0Mo	0,4	5,1	1,3	11,2	3,1	28,8
2Ni-0Mo	0,4	7,8	1,3	13,8	3,3	30,2
2,5Co-0Mo	0,3	7,9	1,03	10,2	2,5	32,8

Стоит отметить, что рассчитанные значения D_{eff} для α -фазы (10^{-11} см²/с) были на порядок меньше, чем для β -фазы (10^{-10} см²/с), для всех исследованных сплавов, что подтверждает решающее влияние β -фазы на диффузионно-зависимые механизмы деформации. Рассчитанные значения D_{eff} для сплава сравнения BT14 для β -фазы были в 2,1-4,2 раза меньше при температуре 775 °C и в 5,8-6,6 раза меньше при температуре 875 °C, чем значения D_{eff} в сплавах с частичной и полной заменой Mo (таблица 3.6). Это различие прежде всего обусловлено присутствием высокодиффузионных Fe, Ni и Co вместо медленнодиффузионного Mo, что значительно увеличивало диффузионную способность сплава. Значения коэффициентов последовательно увеличиваются при повышении температуры для сплавов без Mo и с 2 % Mo. Для сплавов с заменой 1 % Mo D_{eff} для β -фазы увеличился с $(0,3-0,5) \times 10^{-10}$ до $(30,1-31,2) \times 10^{-10}$ см²/с, для α -фазы с $(0,08-0,13) \times 10^{-11}$ до $(5,3-6,5) \times 10^{-11}$ см²/с при увеличении температуры с 625 до 875 °C. Аналогичное увеличение коэффициента диффузии наблюдалось и в сплавах с полной заменой Mo: D_{eff} для β -фазы

увеличился с $(5,1-7,9) \times 10^{-10}$ до $(28,8-32,8) \times 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$ и с $(0,3-0,4) \times 10^{-11}$ до $(2,5-3,1) \times 10^{-11} \text{ см}^2/\text{с}$ для α -фазы (таблица 3.6).

Анализ влияния эффективного коэффициента диффузии α - и β -фаз на показатели сверхпластичности проводили путем построения зависимостей, представленных на рис.3.26. Для оценки одновременно влияния диффузионных процессов и объемной доли α - и β -фаз для сплавов был рассчитан диффузионный параметр $\sum f_i \cdot D_i$ (раздел 2.7). Согласно построенным зависимостям параметров сверхпластичности (рис.3.26) от диффузионного параметра сплавов с учетом объемной доли α - и β -фаз ($\sum f_i \cdot D_i$), m и δ увеличиваются с ростом коэффициента диффузии при температурах от 625 до 825 °С для сплавов Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co и от 775 до 825 °С для сплавов Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co.

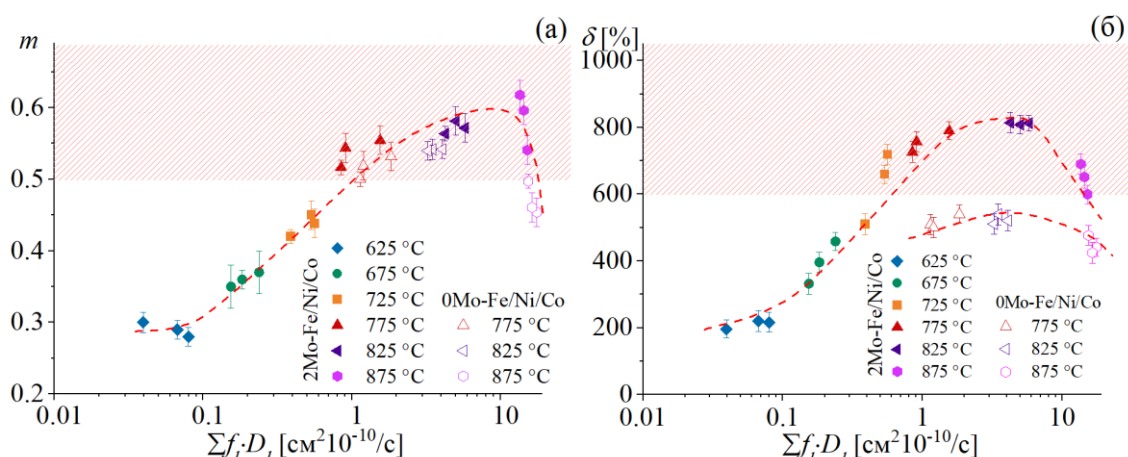


Рисунок 3.26 – Зависимости коэффициента скоростной чувствительности m (а) и относительного удлинения (δ) от диффузионного параметра $\sum f_i \times D_{eff(i)}$ для сплавов групп Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co и Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co

Дальнейшее увеличение температуры до 875 °С приводит к снижению показателей, несмотря на увеличение коэффициента диффузии сплавов до максимальных значений и формированию структуры с равной объемной долей фаз, что связано с динамическим ростом зерен, вследствие ускорения процессов диффузии при повышенных температурах. В сплавах Ti-4Al-0Mo-1V-xFe/Ni/Co наблюдалось более интенсивное снижение показателей сверхпластичности при одинаковом коэффициенте диффузии по сравнению со сплавами Ti-4Al-2Mo-1V-xFe/Ni/Co из-за более высокой скорости динамического роста зерен при отсутствии Mo. Наилучшие показатели сверхпластичности сплавы Ti-4Al-2/0Mo-1V-xFe/Ni/Co проявляли при параметре, соответствующем диапазону $0,5-15 \times 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$, дальнейшее повышение значений $\sum f_i \times D_{eff(i)}$ привело к снижению относительного удлинения сплавов и показателя скоростной чувствительности m .

Снижение обусловлено сильным динамическим ростом зерен при температуре 825 °С, вызванным увеличением диффузионного параметра, значение которого превышало $10 \times 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$.

Выводы по главе 3

В данной главе было исследовано влияние замены 1 и 3 % Мо на β -стабилизаторы с высоким коэффициентом диффузии (Fe, Co, Ni) в сплаве Ti-4Al-3Mo-1V в количестве, обеспечивающем одинаковую температуру β -трансуса, на показатели сверхпластичности и эволюцию микроструктуры, в результате чего были сделаны следующие выводы:

1. Полная замена 3 % Мо в сплаве Ti-4Al-3Mo-1V на Fe, Ni или Co приводит к большей глобуляризации и рекристаллизации микроструктуры при нагреве до температуры сверхпластической деформации по сравнению с частично рекристаллизованной микроструктурой сплава сравнения с 3,0 % Мо, что способствует уменьшению напряжения и более равномерному течению на начальной стадии сверхпластической деформации, в особенности при снижении температуры деформации до 675-775 °С.

2. Полная замена 3 % Мо на элементы с высокой диффузионной способностью ускоряет динамический рост зерен α - и β -фаз во время сверхпластической деформации при 875 °С, что приводит к снижению удлинения до разрушения до 450–500 % по сравнению с 700 % для сплава сравнения. Снижение температуры деформации до 775 °С незначительно влияет на сверхпластичное поведение сплавов с Fe и Co, которые демонстрируют хорошую сверхпластичность со стабильным течением, высоким коэффициентом m 0,5–0,6 и удлинением до разрушения 450–570 % при достаточно низкой объемной доле β -фазы 22-27 %. Сплав сравнения при деформации при этой температуре, имея аналогичную долю β -фазы, не проявляет сверхпластичность из-за сдерживания процессов рекристаллизации и глобуляризации. Сплав с Ni также не проявляет сверхпластичность при 775 °С из-за критически низкой объемной доли β -фазы 13 % и выделения частиц фазы Ti_2Ni .

3. В отличие от полной замены 3 % Мо, частичная замена 1 % Мо на быстро-диффундирующие элементы приводит к формированию более мелкозернистой структуры перед началом сверхпластической деформации со средним размером зерен β -фазы, близким к сплаву сравнения VT14.

4. Частичная замена 1 % Мо на 0,4 % Fe, 0,5 % Ni и 0,6 % Co обеспечивает хорошие показатели сверхпластичности в широком интервале температур 675–875 °С с высоким показателем m 0,5–0,6, относительным удлинением 400–800 % и в 1,5–2 раза более

низким напряжением течения по сравнению со сплавом ВТ14, который не проявляет сверхпластичность при температурах 775 °С и ниже.

5. Замена Мо на Fe, Co, Ni приводит к снижению прочностных характеристик при комнатной температуре после 100 % сверхпластической деформации и охлаждения на воздухе. Максимальные значения предела текучести/предела прочности, близкие к значениям для сплава ВТ14 (770/870 МПа), были получены в сплавах 2,5Co-0Мо, 0,6Co-2Мо и составили 740/820 МПа и 750/830 МПа, соответственно, при сохранении относительного удлинения 6–8 %.

6. В результате анализа закономерности влияния диффузионного параметра на показатели сверхпластичности, учитывающего коэффициенты диффузии легирующих элементов, их концентрацию, а также размеры зерен и объемные доли α - и β -фаз, был определен интервал его оптимальных значений $0,5\text{--}15 \times 10^{-10} \text{ см}^2/\text{с}$.

Глава 4. Сплавы Ti-4Al-3Mo-1V, легированные 0,01 – 2 % В

Как было описано ранее, важнейшим условием перевода материала в сверхпластичное состояние является стабильная ультрамелкозернистая структура при сверхпластической деформации. Поэтому для достижения высоких показателей сверхпластичности формирование такой структуры важно обеспечивать на всех стадиях получения листа: от стадии литья до термомеханической обработки и сверхпластической деформации. Легирование бором титановых сплавов может способствовать измельчению первичных β -зерен при кристаллизации, глобуляризации микроструктуры в процессе термомеханической обработки, что также способствует улучшению механических и технологических свойств. В связи с этим, в данной главе исследовано влияние малых (0,01-0,1 %) и больших (1–2 %) концентраций бора на сверхпластичность и механические свойства, а также на параметры микроструктуры при кристаллизации, в процессе термомеханической обработки и сверхпластической деформации базового сплава Ti-4Al-3Mo-1V.

4.1 Анализ фазового состава и исходной микроструктуры сплавов

Концентрация бора в сплавах, составы которых представлены в таблице 2.2, была выбрана согласно фазовой диаграмме сплава Ti-4Al-3Mo-1V-xB, построенной в «Thermo-Calc» (рис.4.1). Сплавы с содержанием бора от 0,01 до 1 % находятся в доэвтектической области, а сплав с 2 % В соответствует точке эвтектического превращения. Полученные сплавы с разным содержанием бора были обозначены следующим образом: 0,01В, 0,05В, 0,1В, 1В и 2В (таблица 2.3, глава 2).

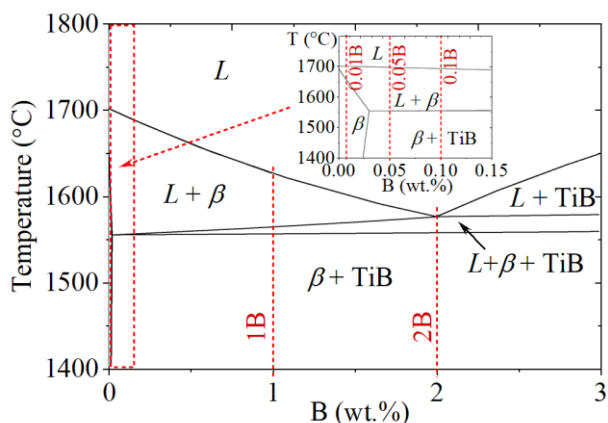


Рисунок 4.1 – Политермическое сечение фазовой диаграммы Ti-4Al-3Mo-1V-xB, построенной в программном комплексе «Thermo-Calc»

Рентгенофазовый анализ сплавов с 1 и 2 % В помимо присутствия α - и β -фаз идентифицировал также наличие в сплавах фазы TiB (рис.4.2). В сплавах с 0,01–0,05 % В не удалось выявить фазу TiB из-за ее малой объемной доли. В сплаве с 0,1 % В удалось идентифицировать только отдельные пики, принадлежащие фазе TiB. Структура сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-(0-2)В в литом состоянии представлена на рисунке 4.3. Добавка 0,01 % В привела к уменьшению размера первичных зерен β -фазы с 700 ± 70 мкм (для сплава сравнения без бора) до 490 ± 40 мкм. Дальнейшее увеличение концентрации бора до 0,1 % способствовало еще большему измельчению зеренной структуры, средний размер зерен составил 210 ± 20 мкм (таблица 4.1). Увеличение содержания бора до 1–2 % привело к увеличению среднего размера зерна до 670–750 мкм, т.е. до значений, соответствующих сплаву без бора (700 мкм). Таким образом, малая добавка бора до 0,1 % обеспечивала эффективное модифицирование структуры с уменьшением размера первичных зерен β -фазы более чем в три раза, а дальнейшее увеличение содержания бора до 1–2 % не обеспечивало модифицирования зеренной структуры.

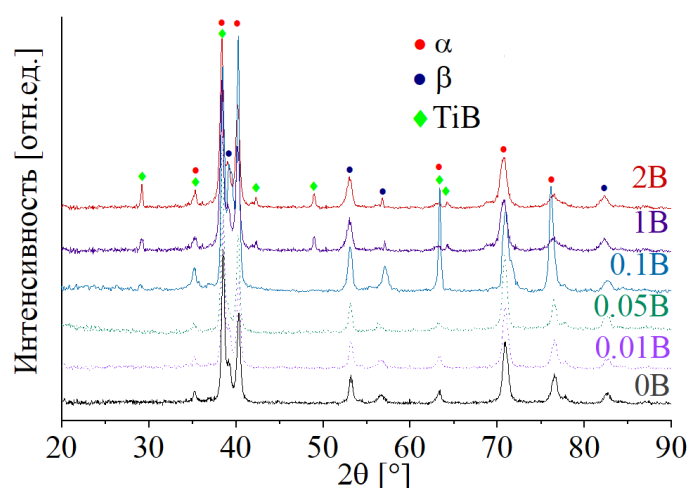


Рисунок 4.2 – Рентгенофазовый анализ исследованных сплавов

Механизм модифицирующего эффекта связывают с образованием частиц боридов, которые могут способствовать гетерогенному зарождению новых зерен [92]–[95], однако такая теория не согласуется с фазовой диаграммой, так как бориды образуются по эвтектической реакции, а не выделяются в виде первичных частиц. Увеличение содержания бора приводит к снижению температуры ликвидуса сплавов и сужению температурного интервала кристаллизации (рис.4.1), что при прочих равных условиях обеспечивает рост скорости кристаллизации и способствует уменьшению размера зерна. Аналогичный эффект уменьшения размера зерна в литом состоянии наблюдали при увеличении концентрации магния в алюминии [138]. Эффект модифицирования может быть также следствием ограничения роста зерен из-за сегрегации бора на фронте кристаллизации как элемента с

коэффициентом распределения <1 [105], [113]. Таким образом бор может воздействовать на зарождение β зерен и их рост и обеспечивать эффект структурного переохлаждения. Исчезновение модифицирующего эффекта при увеличении концентрации бора более чем 0,1 % может быть связано со снижением температуры ликвидуса при более высокой доле эвтектики $\beta + \text{TiB}$ (рис.4.1), что вызывает растворение колоний TiB при повторном переплаве слитков. В то время как сплавы с содержанием 0,01–0,1 % В обладают более высокой температурой ликвидуса, а бориды, обладающие высокой температурой плавления, растворяются не полностью и обеспечивают гетерогенный эффект зародышеобразования. Кристаллизация сплавов эвтектического состава сопровождается ускоренным одновременным ростом колоний TiB и β , в результате высокое содержание бора не успевает оказать модифицирующего действия на первичные зерна β -фазы.

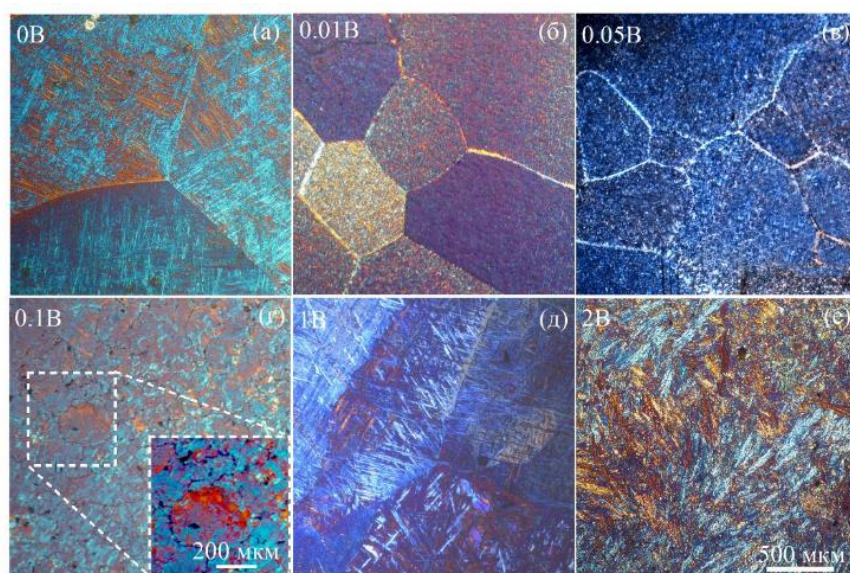


Рисунок 4.3 – Микроструктура сплавов 0В (а), 0,01В (б), 0,05В (в), 0,1В (г), 1В (д) и 2В (е) в литом состоянии

Согласно анализу литых микроструктур, полученных в СЭМ, сплавы группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB содержат темные частицы преимущественно вытянутой формы (рис.4.4б-е). Методом ЭДС-анализа на примере сплава 0,1В были построены карты распределения легирующих элементов (рис.4.5), согласно которым в темных частицах выявлено высокое содержания бора, что говорит о их принадлежности фазе TiB . Размер частиц и объемная доля боридов последовательно увеличивались с ростом концентрации бора от 0,01 до 2 % (таблица 4.1). Размер частиц боридов увеличивался с $0,7 \pm 0,2$ до $2,5 \pm 0,4$ мкм при повышении концентрации бора от 0,01 до 0,1 % (таблица 4.1). При дальнейшем увеличении концентрации бора от 0,1 до 2 % размер боридов увеличился незначительно и составил $2,5 \pm 0,5$ мкм для сплава 1В и $2,9 \pm 0,5$ мкм для сплава 2В.

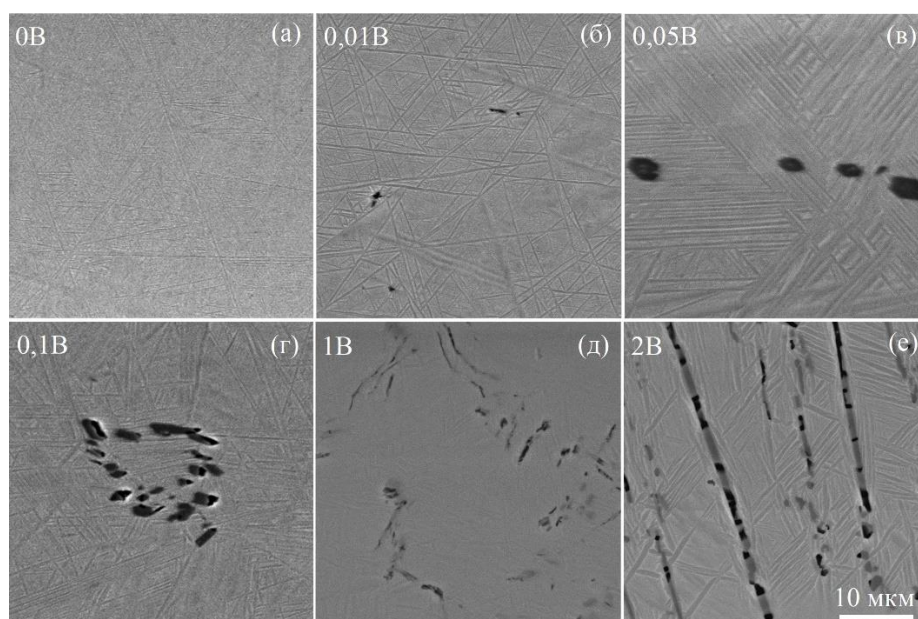


Рисунок 4.4 – Микроструктура (СЭМ) сплавов 0B (а), 0,01B (б), 0,05B (в), 0,1B (г), 1B (д) и 2B (е) в литом состоянии

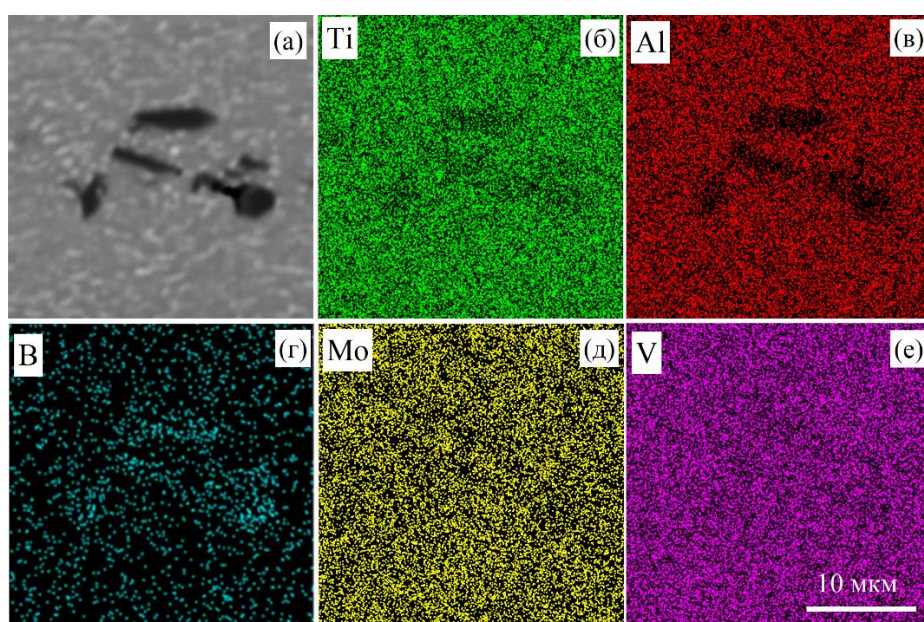


Рисунок 4.5 – ЭДС карты распределения элементов в сплаве 0,1B после литья

Частицы фазы TiB в сплавах 0,01B, 0,05B и 0,1B имели как вытянутую, так и компактную форму, их объемная доля в сплаве после литья составила 0,1 %, 0,2 % и 1,1 %, соответственно. При этом в сплавах с 0,01 и 0,05 % бора наблюдали единичные частицы TiB, а в сплаве с 0,1 % бора как отдельные частицы, так и их скопления (рис.4.4б-г).

При больших концентрациях бора (1 и 2 %) объемная доля боридов составила 5 % для сплава 1B и 10,8 % для сплава 2B. Кроме того, в сплавах 1B и 2B частицы после

кристаллизации имели продольный размер до 9 мкм и более вытянутую форму, чем в сплавах с малым содержанием бора 0,01–0,1 %. Также в сплаве эвтектического состава (2В) бориды были более равномерно распределены в матрице по сравнению с доэвтектическими сплавами.

Таблица 4.1 – Параметры микроструктуры сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB в литом состоянии

Сплав	Размер частиц TiB, мкм	Объемная доля TiB, %	Средний размер зерен, мкм
0В	-	-	700 ± 70
0,01В	$0,7 \pm 0,2$	0,1	490 ± 40
0,05В	$1,4 \pm 0,3$	0,2	410 ± 30
0,1В	$2,5 \pm 0,4$	1,1	210 ± 20
1В	$2,5 \pm 0,5$	5,0	670 ± 50
2В	$2,9 \pm 0,5$	10,8	750 ± 80

4.2 Анализ микроструктуры после термомеханической обработки

Микроструктуру сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-xB и сплава сравнения 0В изучали после горячей прокатки при температуре 750 ± 10 °С (для сплавов 0-0,1В) и при 900 ± 10 °С (для сплавов 1-2В) (рис.4.6). Режимы горячей прокатки описаны в разделе 2.3. Все сплавы имели преимущественно нерекристаллизованную структуру с вытянутыми вдоль направления оси деформации зернами α - и β -фаз, средний размер которых представлен в таблице 4.2. Сплавы с разной концентрацией бора имели близкие значения средних размеров зерен и объемную долю обеих фаз. Средний размер зерен для α -фазы составил от $0,9 \pm 0,1$ до $1,2 \pm 0,1$ мкм, и от $0,5 \pm 0,1$ до $0,8 \pm 0,1$ мкм для β -фазы. Объемная доля β -фазы после горячей прокатки находилась в диапазоне от 18 до 20 %. С увеличением концентрации бора от 0,01 до 2 % морфология частиц фазы TiB приобретала более сферическую форму (рис.4.6), что может быть результатом их механического дробления или прохождения процессов фрагментации и сфероидизации при повышенной температуре горячей прокатки 900 °С. В сплавах 0,01-1В бориды имели вытянутую вдоль оси деформации форму, их длина ($L_{\parallel}$) составляла от $2,1 \pm 0,3$ до $2,8 \pm 0,2$ мкм, а ширина от $0,6 \pm 0,1$ до $0,7 \pm 0,1$ мкм. Таким образом, коэффициент формы (КФ) зерен ($L_{\perp}/L_{\parallel}$) для сплавов 0,01-1В находился в диапазоне 0,2 - 0,3 мкм, в то время как в сплаве эвтектического состава бориды имели КФ равный 1 и средний размер 1,0 мкм.

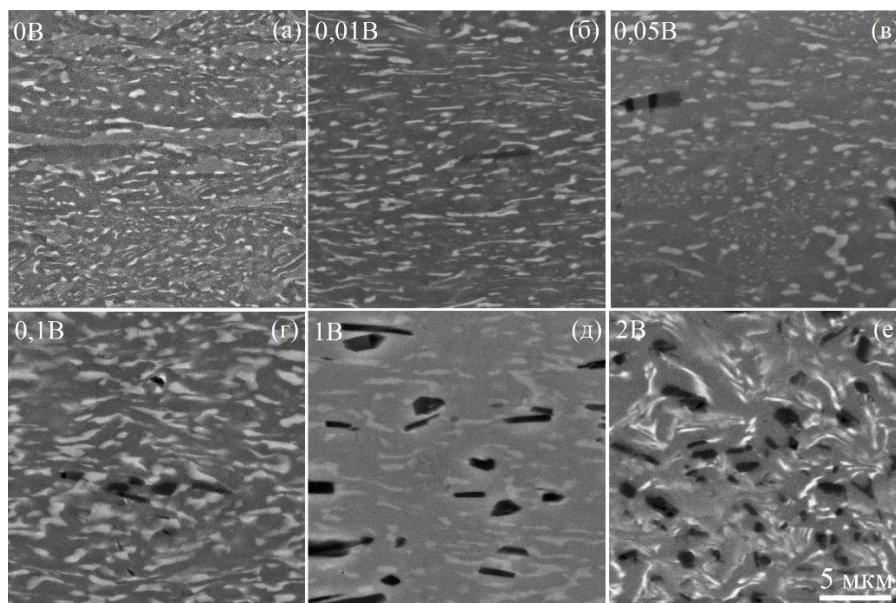


Рисунок 4.6 – Микроструктура сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB после горячей прокатки при температуре 750 °C (а-г) и 900 °C (д,е)

Таблица 4.2 – Параметры микроструктуры сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB после горячей прокатки

Сплав	Размер частиц TiB, мкм		$L_{\perp}/L_{\parallel}$	Средний размер зерен фаз, мкм		Объемная доля фаз, масс. %		
	$L_{\parallel}$	$L_{\perp}$		α	β	α	β	TiB
0B	-	-	-	$1,0 \pm 0,2$	$0,5 \pm 0,1$	80	20	-
0,01B	$2,1 \pm 0,3$	$0,6 \pm 0,1$	0,3	$1,0 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$	82	18	0,2
0,05B	$2,2 \pm 0,4$	$0,7 \pm 0,1$	0,3	$1,0 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$	80	20	0,3
0,1B	$2,8 \pm 0,2$	$0,7 \pm 0,3$	0,2	$0,9 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	78	18	1,1
1B	$3,1 \pm 0,9$	$0,7 \pm 0,2$	0,2	$1,2 \pm 0,1$	$0,8 \pm 0,1$	76	19	5,2
2B	$1,0 \pm 0,2$	$1,0 \pm 0,1$	1,0	$1,0 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	70	20	10,5

Микроструктуру сплава сравнения (0B) и сплава с 0,1 % В изучали после отжига, имитирующего нагрев перед сверхпластической деформацией, при температуре 875 °C в течение 30 минут. После отжига немодифицированный сплав характеризуется неоднородной, частично нерекристаллизованной микроструктурой с вытянутыми зернами α - и β -фаз вдоль направления прокатки (рис.4.7а-в, рис.4.8а), в то время как сплав 0,1B характеризуется однородной равноосной глобулярной микроструктурой (рис.4.7г-е, рис.4.8в). EBSD-анализ микроструктуры сплавов показал, что добавка 0,1 % бора способствовала снижению доли малоугловых границ зерен с 44 до 20 % (рис.4.8). Средний

размер зерен/субзерен α -фазы с ГП решеткой (включая α - и превращенную β -фазу) составил 1,0/0,6 мкм для сплава 0В и 1,7/1,1 мкм для сплава 0,1В, соответственно. Следовательно, малая добавка бора обеспечивает ускорение процессов рекристаллизации и сфероидизации, что позволяет сформировать равноосную мелкозернистую структуру, необходимую для облегчения механизма зернограницного скольжения на начальной стадии сверхпластической деформации.

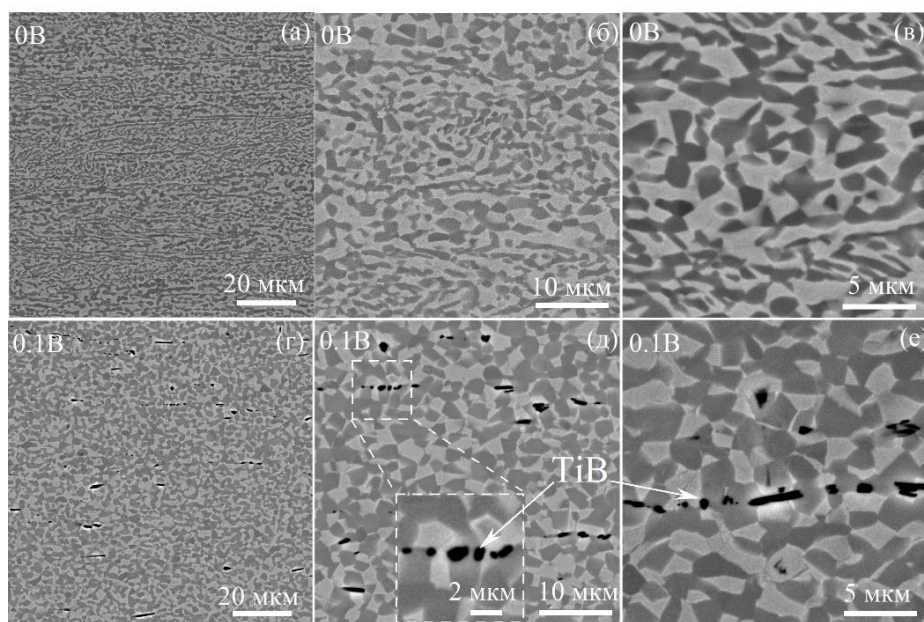


Рисунок 4.7 – Микроструктура сплавов без бора (а-в) и 0,1В (г-е) после отжига в течение 30 минут при температуре 875 °С

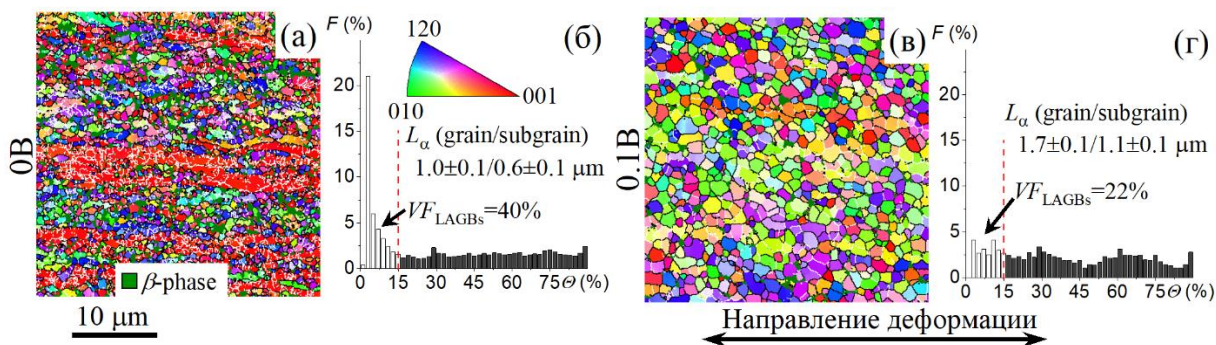


Рисунок 4.8 – EBSD-карты и распределение углов разориентировки зерен для сплава 0В (а,г) и 0,1В (б,д) после отжига в течение 30 минут при температуре 875 °С

4.3 Определение показателей сверхпластичности

Показатели сверхпластичности сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB и сплава сравнения были определены в интервале температур 700–875 °С. На рисунке 4.9а-в представлены сигмоидальные зависимости напряжения течения и скорости деформации в

интервале 5×10^{-2} – $5 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ в виде пунктирных линий, а также рассчитанные зависимости показателя скоростной чувствительности m (сплошные линии). Сплавы с 0,01–0,1 % В аналогично сплаву сравнения без бора демонстрировали сверхпластичность при температуре 875 °С с коэффициентом скоростной чувствительности $m \sim 0,5$ в интервале скоростей 5×10^{-4} – $5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (рис.4.9а-в) и относительным удлинением ~ 1000 % при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ (рис.4.10). Снижение температуры деформации до 775 °С привело к смещению максимума коэффициента m в сторону меньших скоростей – до $(2\text{--}4) \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ и снижению относительного удлинения до 500–600 %. Деформация сплавов при 700 °С характеризовалась более низким значением $m \sim 0,4$ и удлинениями до 400–500 %. Относительное удлинение слабо зависело от содержания бора в интервале концентраций 0,01–0,1 %, однако в присутствии бора существенно снизились значения напряжений течения (рис.4.9г-е). Сплав сравнения без добавки бора показывал более высокое напряжение на начальной стадии деформации, чем сплавы с добавкой бора до 0,1 %, при этом, сплав без бора разупрочнялся на начальной стадии деформации (в интервале $\varepsilon = 0,1\text{--}0,7$), а сплавы без бора демонстрировали устойчивое течение, сопровождающееся ростом напряжения. Различия в поведении сплавов были наиболее выражены при температуре 775 °С. Влияние бора на форму кривых и величину напряжения при деформации оказалось существенно в области пониженных температур деформации 775–700 °С (рис. 4.9г,д).

Таким образом, увеличение концентрации бора от 0,01 до 0,1 % слабо повлияло на относительное удлинение сплавов, но позволило снизить значения напряжений течения на начальной стадии сверхпластической деформации. Как видно из анализа исходной микроструктуры, сплав 0В имел преимущественно нерекристаллизованную структуру с вытянутыми зернами α и β (рис.4.7а-в). В присутствии бора структура более глобулярная (рис.4.7г-е). Бор или включения боридов способствовали ускоренной рекристаллизации и формированию равноосных зерен фаз. Наблюдения согласуются с данными авторов [115], которые отмечают, что частицы боридов ускоряют глобуляризацию структуры. В результате малые добавки бора обеспечивали формирование равноосных зерен с высокоугловыми/межфазными границами перед началом сверхпластической деформации, что подтверждается результатами EBSD-анализа (рис.4.8). Формирование такой микроструктуры облегчает зернограницное скольжение, что в свою очередь обеспечивает снижение напряжения течения.

Сверхпластическая деформация сплавов с высоким содержанием бора (1 и 2 %) сопровождалась более низкими значениями показателя скоростной чувствительности до 0,42 при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для сплава 1В и 0,35 при скорости $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ для сплава 2В при

наибольшей температуре сверхпластической деформации 875 °С (рис.4.9в). Ввиду низких значений показателя m для сплавов 1–2В испытания на одноосное растяжений при пониженных температурах 700–775 °С не проводились.

В результате сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при 875 °С относительное удлинение сплава 1В достигало 500 %. В то время как сплав эвтектического состава демонстрировал несверхпластичное поведение несмотря на низкую скорость деформации $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$, удлинение которого не превысило 250 % (рис.4.10).

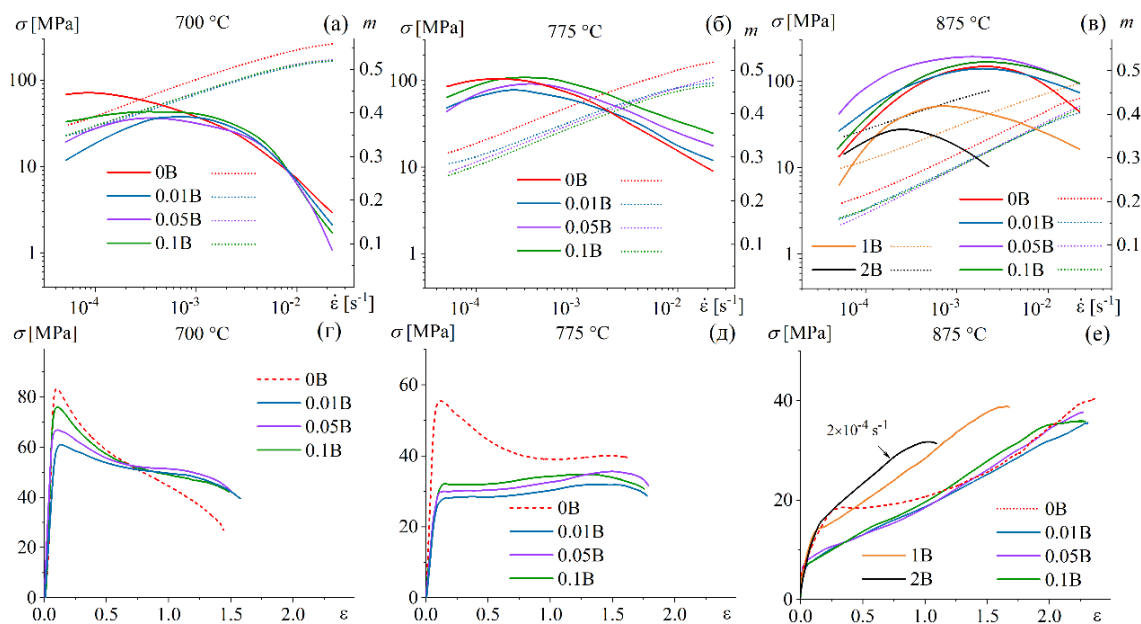


Рисунок 4.9 –Зависимость показателя скорости чувствительности m (сплошные линии) и напряжения течения (пунктирные линии) (а-в) и кривые растяжения с постоянной скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ ($2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ для сплава с 2 % В) (г-е) при температурах 700-875 °С для сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB

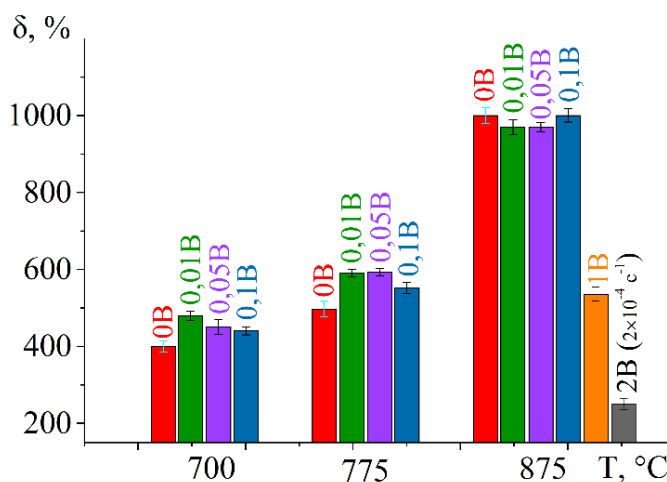


Рисунок 4.10 – Относительное удлинение сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB в зависимости от температуры деформации

4.4 Механические свойства после сверхпластической деформации

Механические свойства сплавов с разным содержанием бора (предел текучести $\sigma_{0.2}$, предел прочности σ_b и относительное удлинение δ) при комнатной температуре определяли на образцах после сверхпластической деформации до 0,69 (100 %) со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для сплавов 0–0,1В и со скоростью $2 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ для сплавов 1–2В при температуре 875 °С, обеспечивающей максимальные показатели сверхпластичности (таблица 4.3).

Таблица 4.3 – Механические свойства сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB при комнатной температуре

Сплав	$\sigma_{0.2}$, МПа	σ_b , МПа	δ , %
100% деформации при 875 °С/ $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, охлаждение на воздухе			
0В	770 ± 10	860 ± 10	7 ± 1
0,01В	733 ± 7	839 ± 8	6 ± 1
0,05В	678 ± 8	836 ± 6	7 ± 1
0,1В	680 ± 7	870 ± 5	7 ± 1
1В	830 ± 8	1020 ± 6	$1,1 \pm 0,4$
2В	-	778 ± 5	-
100% деформации при 875 °С/ $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$, закалка с 875 °С и старение при 480 °С, 16 ч			
0,01В	865 ± 7	982 ± 8	7 ± 1
0,1В	780 ± 7	960 ± 5	5 ± 1

Увеличение содержания бора до 0,1 % привело к снижению предела текучести с 770 ± 10 МПа до 680 ± 7 МПа и практически не повлияло на предел прочности и относительное удлинение при комнатной температуре, которые составили 870 ± 5 МПа и 7 ± 1 %, соответственно. Снижение предела текучести в сплавах с содержанием бора до 0,1 % можно объяснить более полной глобуляризацией структуры в процессе сверхпластической деформации. Значения предела прочности для сплавов 0,01–0,1В находились в диапазоне 840–870 МПа, в то время как для сплава сравнения 0В предел прочности составил 860 ± 10 МПа. Наибольшие значения прочностных характеристик соответствовали сплаву с 1 % В: предел текучести достиг 830 ± 8 МПа, а предел прочности 1020 ± 6 МПа. Однако увеличение концентрации бора до 1 % привело к сильному снижению относительного удлинения до разрушения до 1,1 %. Испытание на одноосное растяжение при комнатной температуре сплава 2В сопровождалось хрупким разрушением

образца и, следовательно, низкими прочностными характеристиками: предел прочности составлял 778 МПа.

Также для сплавов с 0,01 и 0,1 % бора была применена термическая обработка, включающая закалку с температуры сверхпластической деформации 875 °С и последующее старение при 480 °С в течение 16 часов. По сравнению с образцами, подвергнутыми охлаждению на воздухе после деформации, состаренные сплавы 0,01В и 0,1В демонстрировали рост предела текучести с 733 до 865 МПа и с 680 до 780 МПа и предела прочности с 839 до 982 МПа и с 870 до 960 МПа, соответственно. При этом относительное удлинение оставалось на том же уровне и находилось в интервале 5–7 %. Таким образом, использование закалки и старения после деформации приводит к повышению прочностных характеристик при малом содержании бора (до 0,1 %): предела текучести на 100–130 МПа, предела прочности на 90–140 МПа без существенного снижения пластичности.

Выводы по главе 4

1. Было показано, что легирование сплава Ti-4Al-3Mo-1V малыми добавками бора от 0,01 до 0,1 % приводит к уменьшению среднего размера первичных зерен β -фазы в литом состоянии более чем в три раза с 700 до 210 мкм, в то время как повышенное содержание бора (1 и 2 %) не оказывает модифицирующего эффекта.

2. Показано, что увеличение содержания бора с 0,01 до 2 % приводит к увеличению объемной доли частиц TiB с 0,1 до 10,8 %, имеющих размер 0,6–3,1 мкм после термомеханической обработки. При этом в сплаве с 2 % В термомеханическая обработка способствует дроблению и глобуляризации частиц боридов, что позволяет получить компактные частицы размером около 1 мкм после горячей прокатки. Горячая прокатка сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-xB, вне зависимости от содержания бора, обеспечивает формирование схожей микроструктуры с вытянутыми вдоль направления прокатки зернами обеих фаз с размерами 0,5–1,2 мкм.

3. Анализ микроструктуры сплавов 0В и 0,1В после отжига при температуре 875 °С показал, что увеличение концентрации бора до 0,1 % способствует рекристаллизации и глобуляризации микроструктуры, характеризующейся большой долей высокоугловых границ. В то время как в сплаве 0В структура оставалась неоднородной с сохранением вытянутых вдоль оси горячей деформации зерен α - и β -фаз.

4. Сплавы Ti-4Al-3Mo-1V-(0,01–0,1)В демонстрируют более низкие значения напряжений течения на начальной стадии сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 700–875 °С по сравнению со сплавом без бора, что связано с

облегчением процессов рекристаллизации и сфероидизации зеренной структуры в процессе термомеханической обработки и при нагреве до температуры сверхпластической деформации в присутствии частиц фазы TiB. При этом легирование 0,01–0,1 % бора не оказывает влияния на относительное удлинение до разрушения и показатель скоростной чувствительности m на установившейся стадии деформации, которые составили 500–1000 % и 0,45–0,5, соответственно.

5. В связи с ускорением процессов рекристаллизации, легирование 0,01–0,1 % В снижает прочностные свойства при комнатной температуре после сверхпластической деформации, при этом, незначительно влияет на относительное удлинение. Применение закалки и последующего старения способствует повышению прочностных характеристик сплавов с 0,01–0,1 % В более чем на 140 МПа. Увеличение содержания бора до 1 % обеспечивает повышение предела текучести до 830 МПа и предела прочности до 1020 МПа, однако приводит к снижению относительного удлинения до 1 %. Легирование 2 % В приводит к существенному снижению прочностных характеристик (предел прочности снижается до 780 МПа) вследствие хрупкого разрушения.

6. Установлено, что наиболее благоприятный эффект оказывает добавка 0,1 % бора, которая позволяет уменьшить средний размер первичных зерен β -фазы сплава Ti-4Al-3Mo-1V в литом состоянии более чем в три раза, а также способствует снижению напряжения течения на начальной стадии сверхпластической деформации за счет формирования более глобулярной микроструктуры перед началом сверхпластической деформации.

Глава 5. Сплавы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B, дополнительно легированные Fe, Ni и Co

В данной главе представлены результаты исследования влияния легирования элементами с высокой диффузионной способностью Fe, Ni и Co в количестве 0,5–2 мас. % на показатели сверхпластичности и эволюцию микроструктуры при пониженных температурах 625–775 °C, а также на конечные механические свойства при комнатной температуре сплава Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B. Составы сплавов с разной концентрацией Fe, Ni и Co представлены в таблице 2.4 (глава 2). Сплавы данной группы Ti-4Al-3Mo-1V-xFe/Ni/Co легировали 0,1 % бора, концентрация которого была выбрана по результатам исследования влияния малых добавок бора на эволюцию микроструктуры и показатели сверхпластичности сплава Ti-4Al-3Mo-1V, представленные в главе 4. Легирование бором проводили с целью измельчения зеренной структуры в литом состоянии, а также для формирования однородной и глобулярной микроструктуры перед началом сверхпластической деформации.

5.1 Анализ исходной микроструктуры и фазового состава сплавов

Температуру β -трансуса сплавов определяли по политермическим сечениям фазовых диаграмм Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co, полученных с помощью термодинамических расчетов в программном комплексе «*Thermo-Calc*» (рис.5.1а), а также экспериментально определяли при помощи ДСК-анализа (рис.5.1б-г). Показано, что экспериментальные значения β -трансуса сплавов (рис.5.1б-г) подтверждают рассчитанные в «*Thermo-Calc*» значения (рис.5.1а). Как видно из рис.5.1, с увеличением концентрации элементов до 2 % Fe, 1,8 % Ni и 2 % Co температура β -трансуса снижается примерно на 35–40 °C по сравнению со сплавом 0Fe/0Ni/0Co (920–922 °C): до 879–887 °C для 2Fe (рис.5.1б), до 887–890 °C для 1,8Ni (рис.5.1в) и до 885–886 °C для 2Co (рис.5.1г).

Рентгенофазовый анализ (рис.5.2) показал присутствие во всех сплавах фаз α , β и TiB. После закалки из β -области и последующей горячей деформации в (α + β)-области (при температуре 750 ± 10 °C) в сплаве сравнения 0Fe/0Ni/0Co (рис.5.3) и в сплавах 0,5–2Fe, 0,5–1,8Ni, 0,5–2Co (рис.5.4) формируется мелкозернистая структура с вытянутыми в направлении прокатки зернами α - и β -фаз. Средние значения размеров зерен α - и β -фазы вдоль ($L_{||}$) и поперек ($L_{\perp}$) направления горячей прокатки представлены в таблице 5.1.

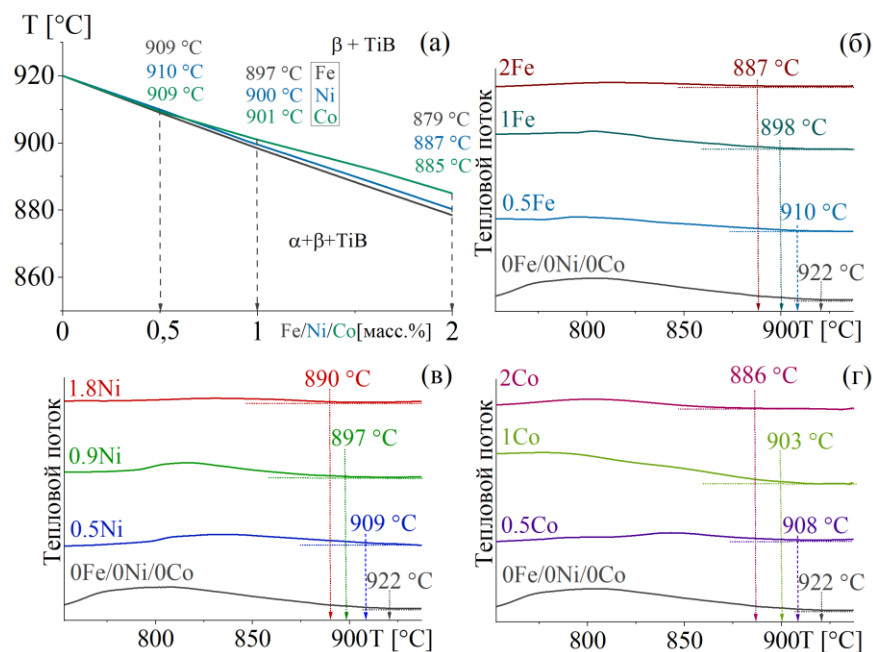


Рисунок 5.1 – Политермические сечения фазовых диаграмм Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co («Thermo-Calc») (а) и зависимости теплового потока от температуры по результатам ДСК (в-г) сплавов 0–2Fe (б), 0–1,8Ni (в) и 0–2Co (г)

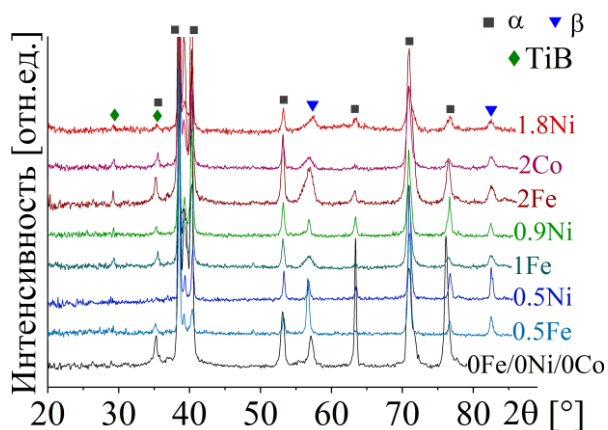


Рисунок 5.2 – Рентгенофазовый анализ сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co и сплава сравнения 0Fe/0Ni/0Co

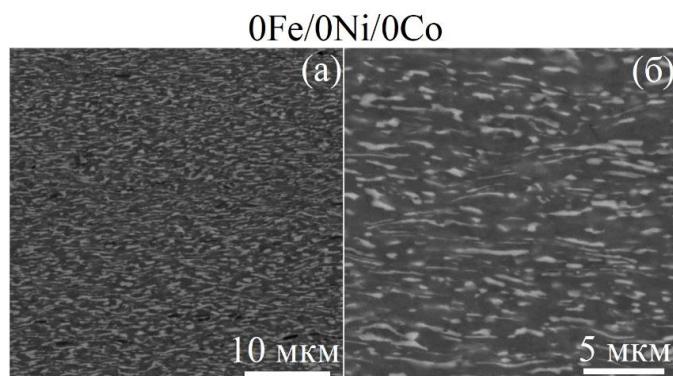


Рисунок 5.3 – Микроструктура сплава Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B после горячей деформации в (α+β)-области при температуре 750 °C

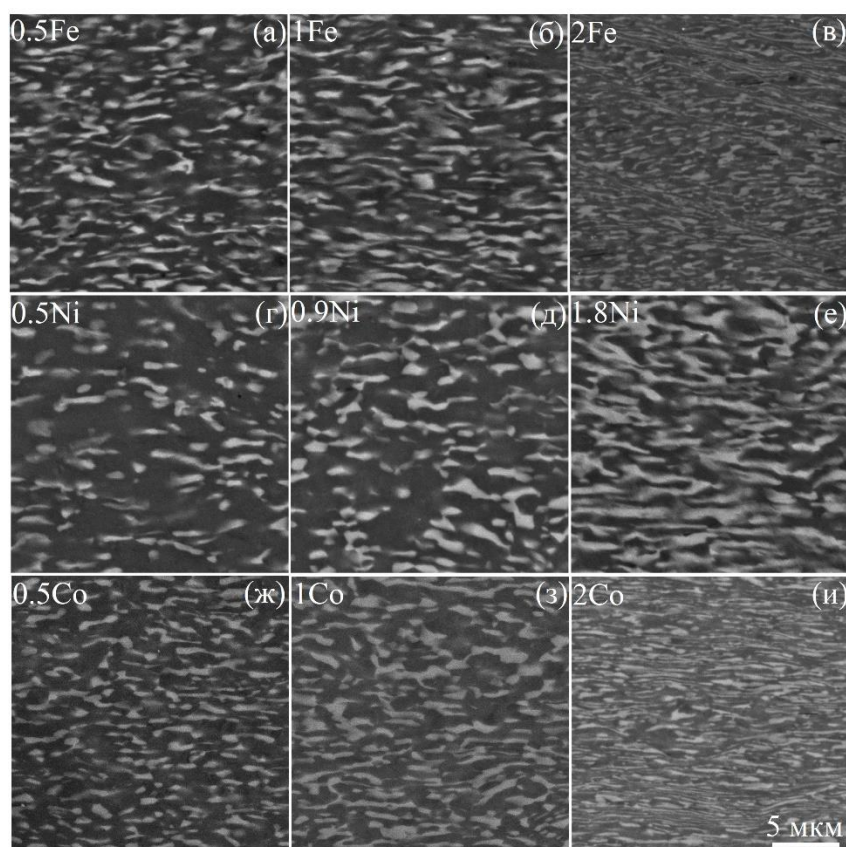


Рисунок 5.4 – Микроструктура сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co после горячей деформации в ($\alpha+\beta$)-области при температуре 750 °С

Как видно из значений, представленных в таблице 2.1, легирование Fe и Co незначительно повлияло на размеры зерен α - и β -фаз после термомеханической обработки. Значения среднего размера зерен α - и β -фазы для сплава сравнения 0Fe/0Ni/0Co составили $0,9 \pm 0,1$ мкм для α -фазы и $1,0 \pm 0,1$ мкм для β -фазы вдоль ($L_{\parallel}$) и $0,4 \pm 0,1$ мкм для α - и $0,3 \pm 0,1$ мкм для β -фазы поперек ($L_{\perp}$) направления прокатки. При этом, для сплавов с разной концентрацией Fe и Co средний размер зерен α -фазы вдоль направления оси деформации находился в интервале 0,7–1,2 мкм ($L_{\parallel}$), поперек – 0,4–0,6 мкм ($L_{\perp}$), и для β -фазы – в интервале 0,8–1,0 мкм ($L_{\parallel}$) и 0,3–0,5 мкм ($L_{\perp}$), соответственно.

Наибольший размер зерен обеих фаз наблюдался в сплавах, легированных 0,5-1,8 % Ni: средний размер зерен α -фазы варьировался от $1,7 \pm 0,1$ до $2,1 \pm 0,1$ мкм в направлении оси деформации и от $0,6 \pm 0,1$ до $1,3 \pm 0,1$ мкм перпендикулярно оси деформации, а средний размер зерен β -фазы составлял от $1,1 \pm 0,1$ до $1,3 \pm 0,1$ мкм ($L_{\parallel}$) и от $0,3 \pm 0,1$ до $0,6 \pm 0,1$ мкм ($L_{\perp}$). В целом, стоит отметить, что во всех сплавах после термомеханической обработки сформировалась схожая по параметрам мелкозернистая микроструктура, благоприятная для последующей сверхпластической деформации.

Таблица 5.1 – Средний размер зерен α -, β -фаз вдоль ($L_{\parallel}$) и поперек ($L_{\perp}$) направления горячей прокатки при температуре 750 °С

Сплав	α [мкм]			β [мкм]		
	$L_{\parallel}$	$L_{\perp}$	$L_{\perp}/L_{\parallel}$	$L_{\parallel}$	$L_{\perp}$	$L_{\perp}/L_{\parallel}$
0Fe/Ni/Co	$0,9 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	0,5	$1,0 \pm 0,1$	$0,3 \pm 0,1$	0,3
0,5Fe	$1,1 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,6	$1,0 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	0,4
1Fe	$1,2 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,5	$0,9 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	0,5
2Fe	$0,8 \pm 0,1$	$0,5 \pm 0,1$	0,6	$0,8 \pm 0,1$	$0,5 \pm 0,1$	0,7
0,5Ni	$2,1 \pm 0,1$	$1,2 \pm 0,1$	0,6	$1,3 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	0,3
0,9Ni	$2,2 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,1$	0,6	$1,4 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,4
1,8Ni	$1,7 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,4	$1,1 \pm 0,1$	$0,3 \pm 0,1$	0,3
0,5Co	$0,7 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	0,8	$0,7 \pm 0,2$	$0,3 \pm 0,1$	0,4
1Co	$0,8 \pm 0,1$	$0,5 \pm 0,1$	0,6	$0,9 \pm 0,1$	$0,3 \pm 0,1$	0,3
2Co	$0,9 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	0,5	$1,0 \pm 0,1$	$0,3 \pm 0,1$	0,3

Соотношение объемных долей α - и β -фаз зависит от температуры прокатки и оказывает влияние на формирование конечной микроструктуры листов. Микроструктурный анализ горячекатаных образцов выявил повышенную объемную долю β -фазы (35 %) в сплаве с 1,8 % Ni по сравнению со сплавами 0,5Ni (20 %) и 0,9Ni (25 %). С целью формирования структуры с близкой объемной долей β -фазы (20–25 %) сплав 1,8Ni был подвергнут горячей деформации при более низкой температуре (700 °С). Анализ микроструктуры сплава 1,8Ni, прокатанного при пониженной температуре, показал помимо α - и β -фаз также наличие светлых частиц со средним размером $1,1 \pm 0,1$ мкм и объемной долей около 1 % (рис.5.5а).

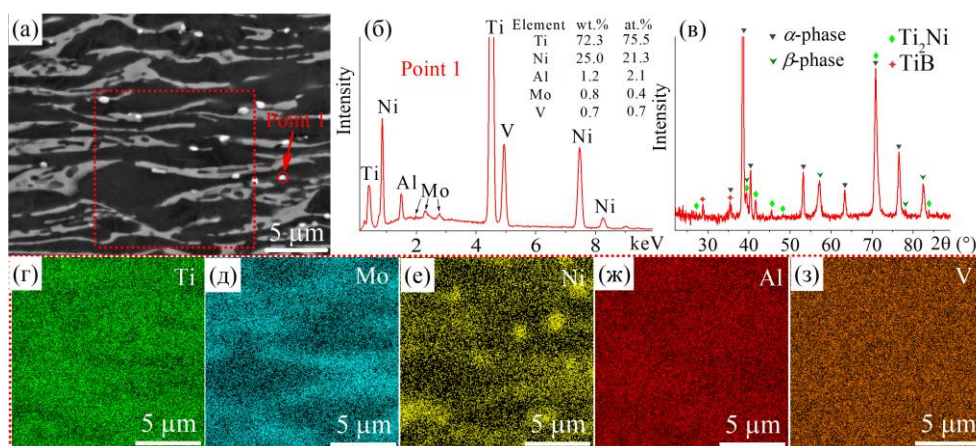


Рисунок 5.5– СЭМ изображение микроструктуры (а), локальный ЭДС спектр от частицы (точка 1) (б), РФА (в), карты распределения легирующих элементов от выделенной области (обозначена пунктирной красной линией) (г-з) в сплаве 1,8Ni после горячей деформации при температуре 700 °С

ЭДС-анализ горячекатаного при 700 °С образца сплава 1,8Ni показал повышенное содержание никеля в этих частицах (рис.5.5б,г). Рентгенофазовый анализ сплава после горячей деформации также подтвердил, что в сплаве, помимо α -, β -фаз и фазы TiV присутствует фаза Ti₂Ni, которой принадлежат частицы микронного размера, богатые никелем (рис.5.5в). Следует отметить, что хрупкие интерметаллидные фазы могут оказывать отрицательное влияние на технологические и механические свойства титановых сплавов [24], [139].

Объемная доля α - и β -фаз и размеры зерен исследуемых сплавов были измерены после серии отжигов в вакууме в интервале температур 625–850 °С в течение 30 минут и последующей закалки в воде. Температурные зависимости объемной доли β -фазы и среднего размера зерен α - и β -фаз представлены на рисунках 5.6 и 5.7, соответственно. Увеличение концентрации Fe, Ni и Co в сплавах 0,5–2Fe, 0,5–1,8Ni и 0,5–2Co способствовало увеличению объемной доли β -фазы во всем температурном интервале (рис.5.6). Полученные значения объемной доли с помощью термодинамических расчетов в «Thermo-Calc» (пунктирные линии на рис.5.6) были близки к значениям, измеренным количественным анализом микроструктуры (сплошные линии на рис.5.6). Таким образом, ожидаемый температурный диапазон оптимальной объемной доли β -фазы (~40–60 %), как правило необходимой для достижения максимальных показателей сверхпластичности, смещался в сторону более низких температур 750–775 °С с увеличением концентрации железа, никеля и кобальта до 2 %.

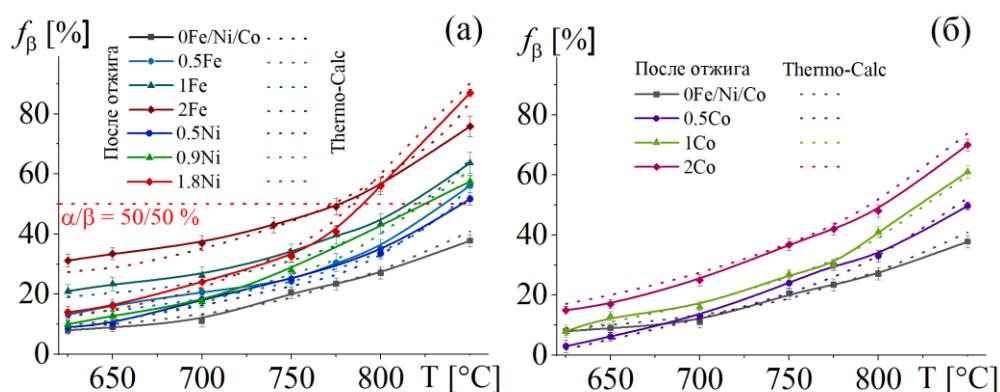


Рисунок 5.6 –Зависимости объемной доли β -фазы от температуры отжига в интервале 625–850 °С для сплавов 0–2Fe, 0–1,8Ni (а) и 0–2Co (б)

Средние размеры зерен α - и β -фаз сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co были определены после отжигов в интервале температур 625–850 °С (рис.5.7). Отжиг способствовал формированию равноосной мелкозернистой структуры со средними

размерами зерен от 0,6 до 2,1 мкм для α -фазы и от 0,4 до 1,7 мкм для β -фазы, которые зависят от температуры отжига и от содержания Fe, Ni и Co

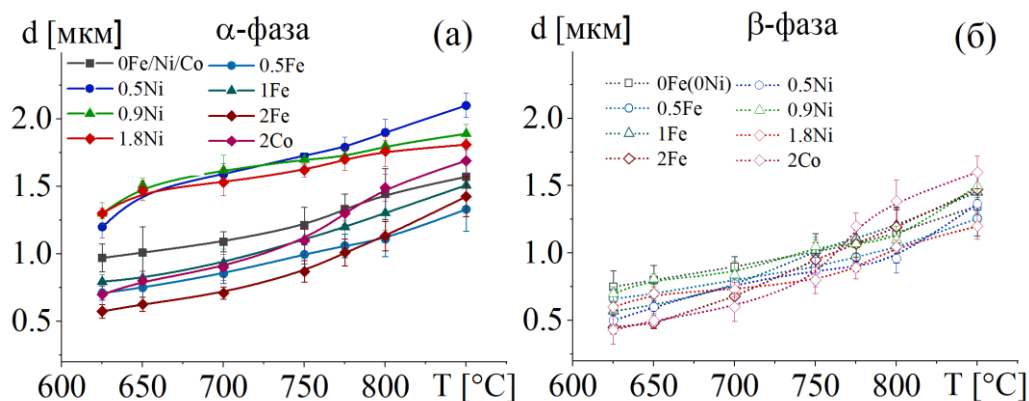


Рисунок 5.7 – Средний размер зерен α - и β -фаз в зависимости от температуры отжига для сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co

В качестве примера на рисунках 5.8 и 5.9 представлена микроструктура сплавов с железом и никелем и сплава сравнения после отжига при температурах 700 и 775 °C. Как видно из изображений микроструктур, отжиг при этих температурах обеспечил формирование относительно однородной рекристаллизованной микроструктуры с равноосными мелкими зернами в сплавах, легированных Fe и Ni. При этом микроструктура сплава сравнения 0Fe/Ni/Co помимо участков с равноосными мелкими зернами также содержала области с нерекристаллизованной микроструктурой.

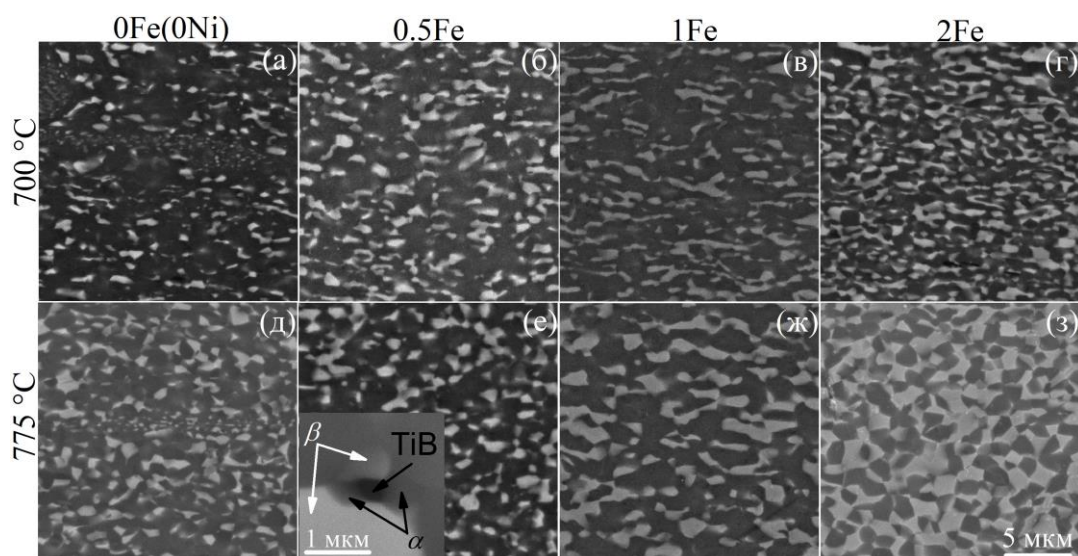


Рисунок 5.8 – Микроструктура сплавов с 0–2 % Fe, полученная в результате отжигов в течение 30 минут при температурах 700 °C (а-г) и 775 °C (д-з)

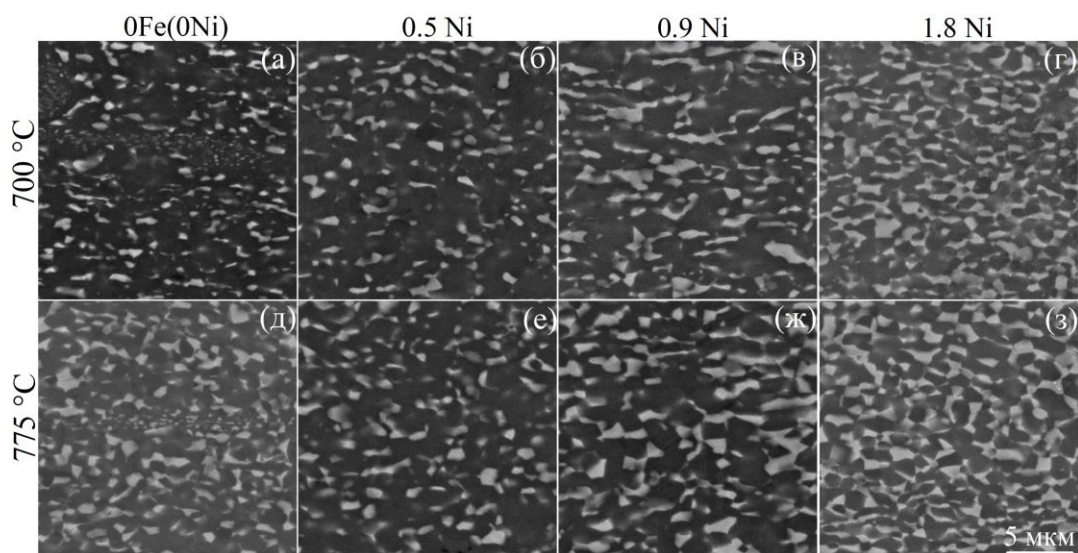


Рисунок 5.9 – Микроструктура сплавов с 0–1,8 % Ni, полученная в результате отжигов в течение 30 минут при температурах 700 °C (а-г) и 775 °C (д-з)

Сплавы с содержанием 0,5-2 % железа характеризовались наименьшими размерами зерен обеих фаз во всем исследованном температурном интервале: 0,6–1,4 мкм для α -фазы (рис.5.7а) и 0,4–1,4 мкм для β -фазы (рис.5.7б). Сплавы, легированные 0,5–1,8 % никеля, напротив, характеризовались наибольшими размерами зерен обеих фаз во всем интервале температур: 1,2–2,0 мкм для α -фазы (рис.5.7а) и 0,5–1,3 мкм для β -фазы (рис.5.7б). На микроструктуре (рис.5.8е, вставка) представлены мелкие зерна α - и β -фаз, расположенные вблизи частицы TiB. Это также является подтверждением того, что частицы TiB ускоряют процессы рекристаллизации и сфероидизации и способствуют образованию мелких рекристаллизованных зерен.

С целью анализа зеренной и субзеренной структуры сплавов с 0,5–1,8 % Ni был проведен EBSD-анализ после отжига в течение 30 минут при температуре 700 °C. EBSD-карты, на которых β -фаза обозначена зеленым цветом, малоугловые границы - белым цветом, высокоугловые - черным, а также показаны гистограммы распределения границ зерен по углам разориентировки для сплавов 0,5–1,8Ni, представлены на рисунке 5.10. Согласно EBSD-анализу увеличение концентрации Ni привело к росту доли β -фазы от 1,1 до 9,3 %. Стоит отметить, что полученные значения оказались ниже по сравнению со значениями, полученными количественным анализом микроструктур после отжига, и теоретическим расчетом в «*Thermo-Calc*» (рис.4.6а). Это связано с превращением ОЦК решетки β -фазы в ГП решетку α -фазы при ускоренном охлаждении с температуры 700 °C до комнатной температуры. Согласно EBSD-анализу зеренной структуры увеличение содержания Ni от 0,5 до 1,8 % привело к увеличению среднего размера зерен α -фазы с $1,2 \pm 0,1$ до $1,9 \pm 0,1$ мкм (с учетом превращенной β -фазы) и небольшому уменьшению

среднего размера зерен β -фазы с $0,9 \pm 0,1$ до $0,6 \pm 0,1$ мкм, что согласуется с результатами анализа СЭМ изображений микроструктуры (рис.5.7, рис.5,9б-г). Сплав с максимальной концентрацией никеля 1,8Ni характеризовался большой долей малоугловых границ зерен (МУГ) после отжига при температуре 700 °С, которая составила 53 %, в то время как для сплавов 0,5Ni и 0,9Ni доля МУГ находилась в диапазоне 26–27 %. Структура с высокой долей МУГ в сплаве 1,8Ni по сравнению со сплавами с меньшей концентрацией Ni может формироваться вследствие образования мартенсита ввиду снижения критической температуры начала мартенситного превращения с увеличением концентрации β -стабилизаторов [140].

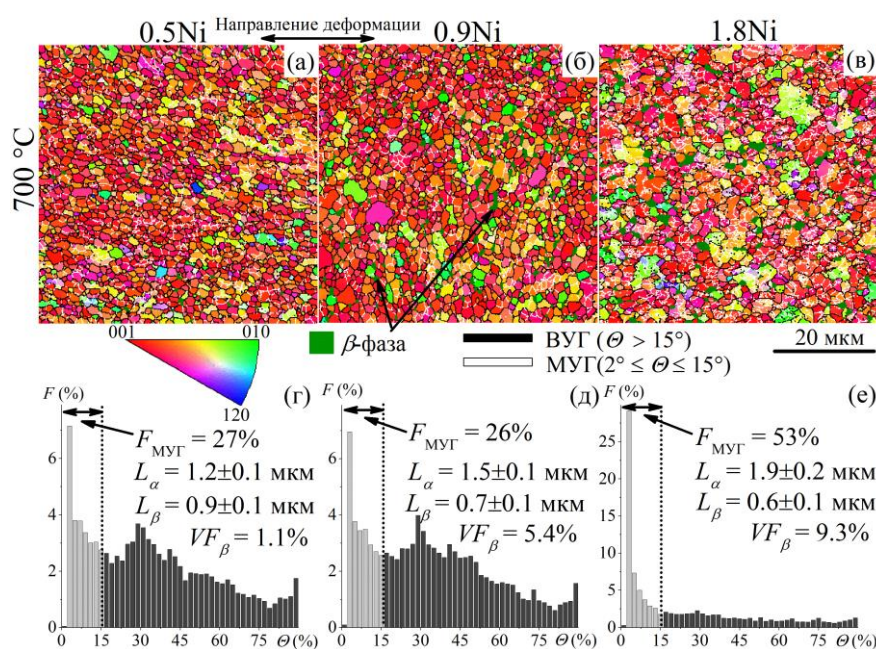


Рисунок 5.10 – EBSD-карты и распределение углов разориентировки зерен для сплавов 0,5Ni (а,г), 0,9Ni (б,д) и 1,8Ni (в,е) после отжига при температуре 700 °С

5.2 Сравнение показателей сверхпластичности

Показатели сверхпластичности сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0.1B-xFe/Ni/Co определяли в интервале температур 625–775 °С. На рисунках 5.11-5.13 (а-в) представлены зависимости напряжения течения (пунктирные линии) и показателя скоростной чувствительности m (в виде сплошных линий) от скорости деформации в исследуемом интервале температур, полученные по результатам испытаний с пошаговым уменьшением скорости с 5×10^{-2} до $5 \times 10^{-5} \text{ с}^{-1}$ с шагом 1,5. Максимальные значения показателя $m=0,5-0,65$ соответствовали температуре испытания 775 °С и диапазону скоростей деформации $5 \times 10^{-5} - 5 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. В то же время можно отметить, что максимальные значения показателя

т исследуемых сплавов во всем температурном диапазоне испытаний находились в интервале скоростей $(0,5-2) \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. В связи с этим для проведения испытаний на одноосное растяжение с постоянной скоростью деформации была выбрана скорость $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$.

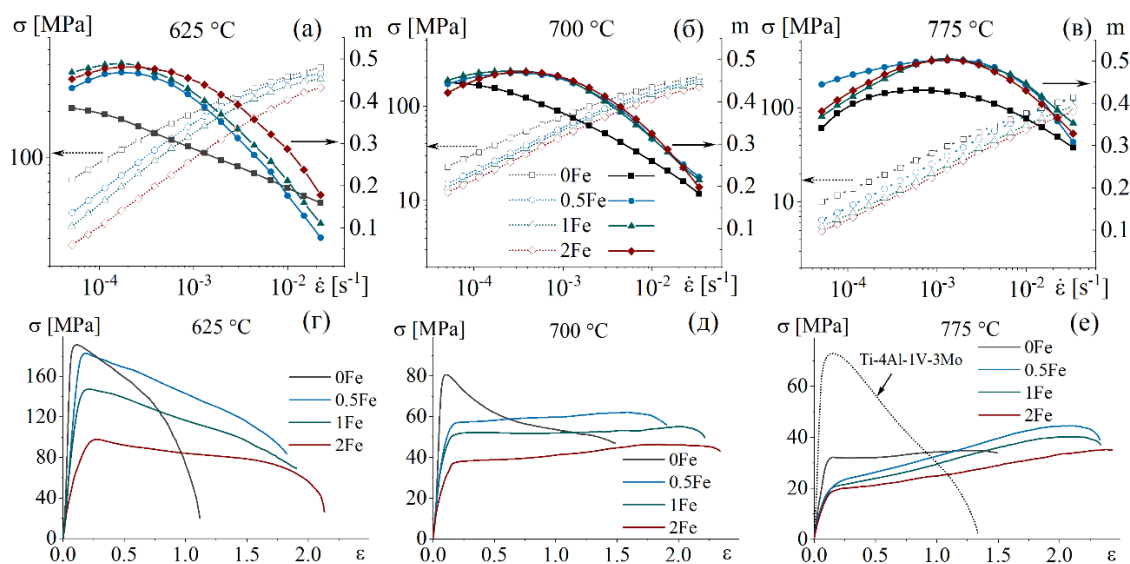


Рисунок 5.11 - Зависимость показателя скоростной чувствительности m (сплошные линии) и напряжения течения (пунктирные линии) от скорости деформации и кривые растяжения сплавов 0–2Fe, полученные в результате одноосного растяжения со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 625 °C (а,г), 700 °C (б,д), 775 °C (в,е)

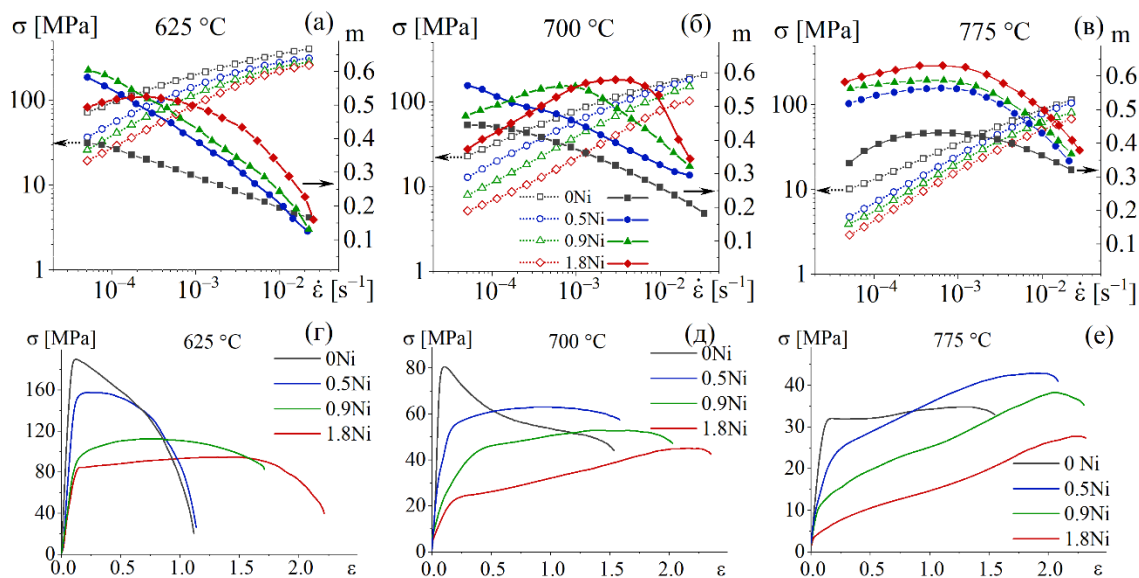


Рисунок 5.12 – Зависимость показателя скоростной чувствительности m (сплошные линии) и напряжения течения (пунктирные линии) от скорости деформации и кривые растяжения сплавов 0–1,8Ni, полученные в результате одноосного растяжения со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 625 °C (а,г), 700 °C (б,д), 775 °C (в,е)

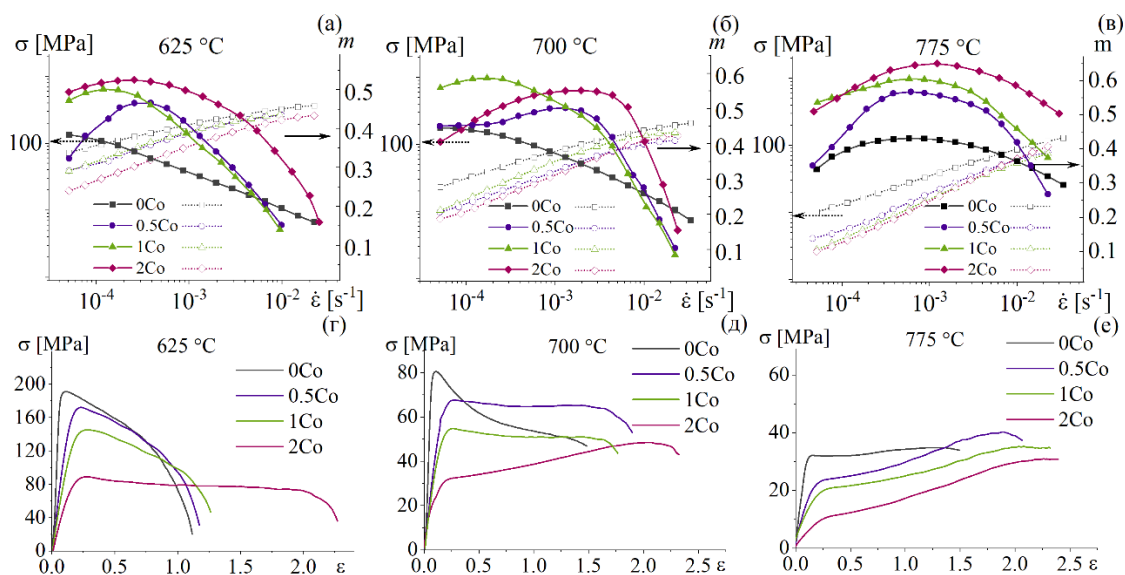


Рисунок 5.13 – Зависимость показателя скоростной чувствительности m (сплошные линии) и напряжения течения (пунктирные линии) от скорости деформации и кривые растяжения сплавов 0–2Co, полученные в результате одноосного растяжения со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 625 °C (а,г), 700 °C (б,д), 775 °C (в,е)

Относительное удлинение при разных температурах сверхпластической деформации для сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co, а также внешний вид образцов после сверхпластической деформации представлены на рисунках 5.16 (сплавы 0,5–2Fe; 0,5–1,8Ni) и 5.17 (сплавы 0,5–2Co). В результате легирования Fe, Ni и Co относительное удлинение увеличилось с 200–350 до 500–1000 %, а напряжение течения снизилось в 1,5–2 раза в исследуемом интервале температур 625–775 °C (рис.5.16а, рис.5.17а). Наименьшее напряжение, которое не превысило 20 МПа в сочетании с высоким удлинением до разрушения (до 1000 %), соответствовало сплавам с 1,8 % Ni и 2 % Co при температуре 775 °C (рис.5.12е и рис.5.13е). Сплавы с меньшей концентрацией никеля, кобальта и железа также имели высокие удлинения (до 900 %) при температуре 775 °C, в отличие от сплава BT14, удлинение которого не превысило 250 % в сочетании с высоким напряжением течения до 70 МПа (рис.5.11е). При сверхпластической деформации при температуре 775 °C сплав сравнения (0Fe/0Ni/0Co) с малой добавкой 0,1 % В также демонстрировал напряжения в два раза ниже по сравнению с промышленным сплавом BT14 без бора (рис.5.11е). При понижении температуры сверхпластической деформации до 700 °C сплавы с Ni, Fe, Co и В сохраняли высокие значения показателя m (от 0,4–0,45 до 0,5–0,55). Сплавы с 0,5–2 % Co имели максимальные удлинения до разрушения в процессе деформации при температуре 700 °C, которые составили от 800 до 1000 % с увеличением концентрации кобальта (рис.5.17а). При увеличении содержания Fe с 0,5 до 2 % и Ni с 0,5 до 1,8 % удлинения при 700 °C увеличивались с 600 до 850 %, и с 400 до 980 %, соответственно

(рис.5.16а-б), в то время как удлинение сплава сравнения 0Fe/0Ni/0Co не превысило 260 % в процессе сверхпластической деформации.

При минимальной температуре деформации (625 °С) сплав с 2 % Со сохранял высокое значение показателя m , равное 0,5. Сверхпластическая деформация при 625 °С сплава 2Со сопровождалась равномерным течением с удлинением до разрушения, равным 850 %, и наименьшим напряжением течения по сравнению со сплавами с максимальной концентрацией Fe и Ni на установившейся стадии (рис.5.13г). Удлинения сплавов с 2 % Fe и 1,8 % Ni в процессе сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 625 °С составили 800 и 780 %, соответственно (рис.5.16а-б). Для сплавов с меньшими концентрациями Ni, Fe и Со (от 0,5 до 1 %) удлинения до разрушения составили от 200 до 580 %.

Анализ зависимости коэффициента скоростной чувствительности m от степени сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ был проведен в исследуемом интервале температур 625–775 °С при помощи испытаний со скачковым изменением скорости деформации на 20 % каждые 0,1 деформации по стандарту ASTM E2448-11 [127] (рис.5.14 и рис.5.15). Как видно из зависимости показателя m от деформации, легирование Fe, Со и Ni эффективно повышает скоростную чувствительность сплавов. Для сплава без добавок показатель m возрастал с 0,3 до 0,4 при сверхпластической деформации до 1,0 и затем снижался до 0,35 и до 0,38 с последующим увеличением деформации до 1,2 и 1,5 при температурах 700 °С и 775 °С, соответственно. Легирование 0,5–1 % Fe и 0,5 % Ni обеспечивало более высокие значения показателя m , находящиеся в интервале 0,4–0,45 при 700 °С и 0,45–0,5 при 775 °С при деформации до 1,5, которые затем снижались на 0,1 при увеличении деформации до разрушения. В сплаве 0,9 Ni показатель m снижался с 0,55 до 0,4 при 700 °С и с 0,6 до 0,5 при 775 °С с ростом степени деформации до 2,0. Сплавы с 0,5–2 % Со также демонстрировали высокие значения m при температурах 700 и 775 °С, которые незначительно снижались при увеличении степени деформации. Сплав с максимальной концентрацией Со демонстрировал высокие значения показателя m при температуре 625 °С, которые увеличивались с 0,40 до 0,48 при деформации до 1,0 и затем снижались до 0,3 при деформации до разрушения (рис.5.15а). Для сплавов 0,5Со и 1Со в процессе деформации со скачковым изменением скорости при температуре 700 °С показатель m находился в интервале 0,45–0,48 и 0,47–0,54 при деформации до 1,0, соответственно. При деформации до разрушения значения показателя m снижались до 0,35 для сплава с 0,5 % Со и до 0,38 для сплава с 1 % Со. В процессе деформации при температуре 775 °С значения m для сплавов 0,5Со и 1Со оставались достаточно стабильными и находились в интервале 0,53–0,45 и 0,54–0,48, соответственно.

Таким образом, сплавы с добавками 0,5–2 % Fe, 0,5–1,8 % Ni и 0,5–2 % Co демонстрировали стабильное сверхпластическое течение с высокими значениями показателя m , а также в 1,5–2 раза более низкими напряжениями течения и высокими относительными удлинениями (до 1000 %) в условиях пониженных температур 625–775 °С. При этом стоит отметить, что стабильное сверхпластическое течение с наилучшими значениями показателя $m=0,4–0,5$, наименьшими напряжениями и наибольшими относительными удлинениями (800–1000 %) обеспечивали сплавы с максимальным содержанием железа (2 % Fe), никеля (1,8 % Ni) и кобальта (2 % Co).

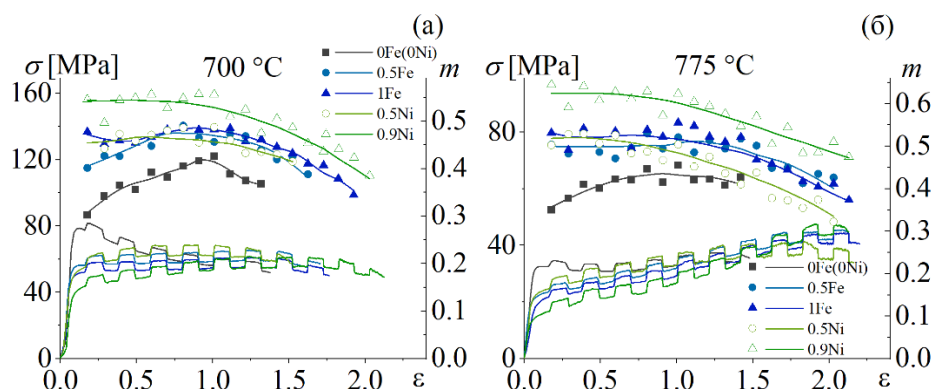


Рисунок 5.14 – Кривые деформации и зависимость показателя m от степени сверхпластической деформации при одноосном растяжении сплавов с 0–1Fe/0,9Ni с номинальной скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 700 °С (а), 775 °С (б) по результатам испытаний со скачковым изменением скорости на 20 % каждые 0,1 истинной деформации

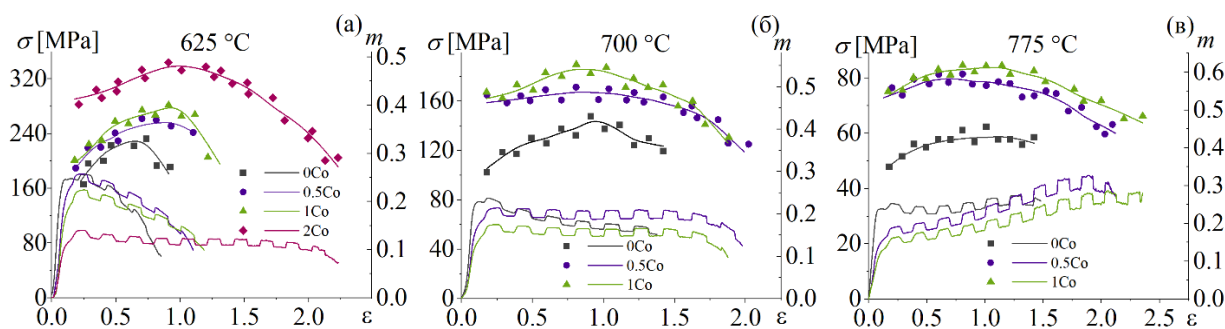


Рисунок 5.15 – Кривые деформации и зависимость показателя m от степени сверхпластической деформации при одноосном растяжении сплавов 0–2Co с номинальной скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 625 °С (а), 700 °С (б), 775 °С (в) по результатам испытаний со скачковым изменением скорости деформации на 20 % каждые 0,1 деформации

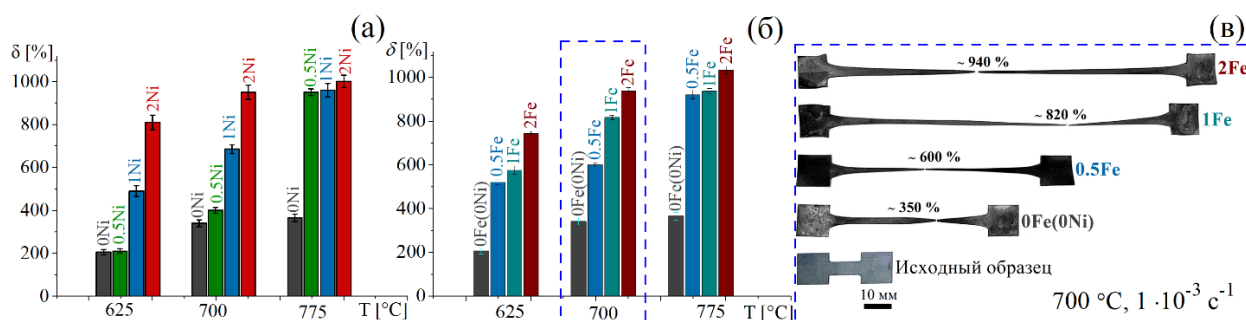


Рисунок 5.16 – Зависимости относительного удлинения до разрушения от температуры и концентрации Ni (а), Fe (б) и внешний вид образцов до и после растяжения сплавов 0–2Fe со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 700 °C

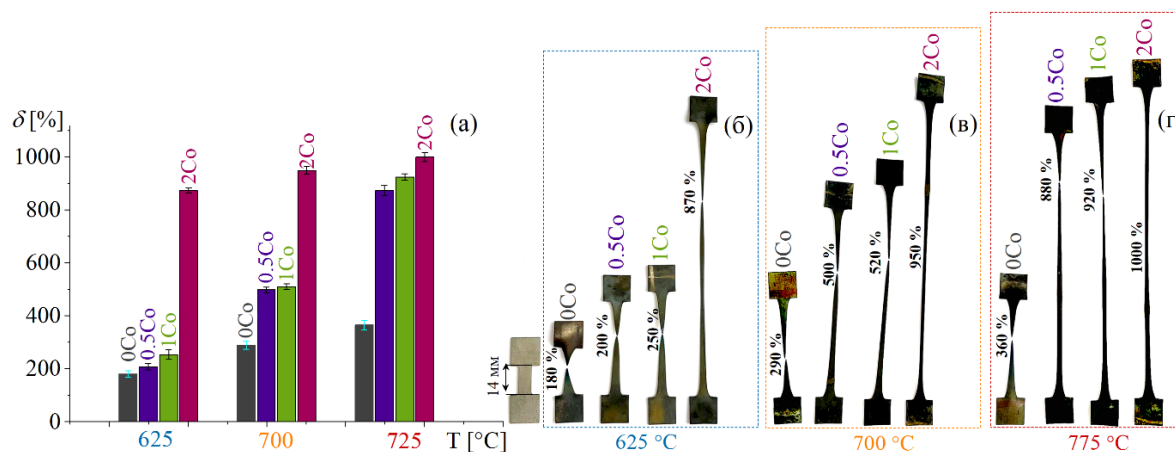


Рисунок 5.17 – Зависимости относительного удлинения до разрушения от концентрации Co и температуры (а) и внешний вид образцов до и после растяжения сплавов 0–2Co со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 625 °C (б), 700 °C (B), 775 °C (г)

5.3 Исследование эволюции микроструктуры сплавов в процессе сверхпластической деформации

Эволюцию микроструктуры сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co изучали в процессе сверхпластической деформации в исследуемом интервале температур 625–775 °C. Для сплавов 0,5–2Fe параметры микроструктуры определяли при температурах, обеспечивавших наилучшие показатели сверхпластичности – 700 °C и 775 °C (рис.5.18). Сверхпластическая деформация сплавов с 0,5–2 % Fe сопровождалась незначительным ростом зерен α - и β -фаз при обеих температурах по сравнению со сплавами с добавками никеля и кобальта. При сверхпластической деформации при температуре 700 °C с увеличением концентрации Fe средний размер зерен α -фазы увеличивался с $1,2 \pm 0,1 \text{ мкм}$ до $1,6 \pm 0,2 \text{ мкм}$, а β -фазы с $1,0 \pm 0,1 \text{ мкм}$ до $1,2 \pm 0,1 \text{ мкм}$ (рис.5.18б-г). В то время как средний размер зерен сплава сравнения 0Fe/0Ni/0Co составил $1,2 \pm 0,2 \text{ мкм}$ для α -фазы и $0,9 \pm 0,1 \text{ мкм}$ для β -фазы при увеличении деформации до 1,4 (рис.5.18а). При повышении

температуры до 775 °С средний размер зерен увеличился более существенно. После деформации до 100 % (0,69) при температуре 775 °С в сплавах с железом наблюдался рост зерен α - и β -фаз (рис. 5.18д-з): с увеличением концентрации Fe от 0 до 2 % средний размер зерен увеличился с $1,4 \pm 0,2$ до $1,8 \pm 0,1$ мкм для α -фазы и с $1,1 \pm 0,1$ до $1,5 \pm 0,1$ мкм для β -фазы. При этом в сплаве сравнения средний размер зерен обеих фаз увеличился незначительно на 0,2 мкм для α -фазы и на 0,1 мкм для β -фазы. При увеличении деформации до разрушения при температуре 775 °С средний размер зерен α -фазы увеличился более значительно с ростом концентрации Fe с $1,7 \pm 0,2$ до $2,5 \pm 0,1$ мкм, а β -фазы с $1,6 \pm 0,1$ до $2,1 \pm 0,1$ мкм.

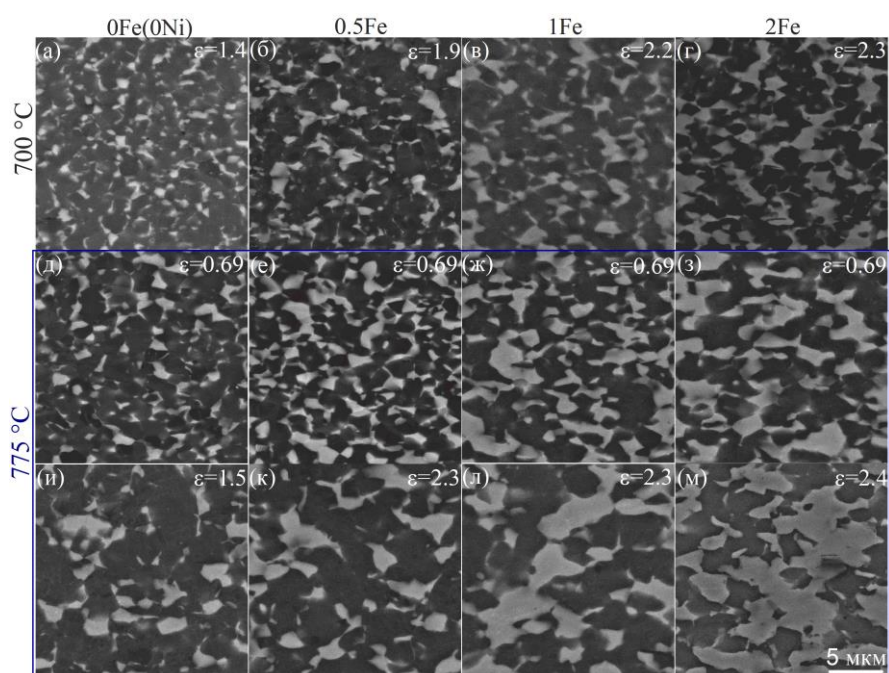


Рисунок 5.18 – Микроструктуры сплавов 0–2Fe после сверхпластической деформации при температурах 700 °С (а-г) и 775 °С (д-м) со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

На рисунке 5.19 представлены EBSD-карты и гистограммы распределения границ по углам разориентировки для сплава сравнения 0Fe/0Ni/0Co и сплава 0,5Fe в исходном состоянии (после отжига в течение 30 минут перед началом сверхпластической деформации) и после сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ до 0,69 (100 % инженерной деформации) при температуре 775 °С. На EBSD-картах малоугловые границы с углом разориентировки зерен 2-15° показаны белым цветом, высокоугловые границы с углом разориентировки более >15° - черным. Перед сверхпластической деформацией сплавы имели близкие параметры микроструктуры, согласно данным EBSD-анализа (таблица 5.2). Сплав 0Fe/0Ni/0Co характеризовался большей долей МУГ, которая составила 29 %. Для сплава с 0,5Fe доля МУГ составила 18 %. Увеличение деформации до 0,69

привело к снижению доли МУГ с 29 до 17 % для сплава 0Fe/0Ni/0Co и с 18 до 15 % для сплава 0,5Fe. С ростом деформации средний размер зерен α -фазы увеличился с 1,2 до 1,5 мкм в сплаве с железом, в то время как в сплаве сравнения средний размер зерен оставался стабильным и находился в интервале 1,2–1,3 мкм.

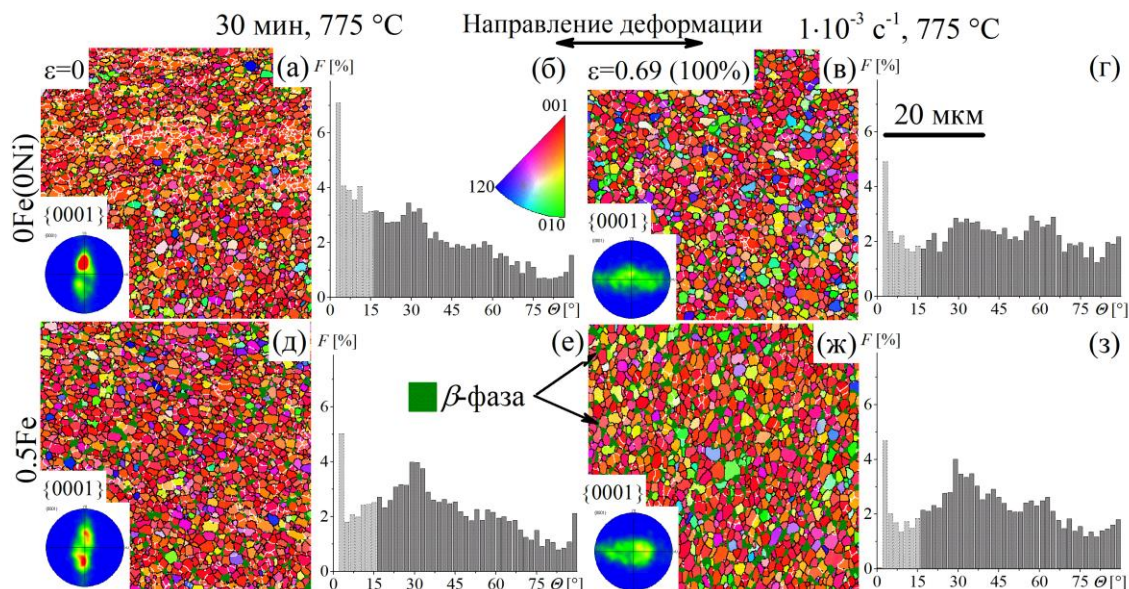


Рисунок 5.19 – EBSD-карты (а,в,д,ж) и распределение углов разориентировки зерен для сплава 0Fe(0Ni) (а-г) и сплава 0,5Fe (д-з) после отжига в течение 30 минут при температуре 775 °C (а,б,д,е) и после сверхпластической деформации до 100 % (в,г,ж,з)

Таблица 5.2-Параметры микроструктуры сплавов без и с 0,5 % Fe в процессе сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ при температуре 775 °C

Параметры микроструктуры	0Fe, $\epsilon = 0$	0Fe, $\epsilon = 0,69$	0,5Fe, $\epsilon = 0$	0,5Fe, $\epsilon = 0,69$
d_α , мкм	$1,2 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,1$	$1,2 \pm 0,1$	$1,5 \pm 0,1$
d_β , мкм	$0,6 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	$0,8 \pm 0,1$	$0,9 \pm 0,1$
Объемная доля МУГ/ВУГ, %	29 / 71	17 / 83	18 / 82	15 / 85
Объемная доля рекр. зерен α/β фаз, %	62 / 19	82 / 31	72 / 35	85 / 72
Объемная доля субзерен α/β фаз, %	33 / 38	16 / 43	25 / 43	14 / 19
Объемная доля нерекр. зерен α/β фаз, %	5 / 43	2 / 26	3 / 22	1 / 9

Микроструктура сплавов 0–1,8Ni была изучена после сверхпластической деформации до разрушения при температурах 625, 700 и 775 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$ (рис.5.20). Средний размер зерен после сверхпластической деформации при температуре 625 °C оставался стабильным даже при повышении концентрации Ni от 0,5 до 1,8 %, и

составлял от $1,4 \pm 0,2$ до $1,5 \pm 0,1$ мкм и от $0,6 \pm 0,1$ до $0,8 \pm 0,1$ мкм для α - и β -фазы, соответственно. При этой же температуре деформации в сплавах с 0,5–2 % Со формировалась более мелкозернистая структура с меньшими размерами зерен: 0,7–0,8 мкм для α -фазы и 0,5–0,6 мкм для β -фазы (рис.5.21).

Сверхпластическая деформация при более высоких температурах (700 и 775 °С) сопровождалась более интенсивным ростом зерен обеих фаз. Средний размер зерен α -фазы увеличивался с $1,7 \pm 0,2$ до $2,6 \pm 0,1$ мкм в сплаве 0,5 Ni при деформации до 1,4 и с $2,3 \pm 0,2$ до $3,0 \pm 0,1$ мкм в сплаве 0,9Ni при деформации до 2,0, а также с $2,4 \pm 0,2$ до $3,5 \pm 0,1$ мкм в сплаве 1,8Ni при деформации до 2,0. Для β -фазы также наблюдался рост зерен в 1,5–2 раза при увеличении температуры сверхпластической деформации с 700 до 775 °С: для сплава с 0,5 % Ni средний размер зерен β -фазы увеличился с $0,9 \pm 0,2$ до $1,3 \pm 0,3$ мкм, для сплава с 0,9 % Ni с $1,5 \pm 0,2$ до $1,7 \pm 0,1$ мкм, и для сплава с 1,8 % Ni с $1,2 \pm 0,1$ до $2,8 \pm 0,2$ мкм. В сплаве с максимальной концентрацией Ni (1,8 %) наблюдалось образование частиц фазы Ti_2Ni при низких температурах сверхпластической деформации 625 и 700 °С. Таким образом, можно сделать вывод, что сверхпластическая деформация сплавов с никелем сопровождалась более сильным динамическим ростом зерен α - и β -фаз в сравнении со сплавом без добавок, а также со сплавами с разной концентрацией железа, что связано с большей диффузионной способностью никеля в β -Ti.

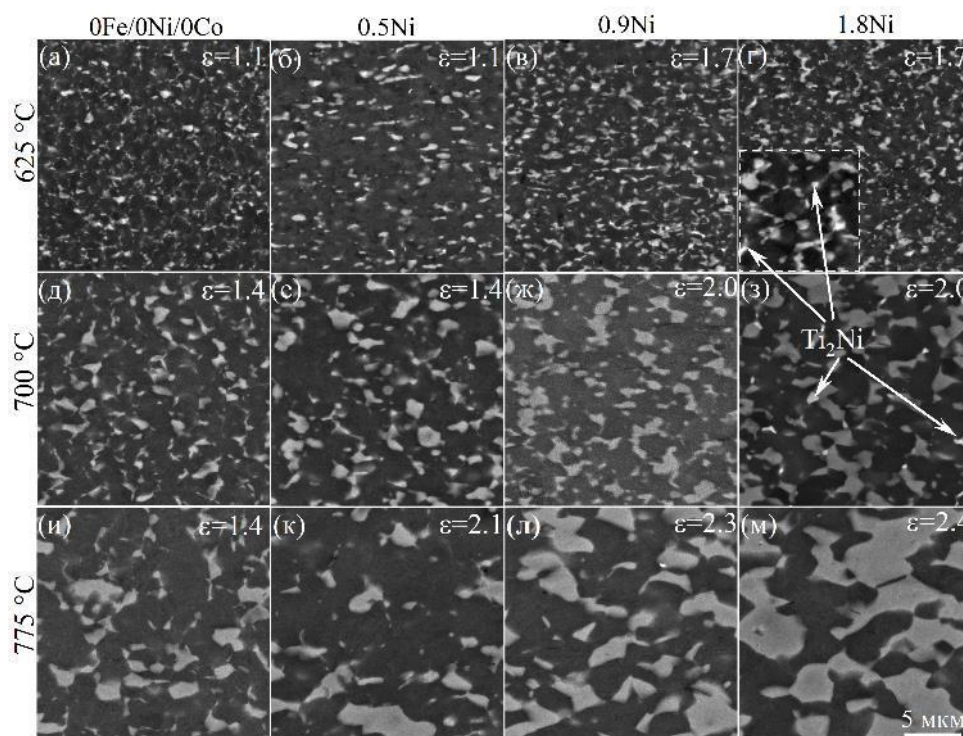


Рисунок 5.20 – Микроструктура сплавов 0–1,8Ni после сверхпластической деформации при температурах 625 °С (а-г), 700 °С (д-з), 775 °С (и-м) со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

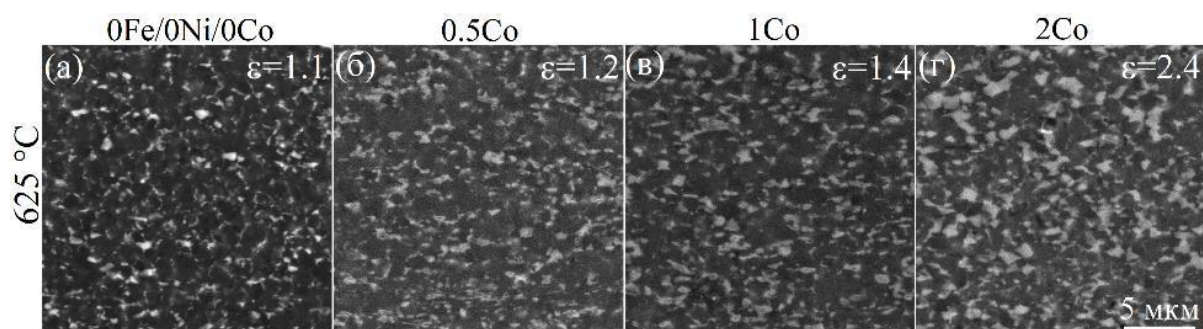


Рисунок 5.21 – Микроструктура сплавов 0–2Co после сверхпластической деформации при температуре 625 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

С целью анализа зависимости среднего размера зерен α - и β -фаз от деформации и времени отжига были определены коэффициенты статического и динамического роста зерен α - и β -фаз по уравнениям 4 и 5, представленным в разделе 2.4. Рассчитанные коэффициенты K_α , Ks_α , Kd_α , K_β , Ks_β и Kd_β после сверхпластической деформации при температуре 700 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для сплавов 0–2Fe/1,8Ni представлены в таблице 5.3.

Таблица 5.3 - Коэффициенты статического (Ks) и динамического (Kd) роста зерен α - и β -фаз в процессе сверхпластической деформации при температуре 700 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для сплавов с 0–2 % Fe и 0–1,8 % Ni

Сплав	K_α	Ks_α	Kd_α	K_β	Ks_β	Kd_β
0Fe/0Ni/0Co	1,0	0,3	0,1	0,1	0,1	0
0,5Fe	1,5	1,1	0,5	0,7	0,1	0,6
1Fe	2,8	1,1	1,6	0,9	0,2	0,7
2Fe	5,7	0,8	4,9	2,9	0,2	2,7
0,5Ni	2,2	0,2	2,0	0,9	0,1	0,8
0,9Ni	17	0,7	17	4,5	0,3	4,2
1,8Ni	12	3,5	8,3	2,2	0,5	1,8

Согласно показателям, характеризующим скорость статического и динамического роста, и их зависимостям от степени и скорости деформации (рис.5.22), увеличение концентрации Fe от 0 до 2 % способствовало ускорению динамического роста зерен α - и β -фаз и незначительно влияло на статический рост зерен обеих фаз в процессе сверхпластической деформации при температуре 700 °C.

При более высокой температуре (775 °C) увеличение содержания Fe не вносило вклада в статическую и слабо влияло на динамическую составляющую скорости роста зерен β -фазы, но ускоряло статический и динамический рост зерен α -фазы. Сверхпластическая

деформация сплавов с разной концентрацией Ni при температуре 775 °С со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ также сопровождалась незначительным статическим и сильным динамическим ростом зерен α -фазы, который усиливался с увеличением содержания Ni (рис.5.23). Что касается скорости роста β -фазы, то его динамическая составляющая увеличивалась слабее, наибольший динамический рост зерен β -фазы соответствовал сплаву с максимальной концентрацией никеля (1,8 %) при температуре сверхпластической деформации 775 °С.

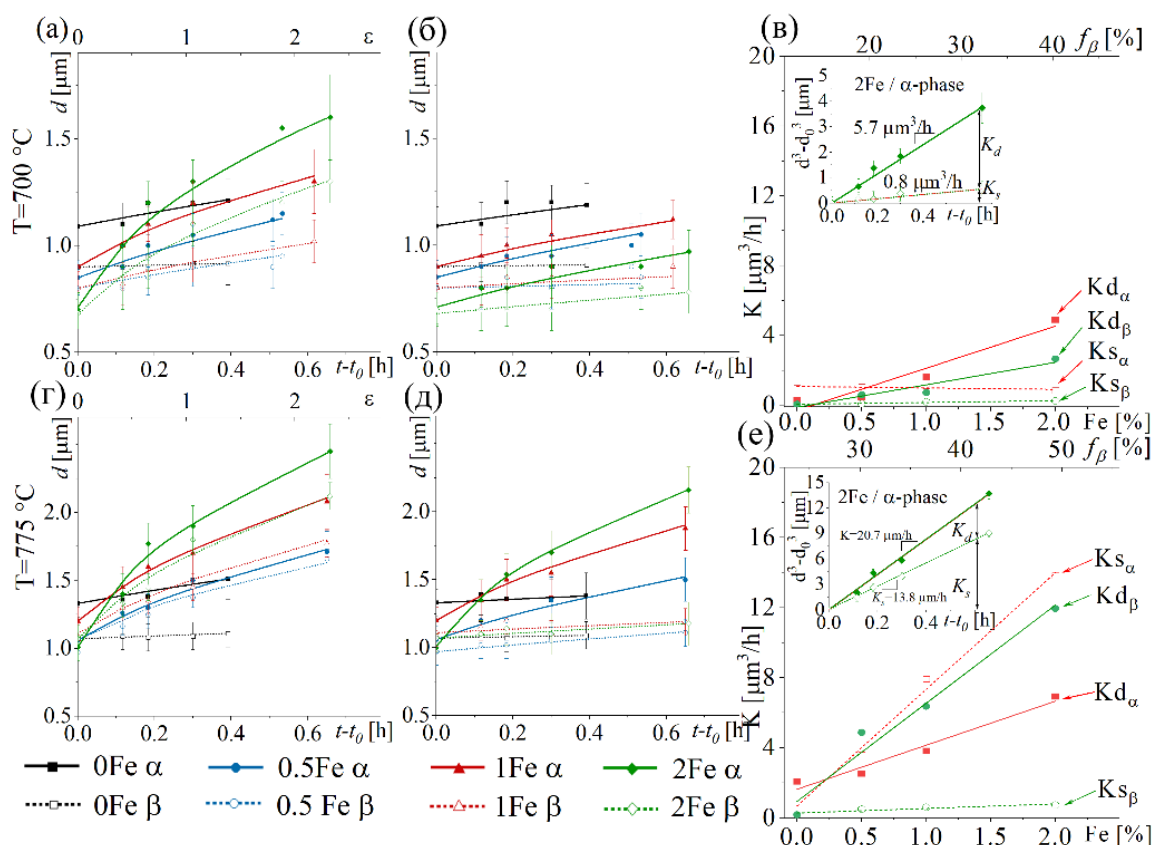


Рисунок 5.22 – Средний размер зерен α - и β -фаз сплавов 0-2Fe в зависимости от степени сверхпластической деформации (а) и времени (б); статический и динамический коэффициенты роста зерен для α - (б) и β -фазы (в) при температурах 700 °С и 775 °С

Процесс полной трансформации из α в β -фазу не всегда успевает проходить за время выдержки при температуре сверхпластической деформации. В связи с этим процесс превращения может продолжаться и во время сверхпластической деформации. Измеренная до и после деформации объемная доля β -фазы (таблица 5.4) оставалась стабильной, что говорит о стабильности микроструктуры и завершении процесса $\alpha \rightarrow \beta$ превращения за время выдержки при температуре испытания.

Таблица 5.4-Объемная доля β -фазы до и после сверхпластической деформации при температуре 775 °C со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ для сплавов с 0–2 % Fe и 0–1,8 % Ni

Сплав	775 °C		
	До деформации, [%]	Истинная деформация	После деформации, [%]
0Fe/0Ni/0Co	23 ± 2	1,78	21 ± 2
0,5Fe	30 ± 3	2,32	33 ± 1
1Fe	40 ± 3	2,34	38 ± 3
2Fe	49 ± 3	2,42	52 ± 3
0,5Ni	25 ± 2	2,08	24 ± 4
0,9Ni	31 ± 2	2,30	32 ± 3
1,8Ni	44 ± 1	2,31	48 ± 2

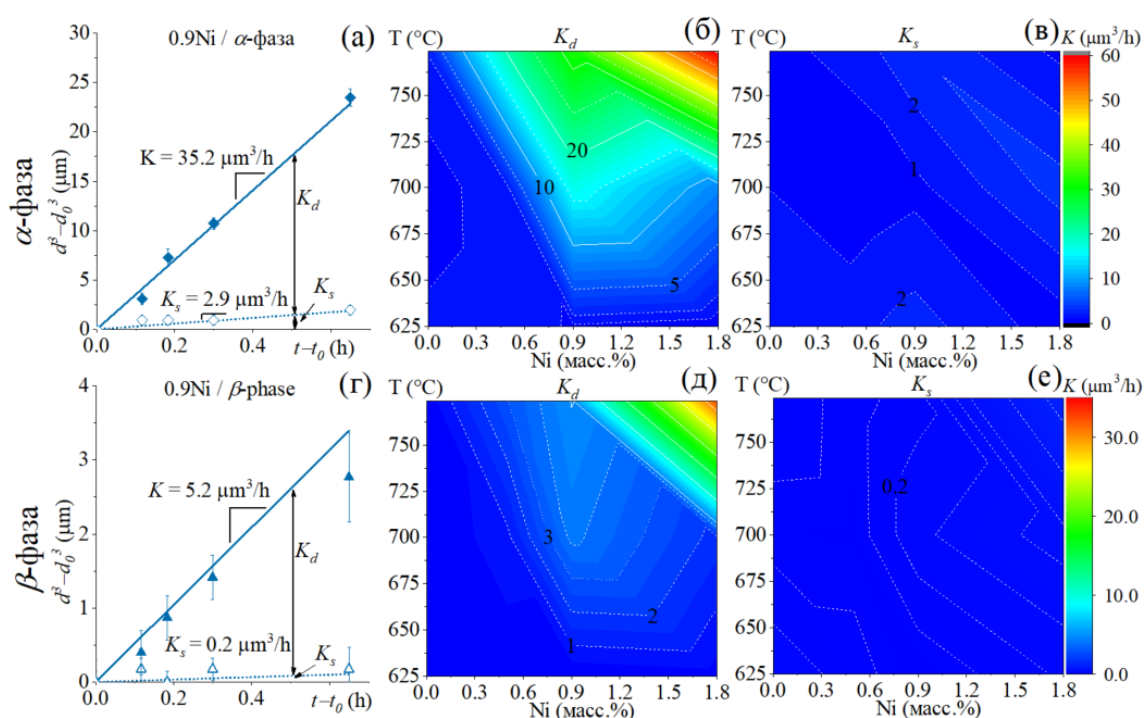


Рисунок 5.23– Зависимости $d^3 - d^0$ от $t - t^0$, построенные для сплава 0,9Ni (а,г); динамический K_d (б,д) и статический K_s (в,е) коэффициенты скорости роста зерен α -фазы (а-в) и β -фазы (г-е) для сплавов 0–1,8Ni

5.4 Определение механических свойств после сверхпластической деформации

Механические свойства при комнатной температуре были определены для сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co и сплава сравнения 0Fe/0Ni/0Co на образцах, подвергнутых сверхпластической деформации до 100 % (0,69) со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 775 °C. Механические свойства сплава 1,8Ni не определяли, поскольку, как

было показано ранее, в процессе термомеханической обработки сплава и сверхпластической деформации возможно нежелательное образование фаз Ti_2Ni и ω .

Анализ полученных значений, представленных в таблице 5.5, показал, что легирование сплава BT14 2 % Fe, 0,9 % Ni и 2 % Co привело к наибольшему повышению прочностных свойств относительно сплава BT14: предел текучести увеличился с 772 до 885-1020 МПа, а предел прочности с 862 до 1055–1085 МПа, соответственно. При этом относительное удлинение снизилось незначительно с $6,5 \pm 0,6$ до $4,8-6,2$ %. При легировании 0,5 и 1 % Co предел текучести повысился до 920–990 МПа, а предел прочности до 990–1040 МПа. При легировании 0,5–1 % Fe предел текучести увеличился до 830-885 МПа, а предел прочности до 990–1010 МПа. Добавка 0,5–0,9 % Ni также обеспечила повышение предела прочности и текучести до 885 ± 8 МПа и до 1020 ± 6 МПа, соответственно.

Таблица 5.5 – Механические свойства сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co при комнатной температуре после сверхпластической деформации при 775 °С до 0,69 истинной деформации (100 % инженерной деформации), закалки и старения

Сплав	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %
BT14	770 ± 15	860 ± 17	$6,5 \pm 0,6$
0Fe/0Ni/0Co	740 ± 5	865 ± 7	$8,1 \pm 0,5$
0,5Fe	830 ± 7	990 ± 8	$7,6 \pm 0,4$
1Fe	885 ± 6	1010 ± 7	$5,5 \pm 0,4$
2Fe	960 ± 5	1055 ± 9	$6,2 \pm 0,6$
0,5Ni	790 ± 7	875 ± 8	$6,4 \pm 0,6$
0,9Ni	885 ± 8	1020 ± 6	$6,6 \pm 0,5$
0,5Co	920 ± 8	990 ± 8	$4,5 \pm 0,5$
1Co	990 ± 10	1040 ± 15	$4,4 \pm 0,4$
2Co	1020 ± 10	1085 ± 14	$4,8 \pm 0,5$

Таким образом, легирование кобальтом обеспечивало наибольший прирост прочности по сравнению с Fe и Ni. Добавка только 0,1 % В позволила повысить относительное удлинение с 6,5 до 8,1 % при незначительном снижении предела текучести с 770 ± 15 до 740 ± 5 МПа и при практически одинаковом пределе прочности, равном 865 ± 7 МПа. В результате легирование Fe, Ni и Co позволило повысить предел текучести и предел прочности более чем на 200 МПа без существенной потери пластичности.

5.5 Расчет эффективной энергии активации

Эффективная энергия активации сплавов системы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co, значения которой представлены в таблице 4.6, была определена при 100 % (0,69 истинной деформации) сверхпластической деформации при разных температурах при скорости $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ по уравнению (7). Легирование 0,5–2 % Fe и 0,5–1,8 % Ni и 0,5–2%Co привело к резкому снижению энергии активации по сравнению со сплавом сравнения 0Fe/0Ni/0Co. Энергия активации самодиффузии по границам зерен α -Ti и β -Ti составляет 183 и 153 кДж/моль, соответственно [99], [129]. Согласно полученному значению эффективной энергии активации для сплава 0Fe/0Ni/0Co 185 кДж/моль можно предположить, что деформация контролируется зернограницной самодиффузией в α -фазе. Аналогичные значения получены в сплавах с 0,5 и 1 % Fe, энергия активации в которых составила 181 ± 9 и 172 ± 6 кДж/моль, соответственно. В сплавах, легированных 0,5-1,8 % Ni и 2 % Fe с повышенной долей β -фазы при пониженных температурах, эффективная энергия активации составила 132–115 кДж/моль для никельсодержащих сплавов и 145 ± 6 кДж/моль для сплава 2Fe, что близко к энергии активации самодиффузии по границам зерен β -Ti. Для сплавов с Co значение энергии активации также снижалось с 175 ± 5 кДж/моль до 160 ± 8 кДж/моль при увеличении концентрации кобальта от 0,5 до 2 % и приближалось к энергии активации зернограницной самодиффузии в β -Ti.

Таблица 5.6 – Значения эффективной энергии активации Q (кДж/моль) сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co

Сплав	0,5Fe	1Fe	2Fe	0Fe/0Ni/0Co
Q , [кДж/моль]	181 ± 9	172 ± 6	145 ± 6	185 ± 8
Сплав	0,5Ni	0,9Ni	1,8Ni	
Q , [кДж/моль]	119 ± 8	115 ± 9	132 ± 9	
Сплав	0,5Co	1Co	2Co	
Q , [кДж/моль]	175 ± 5	171 ± 6	160 ± 8	

5.6 Зависимость показателей сверхпластичности от диффузионного параметра сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co

Показатели сверхпластичности зависят от диффузионной способности сплавов, на которую в свою очередь влияют состав сплава и температура испытания. Чтобы учесть

диффузионную способность сплавов, общий эффект от объемной и зернограницной диффузии Ti и легирующих элементов в α - и β -фазах, рассчитывали эффективный коэффициент диффузии (D_{eff}). Методика расчета эффективного коэффициента диффузии сплавов представлена в главе 2.7. Рассчитанные значения D_{eff} для α - и β -фаз исследованных сплавов с разными концентрациями Fe, Ni и Co при температурах 625–775 °C представлены в таблице 5.7.

Таблица 5.7 – Эффективный коэффициент диффузии (D_{eff}) α - и β -фаз сплавов группы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co в интервале температур 625–775 °C

Сплав	Температура [°C]					
	625 °C		700 °C		775 °C	
	D_{eff} [см²/с]					
	$D_{eff}(\alpha) \times 10^{-11}$	$D_{eff}(\beta) \times 10^{-10}$	$D_{eff}(\alpha) \times 10^{-11}$	$D_{eff}(\beta) \times 10^{-10}$	$D_{eff}(\alpha) \times 10^{-11}$	$D_{eff}(\beta) \times 10^{-10}$
BT14	-	-	-	-	0,87	1,87
0,5Fe	0,13	0,52	0,70	0,96	0,97	1,93
1Fe	0,14	0,53	0,71	0,97	0,99	1,96
2Fe	0,19	0,53	0,99	0,98	1,17	1,99
0,5Ni	0,08	0,62	0,50	1,54	1,03	2,88
1Ni	0,09	0,63	0,51	1,52	1,36	3,54
1,8Ni	0,08	0,63	0,53	1,52	1,56	3,97
0,5Co	0,30	0,25	1,11	1,45	2,15	2,76
1Co	0,45	1,18	1,49	1,86	3,29	3,39
2Co	0,52	1,28	2,02	2,33	4,51	4,20

Рассчитанные значения D_{eff} для α -фазы (10^{-11} см²/с) были на порядок меньше для β -фазы (10^{-10} см²/с), что подтверждает решающее влияние β -фазы на диффузионно-зависимые механизмы деформации. Значения коэффициентов увеличиваются с повышением температуры от 625 до 775 °C, а также с увеличением концентрации легирующих добавок Fe, Ni и Co из-за их высокой диффузионной способности. Для сравнения, в таблице 5.7 представлены рассчитанные значения D_{eff} для сплава Ti-4Al-3Mo-1V без добавок при температуре 775 °C. Видно, что увеличение содержания Fe до 2 % приводит к небольшому повышению D_{eff} для β -фазы в 1,1 раза. Увеличение содержания Ni до 1,8 % и Co до 2 % приводит к более сильному повышению D_{eff} для β -фазы в 2,1 и 2,2 раза, соответственно.

Для учета объемных долей фаз и среднего размера зерен был введен диффузионный параметр, методика расчета которого приведена в главе 2.7. Полученные зависимости показателя скоростной чувствительности m и относительного удлинения δ сплавов с Fe, Co

и Ni от диффузионного параметра $\sum f_i \times D_{eff(i)}$ представлены на рисунке 5.24. Относительные удлинения и значения показателя увеличивались с 200 % до 1000 % и с 0,35 до 0,65 с увеличением концентрации Fe, Ni и Co и температуры с 625 до 775 °С. Исходя из анализа полученных закономерностей, при значениях диффузионного параметра в интервале $0,5-2,2 \times 10^{-10}$ см²/с, который соответствует температурам деформации 700 и 775 °С, обеспечиваются высокие значения m более 0,45 и относительные удлинения более 600 %. В данном интервале находятся и значения диффузионного параметра сплавов с заменой 3 % и 1 % Mo, которые соответствуют высоким значениям m и δ (раздел 3.5, рис.3.26).

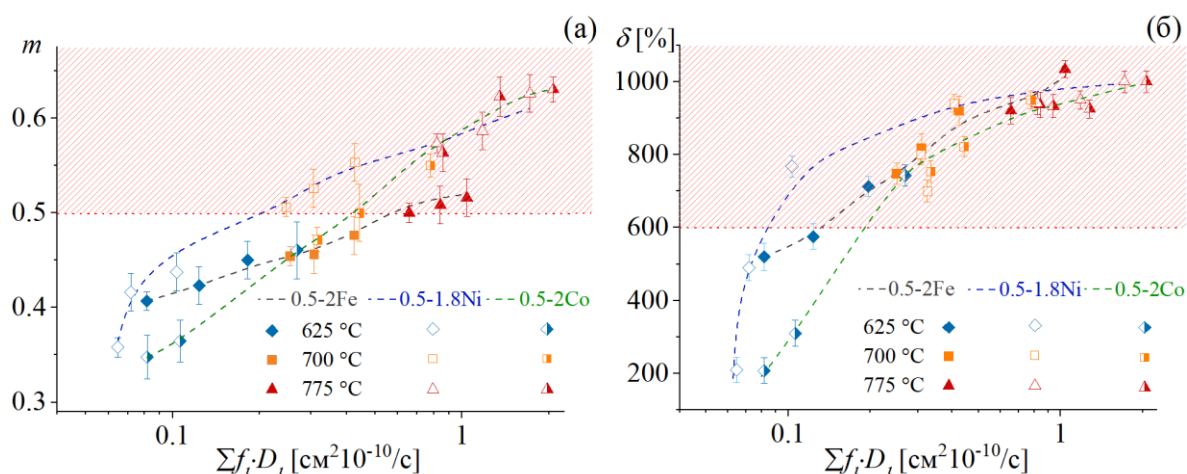


Рисунок 5.24 – Зависимости показателя скоростной чувствительности m (а) и относительного удлинения (δ) от диффузионного параметра $\sum f_i \times D_{eff(i)}$

Выводы по главе 5

1. Показано, что легирование β -стабилизирующими элементами с высокой скоростью диффузии (Fe, Ni и Co) сплавов системы Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-xFe/Ni/Co увеличивает однородность зеренной структуры за счет ускорения процессов рекристаллизации и сфероидизации α - и β -фаз.

2. Показано, что легирование 0,5–2 % Fe, 0,5–1,8 % Ni и 0,5–2 % Co благодаря увеличению доли β -фазы, однородности микроструктуры и диффузионной способности сплавов приводит к улучшению сверхпластичности: увеличению показателя скоростной чувствительности m с 0,35–0,40 до 0,50–0,65, снижению напряжения течения в 1,5–3 раза, а также росту относительного удлинения с 200–350 до 500–1000 %.

3. Легирование элементами с высокой скоростью диффузии (Fe, Ni и Co) способствует усилению динамического роста зерен во время сверхпластической деформации, усиливающегося при увеличении содержания элементов и повышении

температуры, однако обеспечивает стабильное сверхпластическое течение вследствие облегчения зернограницного скольжения.

4. Легирование сплава Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B 0,5–2 % Fe, 0,5–0,9 % Ni и 0,52 % Co способствует росту механических свойств при комнатной температуре после сверхпластической деформации: увеличению предела текучести с 740 МПа до 790–1020 МПа, предела прочности с 865 МПа до 875–1055 МПа при небольшом снижении пластичности на 1–2 %.

5. В результате предложены наиболее перспективные с точки зрения сочетания высоких показателей сверхпластичности при пониженных температурах и механических свойств при комнатной температуре составы сплавов Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-2Fe, Ti-4Al-3Mo-V-0,1B-0,9Ni и Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B-2Co, обеспечивающие высокие показатели сверхпластичности при пониженных температурах 625–775 °С в сочетании с высокими механическими свойствами при комнатной температуре после сверхпластической деформации.

Глава 6. Влияние содержания молибдена на микроструктуру и показатели сверхпластичности сплавов Ti-4Al-(1-5)Mo-1V-0,1B-1Ni-1Fe

Составы сплавов данной группы были выбраны с целью изучения влияния объемной доли β -фазы за счет увеличения концентрации медленно-диффундирующего изоморфного β -стабилизатора молибдена от 1 до 5 % в сплавах Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe на показатели сверхпластичности. Согласно исследованиям из главы 5 легирование элементами с высокими коэффициентами диффузии в β -Ti обеспечивает эффективное снижение температуры сверхпластической деформации, поэтому сплавы легировали Fe и Ni, как менее дефицитными элементами по сравнению с Co.

6.1 Определение химического и фазового состава

Составы сплавов группы Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe представлены в разделе 2.1.2 (таблица 2.6) и имеют следующие обозначения: 1Mo, 2,5Mo и 5Mo. Анализ политермического разреза фазовой диаграммы Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe и ДСК-кривых, полученных в результате нагрева и последующего охлаждения с температуры 1000 °C, показал, что значения β -трансуса снижаются с 898 °C до 847 °C (рис.6.1а) и с 898 °C до 852 °C (рис.6.1б) при увеличении концентрации Mo с 1 % до 5 %.

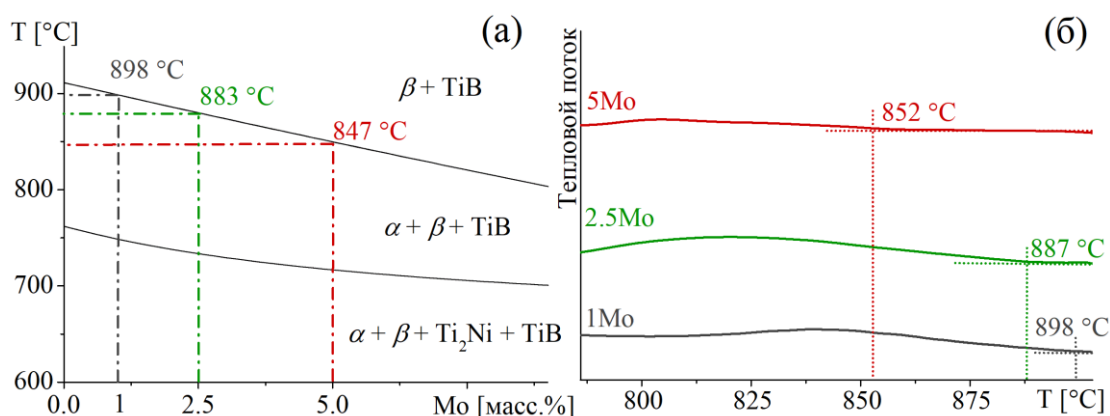


Рисунок 6.1 – Политермическое сечение фазовой диаграммы Ti-4Al -1V-0,1B-1Ni-1Fe-xMo («Thermo-Calc») (а) и зависимости теплового потока от температуры по результатам ДТА (б)

Согласно политермическому сечению при температурах 720–760 °C исследуемые сплавы содержат фазу Ti_2Ni , помимо α -, β -фаз и фазы TiB. Стоит отметить, что температура образования интерметаллидной фазы Ti_2Ni снижается с 752 до 715 °C при увеличении

концентрации Мо от 1 до 5 %. Так как наличие повышенной доли Ti_2Ni нежелательно при сверхпластической деформации, повышенное содержание молибдена может благоприятно сказаться на свойствах, в том числе за счет снижения температуры распада β -фазы с образованием интерметаллидной фазы (рис.6.1а).

6.2 Размер зерна и объемная доля α - и β -фаз после термомеханической обработки и отжига

После горячей прокатки при температуре двухфазной области (750 ± 10 °С) сплавы группы $Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-Ni-Fe$ имели частично-рекристаллизованную структуру в направлении оси деформации (рис.6.2а-в). С увеличением содержания Мо от 1 до 5 % средний размер зерен β -фазы, измеренный вдоль оси прокатки ($L_{\parallel}$), увеличился в два раза с $0,7 \pm 0,1$ до $1,4 \pm 0,1$ мкм (таблица 6.1), в то время как поперечный размер зерен β -фазы оставался стабильным и составлял 0,4–0,5 мкм. Средний размер зерен α -фазы претерпевал аналогичные изменения, и увеличивался с $1,0 \pm 0,1$ до $1,5 \pm 0,1$ мкм в продольном направлении, и составлял 0,4–0,8 мкм в поперечном. Увеличение концентрации Мо способствовало формированию более нерекристаллизованной вытянутой вдоль направления прокатки структуры, что подтверждает рассчитанный коэффициент формы зерен ($L_{\perp}/L_{\parallel}$) для обеих фаз, значения которого снижались с 0,8 до 0,3 для α -фазы и с 0,7 до 0,3 мкм для β -фазы.

Таблица 6.1 – Средний размер зерен фаз α - и β -фаз в направлении, параллельном ($L_{\parallel}$) и перпендикулярном ($L_{\perp}$) направлению горячей прокатки при температуре 750 °С

Сплав	α -фаза [мкм]			β -фаза [мкм]		
	$L_{\parallel}$	$L_{\perp}$	$L_{\perp}/L_{\parallel}$	$L_{\parallel}$	$L_{\perp}$	$L_{\perp}/L_{\parallel}$
1Мо	$1,0 \pm 0,1$	$0,8 \pm 0,1$	0,8	$0,7 \pm 0,1$	$0,5 \pm 0,2$	0,7
2,5Мо	$1,4 \pm 0,2$	$0,5 \pm 0,1$	0,4	$1,0 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	0,4
5Мо	$1,5 \pm 0,1$	$0,4 \pm 0,1$	0,3	$1,4 \pm 0,2$	$0,5 \pm 0,1$	0,3

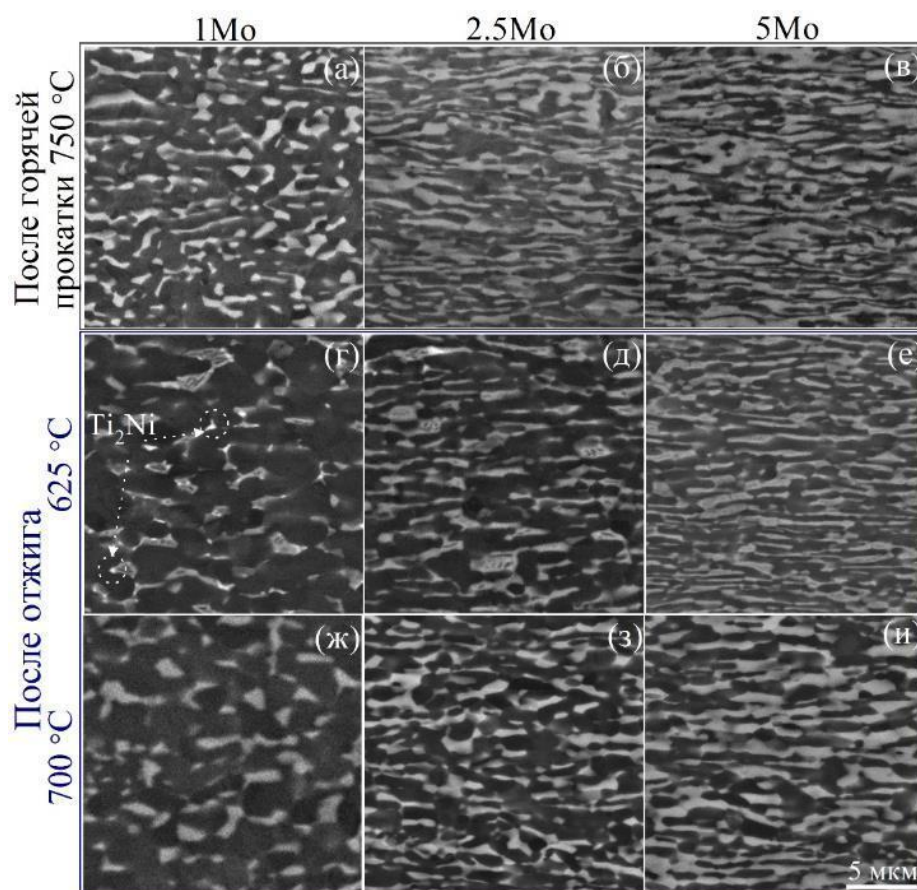


Рисунок 6.2 – Микроструктура после горячей прокатки при 750 °C (а-в) и после отжига в течение 30 минут при температурах 625 °C (г-е) и 700 °C (ж-и) сплавов 1Mo (а,г,ж), 2,5Mo (б,д,з) и 5Mo (в,е,и)

Анализ параметров микроструктуры сплавов Ti-4Al-(1-5)Mo-1V-0,1B-1Ni-1Fe проводили после отжига в вакууме в интервале температур 625–850 °C в течение 30 минут с последующим охлаждением в воде. Теоретические значения объемной доли β -фазы, полученные путем расчетов в программе «*Thermo-Calc*», обозначенные пунктирной линией на рисунке 6.3а, оказались близки к экспериментальным значениям, которые были получены количественным анализом микроструктур после отжигов в исследуемом интервале температур (сплошные линии). Повышение температуры отжига с 625 до 850 °C и увеличение концентрации Mo от 1 до 5 % привело к последовательному росту объемной доли β -фазы и росту зерен обеих фаз (рис.6.3). Формирование структуры с равной объемной долей α - и β -фаз обеспечивается в диапазоне температур 725–800 °C, нижняя граница которого соответствует сплаву с максимальной концентрацией молибдена (5 %) (рис.6.3а). При повышении температуры отжига и концентрации Mo наблюдали увеличение среднего размера зерен с $0,5 \pm 0,2$ до $2,7 \pm 0,1$ мкм для β -фазы и с $1,1 \pm 0,1$ до $2,0 \pm 0,3$ мкм для α -фазы (рис.6.3б,в). В сплавах с повышенным содержанием молибдена вытянутость зерен в направлении прокатки сохранялась и после отжига (рис.6.2е,и). Также в сплаве с минимальной концентрацией молибдена (1 %) после отжига при температуре 625 °C было

отмечено образование частиц интерметаллидной фазы богатой никелем, объемная доля которой составила $1,6 \pm 0,1$ % (рис.6.2г).

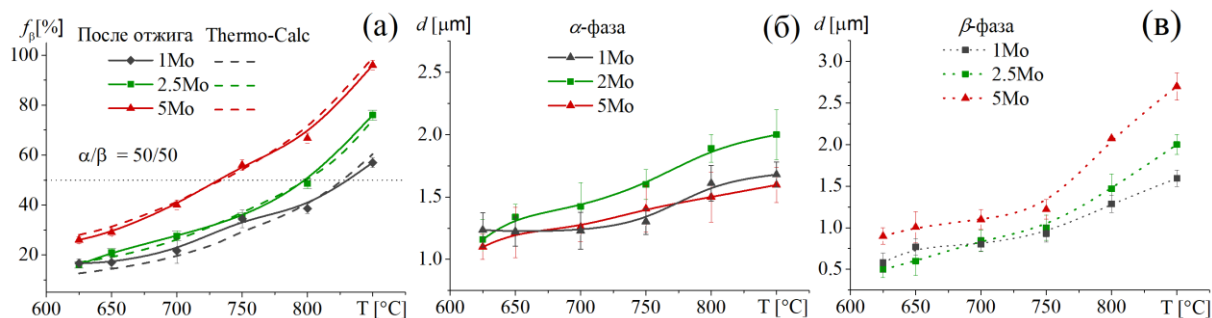


Рисунок 6.3 – Зависимости объемной доли β -фазы (а) и среднего размера зерен α - и β -фаз (б,в) от температуры отжига в интервале температур 625–850 °C

6.3 Определение показателей сверхпластичности

Согласно результатам испытаний на одноосное растяжение при температурах 625, 700 и 775 °C с пошаговым понижением скорости деформации сплавы 1Mo, 2,5Mo и 5Mo демонстрировали максимальные значения показателя скоростной чувствительности m от 0,55 до 0,65 (сплошные линии на рис.6.4а-в) и линейную зависимость напряжения течения от скорости деформации (пунктирные линии на рис.6.4а-в) при температуре 775 °C при скоростях от 5×10^{-4} до $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. В данном скоростном диапазоне исследуемые сплавы сохраняли достаточно высокие значения m и при снижении температуры сверхпластической деформации до 700 и 625 °C составили от 0,5 до 0,55 при 700 °C и от 0,45 до 0,5 при 625 °C (рис.6.4а-б). Таким образом, по результатам испытаний с пошаговым снижением скорости при температурах 625, 700, 775 °C, была выбрана скорость сверхпластической деформации, соответствующая максимальным значениям m при 700-775 °C и удовлетворительным значениям m при 625 °C, которая составила $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$. На рисунке 6.4г-е представлены кривые деформации исследуемых сплавов, полученные в результате одноосного растяжения с постоянной скоростью деформации $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температурах 625-775 °C. Зависимость показателя m от степени деформации в исследуемом интервале температур, полученная по результатам растяжения с ступенчатым изменением скорости на 20 % каждые 0,1 истинной деформации, представлена на рисунке 6.4ж-и. В процессе сверхпластической деформации при температурах 700 и 775 °C значения m сплавов 1Mo, 2,5Mo и 5Mo увеличивались с 0,53–0,62 до 0,64–0,69 при увеличении деформации от 0 до 0,7, а затем постепенно снижались до 0,36–0,42 при росте деформации до 2,4. Более существенное различие в характере кривых m - ϵ наблюдалось при температуре

625 °С. В этом случае значения m увеличились с 0,30–0,36 до 0,40–0,46 при сверхпластической деформации до 0,7 и затем резко уменьшились с 0,34 и 0,30 при увеличении деформации 1,4 и 1,8 для сплавов 1Мо и 2,5Мо, соответственно. Для сплава с 5 % Мо коэффициент m сохранял максимальные значения, которые увеличивались с 0,40 до 0,52 с ростом деформации до 1,2, и затем уменьшались до 0,41 при деформации 2,1.

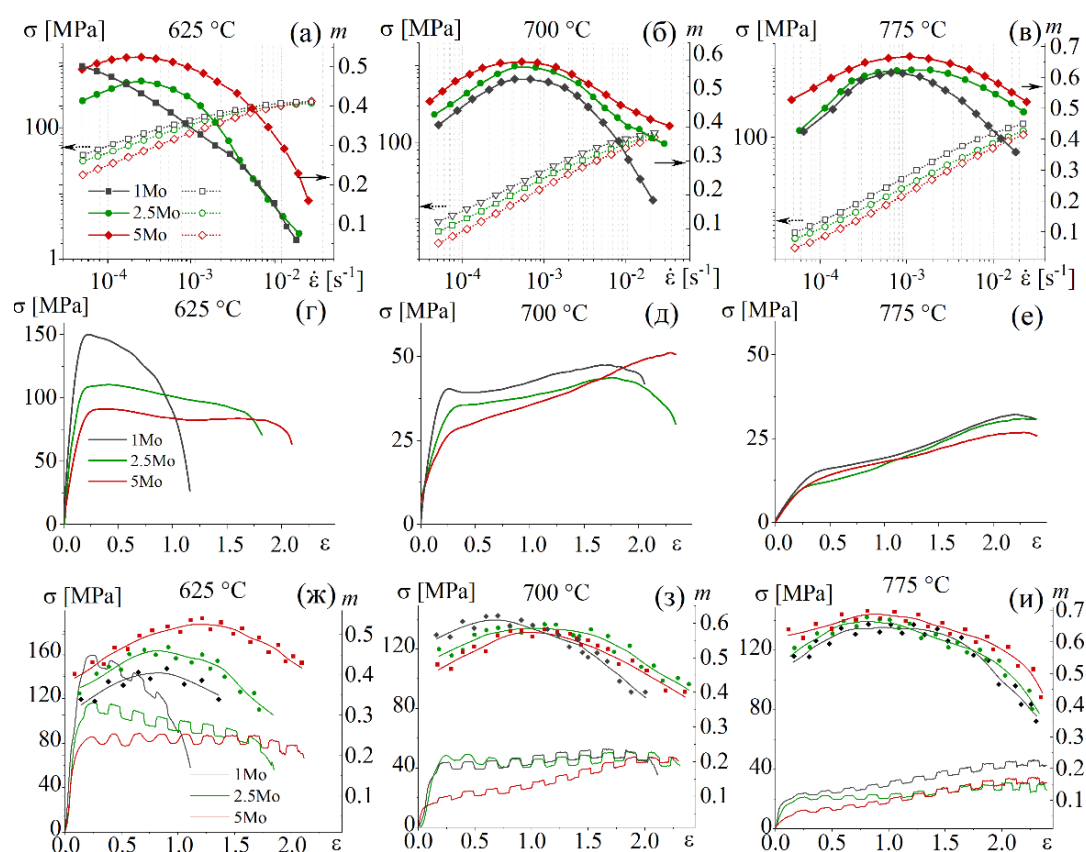


Рисунок 6.4 – Зависимости напряжения течения (пунктирные линии) и показателя скоростной чувствительности m (сплошные линии) от скорости деформации (а-в); кривые деформации (д-е), полученные в результате одноосного растяжения с постоянной скоростью 1×10^{-3} с⁻¹, кривые деформации и зависимость показателя m от степени деформации (ж-и) по результатам испытаний со скачковым изменением скорости на 20 % каждые 0,1 истинной деформации в интервале температур 625–775 °С

На рисунке 6.5 представлены сводные результаты зависимости относительного удлинения до разрушения от температуры испытания и от концентрации Мо, а также фотографии образцов сплавов 1Мо, 2,5Мо и 5Мо, деформированных со скоростью 1×10^{-3} с⁻¹ при температурах 625, 700 и 775 °С. Экспериментальные сплавы демонстрировали схожее сверхпластическое поведение (рис.6.4е) и максимальные удлинения до 990–1000 % (рис.6.5а) в процессе сверхпластической деформации при температуре 775 °С. Различия в сверхпластическом поведении сплавов с разным содержанием Мо наблюдались при

снижении температуры деформации до 700 и 625 °С. Так, при температуре 700 °С сплавы 2,5Мо и 5Мо демонстрировали равномерную сверхпластическую деформацию до 860 %. В то время как для сплава с 1 % Мо снижение температуры сверхпластической деформации до 700 °С привело к снижению относительного удлинения до 630 %. Наиболее существенное различие в деформационном поведении и значениях максимального относительного удлинения наблюдали при снижении температуры сверхпластической деформации до 625 °С. При температуре 625 °С сплавы 2,5 и 5Мо деформировались с разупрочнением до разрушения при 450 и 700 %, соответственно. Наибольшее разупрочнение наблюдалось для сплава с 1 % Мо, которое привело к неравномерной деформации и образованию шейки уже при 0,5 деформации (рис.6.4ж) и быстрому разрушению образца при удлинении 200 %(рис.6.5а). Таким образом, сплав с максимальной концентрацией Мо проявлял наиболее высокие показатели сверхпластичности при минимальной температуре деформации 625 °С, что связано с высокой долей β -фазы при этой температуре (28 %). Показано, что наилучшие показатели сверхпластичности сплавов соответствуют микроструктуре с объемной долей β -фазы от 20 до 60 %, в этом случае сплавы с 1–5 % Мо достигают высоких относительных удлинений до 900 % при высоком коэффициенте скоростной чувствительности m 0,6–0,65 (рис.6.6). Так, сплав с 2,5% Мо демонстрировал достаточно хорошие показатели сверхпластичности при температуре 625 °С при объемной доле β -фазы около 20 %. В то время как снижение концентрации Мо до 1 % обеспечивало снижение доли β -фазы до 17 %, которая являлась критической с точки зрения сверхпластичности. Таким образом, сплавы, содержащие более 20 % β -фазы демонстрировали удлинения более 400 % (рис.6.6б) и m около 0,5 (рис.6.6б).

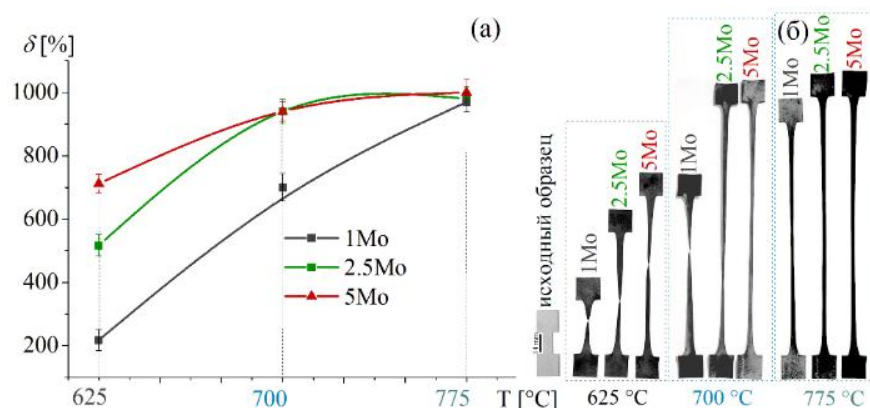


Рисунок 6.5 – Температурная зависимость относительного удлинения (δ) (а) и внешний вид образцов (б) сплавов 1–5Мо после сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в интервале температур 625–775 °С

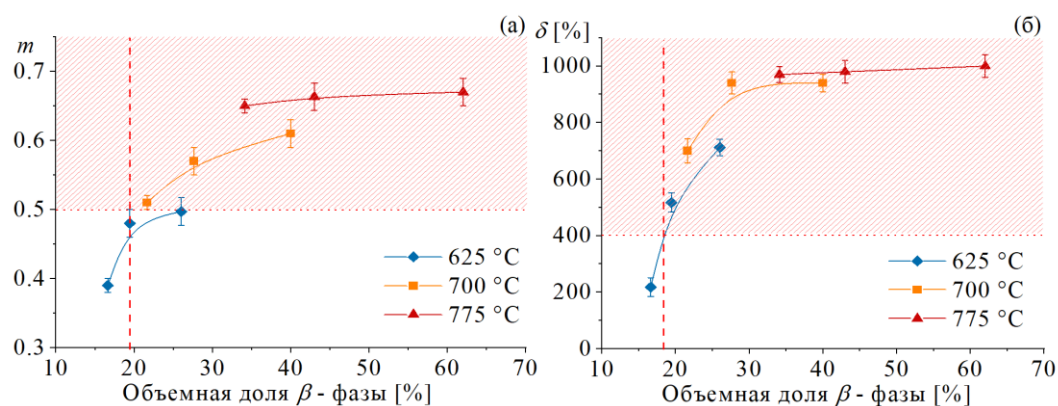


Рисунок 6.6— Зависимости показателя скоростной чувствительности m (а) и относительного удлинения δ (б) от объемной доли β -фазы

6.4 Анализ эволюции микроструктуры в процессе сверхпластической деформации

С целью установления влияния концентрации Мо на параметры микроструктуры после сверхпластической деформации, была проанализирована микроструктура образцов после разрушения при температурах 625, 700 и 775 °C (рис.6.7). Показано, что средний размер зерен α - и β -фаз слабо зависел от концентрации Мо и увеличивался при повышении температуры сверхпластической деформации с 625 до 775 °C (табл. 6.3). При повышении температуры деформации средний размер зерен α -фазы увеличился с $0,9 \pm 0,1$ до $3,0 \pm 0,2$ мкм и β -фазы с $0,5 \pm 0,1$ до $2,9 \pm 0,2$ мкм (таблица 6.3). На полученных СЭМ-микроструктурах сплава 1Мо после сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при пониженных температурах 625 °C и 700 °C образовывалась фаза Ti_2Ni (рис.6.7а,г), которая также была выявлена после отжига при 625 °C в течение 30 минут (рис.6.2г).

Для определения стабильности микроструктуры в процессе сверхпластической деформации и отжига в исследуемом интервале температур были рассчитаны коэффициенты скорости статического (K_s) и динамического (K_d) роста зерен для α - и β -фаз (таблица 6.4). Сверхпластическая деформация и отжиг при температурах 625 и 700 °C не сопровождалась сильным динамическим и статическим ростом зерен обеих фаз: K_s находился в диапазоне 0,2–1,4 мкм/ч для α -фазы и 0,3–0,7 мкм/ч для β -фазы, K_d составлял 0,4–3,9 мкм/ч для α -фазы и 0,1–3,6 мкм/ч для β -фазы. Повышение температуры деформации до 775 °C приводило к более интенсивному росту зерен при деформации, $K_{d\alpha}$ увеличился до 17–36 мкм/ч, $K_{d\beta}$ до 14–28 мкм/ч, в то время как статический коэффициент оставался стабильным: $K_{s\alpha}$ составлял 5,5–6 мкм/ч, а $K_{s\beta}$ 1,1–2,4 мкм/ч. Также было показано, что сверхпластическая деформация сплавов 1–5Мо приводила к формированию

микроструктуры с неправильной формой β -фазы с «усоподобными» отростками, которые являются результатом высокой диффузионной способности сплавов и свидетельствуют об аккомодации зернограничного скольжения по механизму диффузионной ползучести [42], [141]–[143]. Формирование аналогичных образований было также отмечено в сплаве Ti-Al-V [42], [144].

Таблица 6.3 – Параметры микроструктуры сплавов 1–5Mo: средний размер зерен (d) α - и β -фаз и объемная доля (V_f) β -фазы после сверхпластической деформации при температурах 625–775 °C

Сплав	625 °C				700 °C					775 °C		
	ε	d_α [мкм]	d_β [мкм]	$V_{f\beta}$ [%]	ε	d_α [мкм]	d_β [мкм]	$V_{f\beta}$ [%]		ε	d_α [мкм]	d_β [мкм]
1Mo	1,2	0,9 ± 0,1	0,5 ± 0,1	16	2,0	1,6 ± 0,1	1,3 ± 0,2	25	2,4	2,9 ± 0,2	2,2 ± 0,1	36
2,5Mo	1,9	0,9 ± 0,2	0,6 ± 0,1	27	2,3	1,6 ± 0,2	1,4 ± 0,1	32	2,4	3,0 ± 0,2	2,9 ± 0,2	49
5Mo	2,1	1,0 ± 0,1	0,6 ± 0,2	29	2,4	1,7 ± 0,2	1,4 ± 0,1	36	2,4	2,4 ± 0,1	2,8 ± 0,2	53

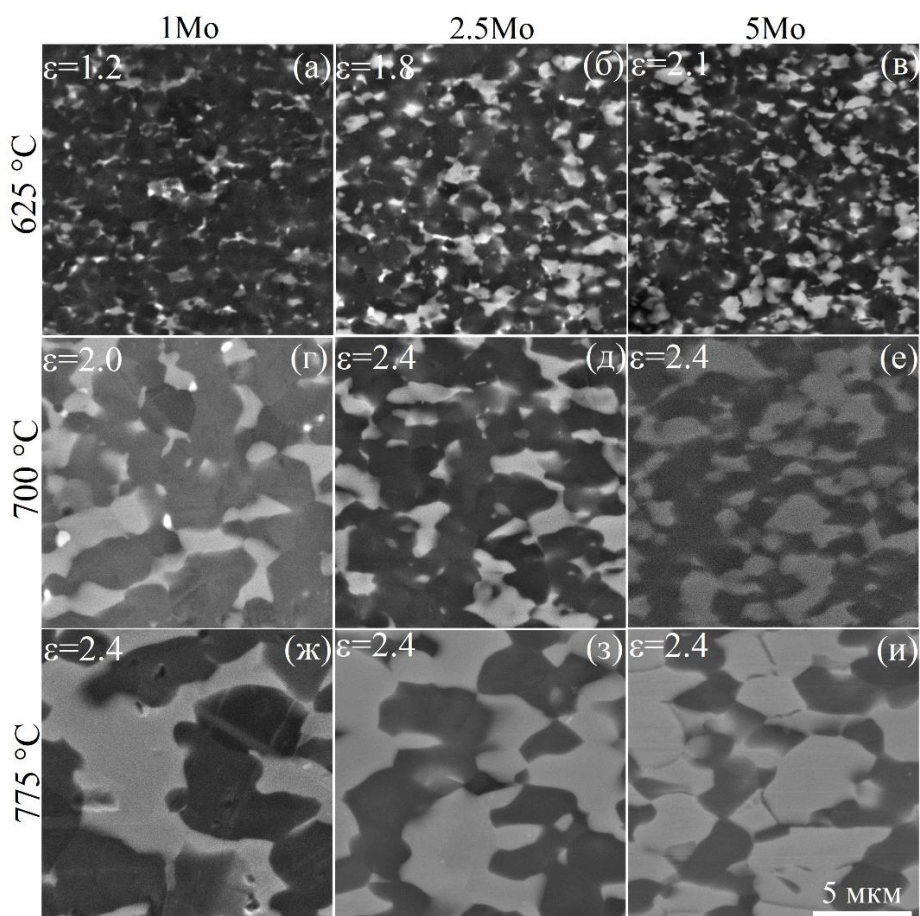


Рисунок 6.7 – Микроструктура сплавов 1–5Mo после сверхпластической деформации при температурах 625 °C (а-в), 700 °C (г-е) и 775 °C (ж-и) со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ c}^{-1}$

Таблица 6.4 – Статические (K_s) и динамические (K_d) коэффициенты скорости роста α - и β -фаз в процессе сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ в интервале температур 625–775 °С

T=625 °С						
Сплав	K_α	Ks_α	Kd_α	K_β	Ks_β	Kd_β
1Мо	1,8	1,3	0,6	0,7	0,6	0,1
2,5Мо	1,8	1,4	0,4	0,8	0,7	0,1
5Мо	1,9	1,4	0,5	0,7	0,6	0,2
T=700 °С						
1Мо	4,4	0,5	3,9	4,3	0,6	3,6
2,5Мо	3,4	0,2	3,2	2,0	0,3	2,1
5Мо	4,1	0,6	3,5	1,3	0,5	0,8
T=775 °С						
1Мо	35	6,0	29	15	1,1	14
2,5Мо	28	5,0	36	30	2,4	28
5Мо	16	5,5	17	30	1,8	28

До и после сверхпластической деформации не было существенных различий в размере зерен сплавов в зависимости от концентрации Мо. Однако деформационное поведение сплавов значительно отличалось, особенно при температуре 625 °С: наибольшее отличие в сверхпластическом поведении наблюдалось в сплавах с 1 и 5 %Мо (рис.6.4г). В связи с этим, был проведен EBSD-анализ микроструктуры этих сплавов до (после отжига при температуре деформации) и после сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 625 °С (рис.6.8 и рис.6.9). Полученные EBSD-карты ориентации зерен с малоугловыми (белого цвета) и высокоугловыми (черного цвета) границами зерен и распределение углов разориентировки зерен для сплавов 1Мо и 5Мо представлены на рисунках 6.8а,д и 6.9а,д, соответственно. Для сплавов до и после деформации были построены карты локальных средних разориентировок (LCP-Kernel Average Misorientation (КАМ)). Полученные параметры зеренной структуры представлены в таблице 6.5, согласно которым перед началом сверхпластической деформации в сплавах формируется схожая микроструктура с близкой долей малоугловых границ: 36 % для сплава 1Мо и 39 % для сплава 5Мо. Средний размер зерен сплавов 1Мо и 5Мо после отжига при температуре 625 °С составил от $0,7 \pm 0,1$ до $1,0 \pm 0,1$ мкм для α -фазы и от $0,6 \pm 0,1$ до $0,9 \pm 0,1$ мкм для β -фазы. Увеличение деформации сопровождалось динамической рекристаллизацией, что связано со снижением доли малоугловых границ зерен до 10 % для сплава с 1 % Мо и до 12 % для сплава с 5 % Мо и, соответственно, повышением доли ВУГ. Для определения разориентации зерен в процессе сверхпластической деформации были построены полюсные фигуры (рис.6.8б,е и рис.6.9б,е), согласно которым до деформации в сплавах формировалась острая текстура с ориентацией зерен к направлению $\langle 001 \rangle$. При

увеличении деформации до 1,1 текстура сплавов 1Мо и 5Мо размывается в связи с увеличением разориентации зерен. Следовательно, в процессе сверхпластической деформации формировалась мелкозернистая микроструктура с большой долей высокоугловых границ, необходимая для обеспечения ЗГС при пониженной температуре (625 °С). Это также подтверждается снижением значений ЛСР (КАМ) с 0,67 до 0,58 для сплава 1Мо (рис.6.7г,з) и с 0,65 до 0,46 для сплава 5Мо (рис.6.9г,з).

Таблица 6.5 – Параметры микроструктуры сплавов 1Мо и 5Мо до и после сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при температуре 625 °С

Параметры микроструктуры	1Мо, $\varepsilon = 0$	1Мо, $\varepsilon = 1,1$	5Мо, $\varepsilon = 0$	5Мо, $\varepsilon = 2,2$
d_α , мкм	$1,0 \pm 0,1$	$0,9 \pm 0,1$	$0,7 \pm 0,1$	$1,0 \pm 0,1$
d_β , мкм	$0,8 \pm 0,1$	$0,8 \pm 0,1$	$0,6 \pm 0,1$	$0,9 \pm 0,1$
Доля МУГ/ВУГ, %	36 / 64	10 / 90	39 / 61	12 / 88
Доля рекрист. зерен α/β фаз, %	48	67	39	87
Доля субзерен α/β фаз, %	49	31	55	12
Доля нерекрист. зерен α/β фаз, %	3	2	6	1
КАМ [°]	0,67	0,58	0,65	0,46

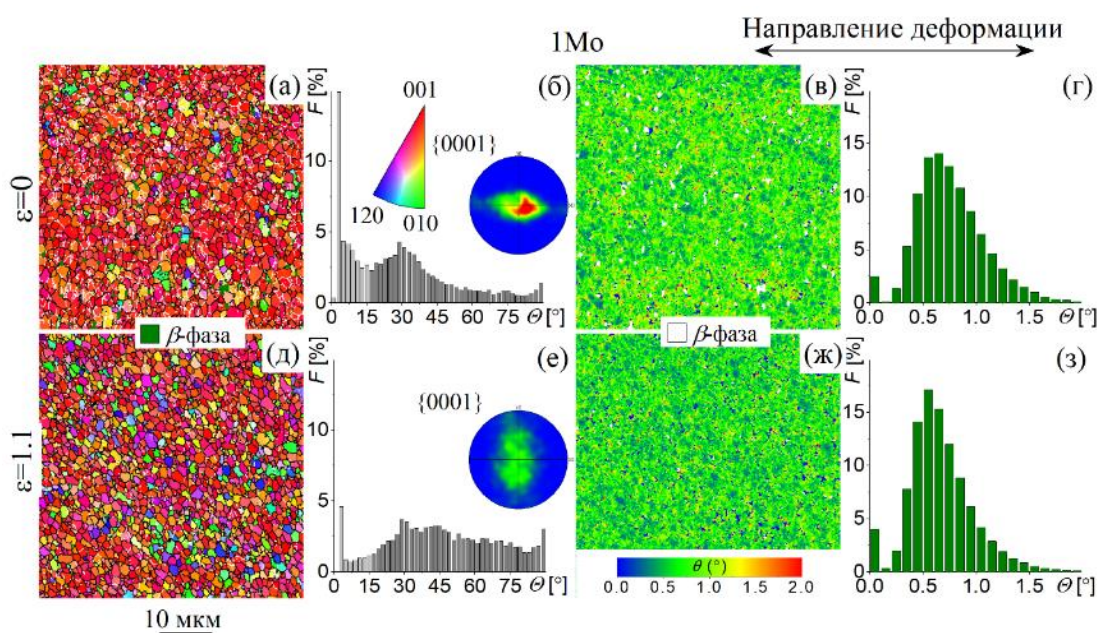


Рисунок 6.8 – EBSD-карты ориентации зерен (а,д), распределение границ по углам разориентировки зерен (б,е), КАМ-карты (в,ж) и распределение локальной разориентировки α -фазы для сплава 1Мо после отжига в течение 30 минут и после сверхпластической деформации до 1,1 при температуре 625 °С

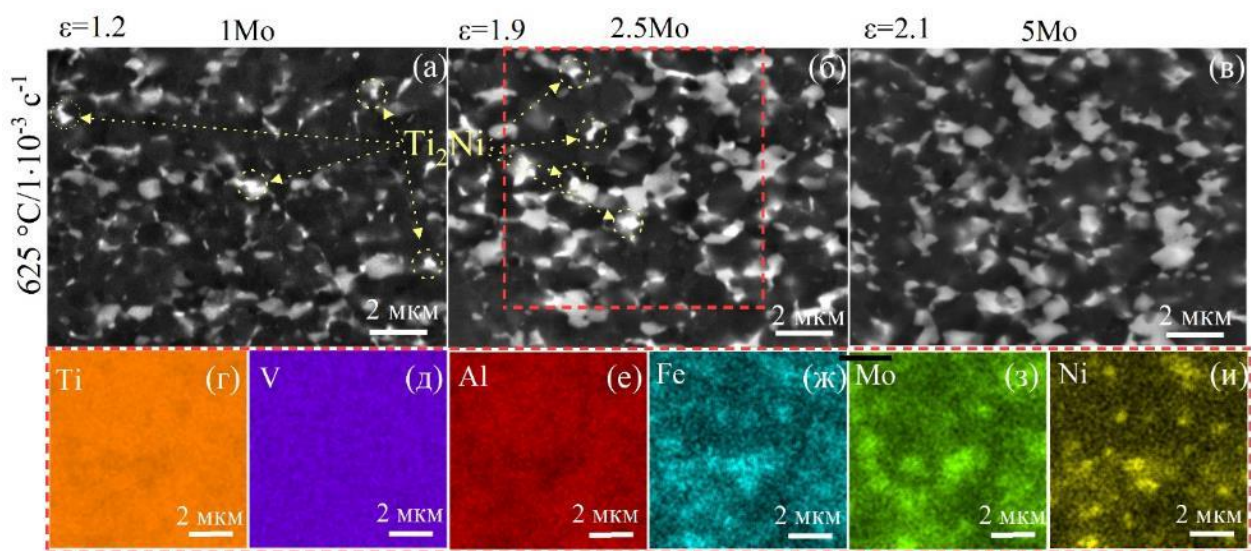


Рисунок 6.10 – Микроструктуры сплавов 1Mo (а), 2,5Mo (б) и 5Mo (в); ЭДС-карты распределения элементов для Ti (г), V (д), Al (е), Fe (ж), Mo (з), Ni (и), соответствующие области, выделенной красной пунктирной линией в сплаве 2,5Mo после сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при 625 °C

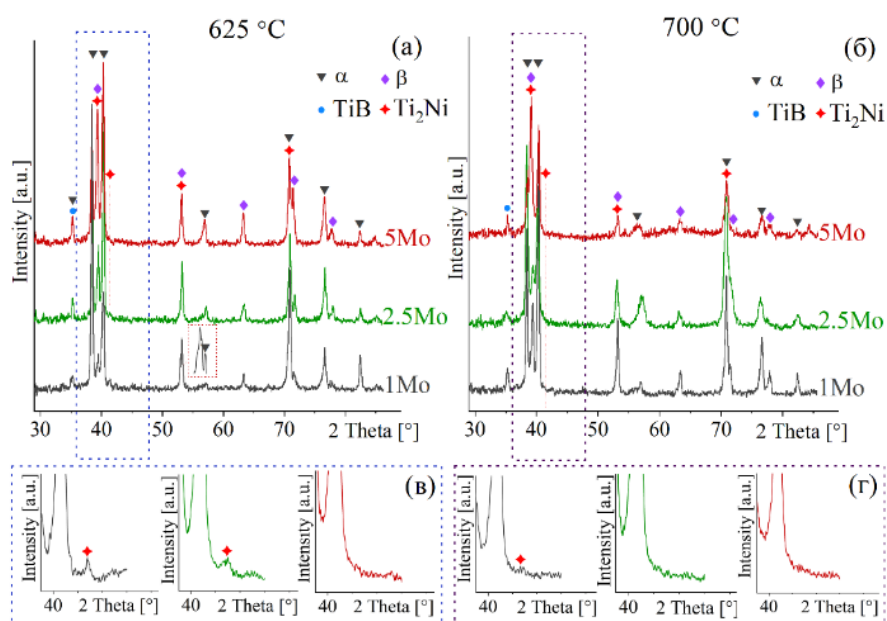


Рисунок 6.11 – РФА-анализ сплавов 1–5Mo после сверхпластической деформации со скоростью $1 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ при 625 °C (а,в) и 700 °C (б,г) в диапазоне углов 2θ 30-90° (а,б) и 39-48° (в,г)

6.5 Механические свойства после сверхпластической деформации

Механические свойства при комнатной температуре сплавов группы Ti-4Al-xMo-1V-0.1B-1Ni-1Fe (предел прочности σ_b , предел текучести $\sigma_{0.2}$ и относительное удлинение δ) определяли на образцах, подвергнутых предварительной деформации до 100 % (0,69) при температуре 775 °C и охлажденных на воздухе. Было показано, что

увеличение концентрации Мо обеспечило повышение характеристик прочности более чем на 150 МПа: предел текучести увеличился с 790 ± 6 до 965 ± 9 МПа, а предел прочности с 820 ± 7 до 970 ± 10 МПа. При увеличении Мо от 1 до 5 % также наблюдалось увеличение относительного удлинения от $5,1 \pm 0,7$ до $7,7 \pm 0,7$ % (таблица 6.5). Механические свойства сплава 1Мо были определены также после сверхпластической деформации при более низкой температуре - 625°C . Значения прочностных характеристик и δ снижались незначительно несмотря на присутствие хрупкой фазы Ti_2Ni .

Таблица 6.5 – Механические свойства (предел прочности σ_b , предел текучести $\sigma_{0.2}$ и относительное удлинение δ), полученные при комнатной температуре на предварительно деформированных на 0,69 образцах сплавов Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe

Сплав	Температура СПД [$^\circ\text{C}$]	$\sigma_{0.2}$ [МПа]	σ_b [МПа]	δ [%]
1Мо	625 $^\circ\text{C}$	705 ± 7	900 ± 9	$5,9 \pm 0,4$
		790 ± 6	820 ± 7	$5,1 \pm 0,7$
2,5Мо	775 $^\circ\text{C}$	910 ± 8	930 ± 6	$4,6 \pm 0,4$
5Мо		965 ± 9	970 ± 10	$7,7 \pm 0,7$

6.6 Энергия активации и диффузионные параметры сплавов группы Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe

Расчет эффективной энергии активации сплавов 1–5Мо проводили при 0,69 (100 % инженерной деформации) сверхпластической деформации по уравнению (7). В результате были получены следующие значения для сплавов 1Мо, 2,5Мо и 5Мо: 139 ± 9 , 141 ± 5 и 146 ± 7 кДж/моль, соответственно. Так как энергия активации зернограницной самодиффузии составляет 183 кДж/моль для $\alpha\text{-Ti}$ и 153 кДж/моль для $\beta\text{-Ti}$, то можно сделать вывод о том, что сверхпластическая деформация контролируется самодиффузией по границам зерен β -фазы. Для сплавов группы Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe были определены эффективные коэффициенты диффузии (D_{eff}) согласно уравнению Харта (8) с учетом объемной доли α - и β -фаз, зависящей от концентрации Мо в сплаве (от 1 до 5 %). Полученные значения эффективного коэффициента диффузии для α - и β -фазы, как и в случае других групп сплавов, исследованных в данной работе, отличались на порядок в пользу β -фазы, что подтверждает ее доминирующее влияние на диффузионные механизмы сверхпластической деформации. Согласно табл.6.6 значения D_{eff} последовательно увеличивались при повышении температуры от 625 до 775 $^\circ\text{C}$ и немного снижались при увеличении концентрации Мо от 1 до 5 % по причине его низкой скорости диффузии в титане. В качестве сравнения в таблице приведены значения эффективного коэффициента диффузии для сплава ВТ14 при температурах 775 и 875 $^\circ\text{C}$, обеспечивающих необходимую

для высоких показателей сверхпластичности объемную долю β -фазы от 20 до 50 %. При температуре 775 °С значения $D_{eff(\alpha)}$ и $D_{eff(\beta)}$ для сплавов группы Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe составили от $1,42 \times 10^{-11}$ до $1,96 \times 10^{-11}$ см²/с и от $2,85 \times 10^{-10}$ до $4,03 \times 10^{-10}$ см²/с, соответственно. Рассчитанное значение D_{eff} для сплава BT14 для β -фазы при 775 °С оказалось в 1,5–2,2 раза ниже и составило $1,87 \times 10^{-10}$ см²/с (табл.6.6). Это различие было обусловлено присутствием высокодиффузионных Fe (1 %) и Ni (1 %), которые значительно увеличивают диффузионную способность при низких температурах. Для установления влияния диффузионного параметра с учетом объемной доли как α -, так и β -фаз на показатели сверхпластичности были построены зависимости, представленные на рисунке 6.12. Было показано, что увеличение суммарного значения диффузионного параметра $\sum f_i \times D_{(i)}$ от $\sim 0,5 \times 10^{-10}$ см²/с до $\sim 10^{-10}$ см²/с значительно повышает показатели сверхпластичности: показатель m возрастает с 0,4 до 0,6 (рис.6.12а) и относительное удлинение δ увеличивается от 200 до 850 % (рис.6.12б). Дальнейшее же повышение диффузионного параметра до $3,5 \times 10^{-10}$ см²/с незначительно влияет на показатели сверхпластичности.

Таблица 6.6 – Эффективный коэффициент диффузии (D_{eff}) α - и β -фаз сплавов Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe в интервале температур 625–875 °С

Сплав	T [°C]							
	625 °C		700 °C		775 °C		875 °C	
	D_{eff} [cm ² /c]							
	$D_{eff}(\alpha)$ × 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)$ × 10 ⁻¹⁰	$D_{eff}(\alpha)$ × 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)$ × 10 ⁻¹⁰	$D_{eff}(\alpha)$ × 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)$ × 10 ⁻¹⁰	$D_{eff}(\alpha)$ × 10 ⁻¹¹	$D_{eff}(\beta)$ × 10 ⁻¹⁰
1Mo	0,16	0,70	0,91	1,62	1,96	4,03	-	-
2,5Mo	0,14	0,67	0,85	1,55	1,52	3,29	-	-
5Mo	0,13	0,63	0,70	1,44	1,42	2,85	-	-
BT14	-	-	-	-	0,87	1,87	7.03	5.00

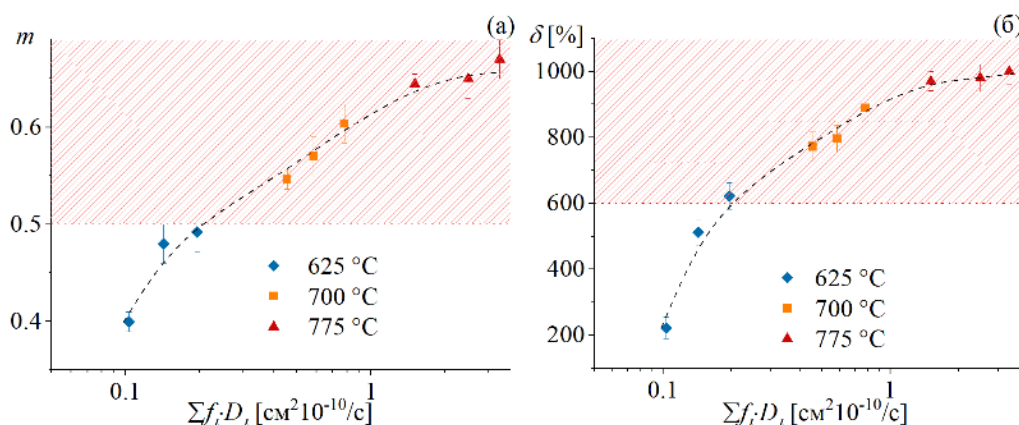


Рисунок 6.12 – Зависимости показателя скоростной чувствительности m (а) и относительного удлинения (δ) (б) от диффузионного параметра $\sum f_i \times D_{eff(i)}$

Выводы по главе 6

1. Показано, что содержание 1–5 % Мо в сплавах Ti-4Al-xMo-1V-0,1B-1Ni-1Fe обеспечивает высокие значения показателя скоростной чувствительности m 0,5–0,65 и относительного удлинения 700–1000 % при температурах 700–775 °C за счет формирования стабильной мелкозернистой структуры с высокой объемной долей диффузионной β -фазы (22–62 %).

2. Установлено, что содержание Мо оказывает сильное влияние на низкотемпературную сверхпластическую деформацию при 625 °C. Увеличение содержания Мо с 1 до 5 % обеспечивает увеличение показателя m с 0,38 до 0,50, двухкратное снижение напряжения течения и увеличение относительного удлинения с 200 до 700 %. При этом, несверхпластичное поведение сплава с 1 % Мо связано с недостаточной объемной долей высокодиффузионной и пластичной β -фазы (менее 20 %).

3. Показано, что легирование 1 % Fe и 1 % Ni, которые обладают высоким коэффициентом диффузии в титане, может способствовать динамическому росту зерен в процессе сверхпластической деформации при 775 °C. В то время как увеличение концентрации Мо, обладающего низкой диффузионной способностью от 1 до 5 %, приводит к снижению динамического роста зерен.

4. Увеличение содержания Мо с 1 до 5 % также способствует повышению характеристик прочности и пластичности при комнатной температуре: предела текучести с 790 ± 6 до 965 ± 9 МПа, предела прочности с 820 ± 7 до 970 ± 10 МПа и относительного удлинения до разрушения с $5,1 \pm 0,7$ до $7,7 \pm 0,7$ %.

5. Предложен состав сплава Ti-4Al-5Mo-1V-1Ni-1Fe-0,1B, обеспечивающий высокие показатели сверхпластичности при низких температурах 625–775 °C, а также высокие механические свойства при комнатной температуре.

Выводы по работе

1. По результатам исследования сплавов с полной заменой 3 % Мо и частичной 1 % Мо на β -стабилизаторы с высоким коэффициентом диффузии в сплаве Ti-4Al-3Mo-1V в количестве, обеспечивающем близкую температуру β -трансуса, показано:

а) Замена Мо на Fe, Ni и Co способствует формированию более рекристаллизованной и глобулярной микроструктуры по сравнению со сплавом с 3 % Мо после термомеханической обработки и нагрева до температуры сверхпластической деформации, что проявляется в снижении напряжения и повышении равномерности течения на начальной стадии сверхпластической деформации, в особенности при снижении температуры деформации до 675–775 °C;

б) Полная замена 3 % Мо приводит к более сильному динамическому росту зерен при сверхпластической деформации, чем в сплавах с частичной заменой 1 % Мо, что привело к снижению относительного удлинения в сравнении с базовым сплавом Ti-4Al-3Mo-1V с 1000 % до 500–600 % в процессе сверхпластической деформации при температуре 875 °C, обеспечивающей соотношение α/β -фаз $\sim 50/50\%$;

в) Показано, что легирование быстро-диффундирующими (0,4 % Fe, 0,5 % Ni и 0,6 % Co) и медленно-диффундирующими (2 % Мо) элементами обеспечивает формирование однородной мелкозернистой и стабильной в процессе сверхпластической деформации микроструктуры и, как следствие, высокие показатели сверхпластичности в широком интервале температур 675–875 °C с высоким коэффициентом скоростной чувствительности m 0,5–0,6, относительным удлинением 400–800 % и в 1,5–2 раза более низким напряжением течения в сравнении со сплавом Ti-4Al-3Mo-1V, который не проявлял сверхпластичность при температурах ниже 775 °C.

г) Предложен диффузионный параметр, учитывающий коэффициенты диффузии легирующих элементов, их концентрацию, размеры зерен и объемные доли α - и β -фаз, определяющий показатели сверхпластичности сплавов, и показано, что интервал его оптимальных значений $(0,5–15) \times 10^{-10}$ см²/с обеспечивает $m > 0,5$ и относительное удлинение более 600 %.

2. В результате исследования сплавов с содержанием бора от 0,01 до 2 мас.%, показано, что малая добавка бора 0,01–0,1 масс. % способствует уменьшению среднего размера первичных зерен β -фазы в процессе кристаллизации сплава Ti-4Al-3Mo-1V, а также обеспечивает снижение напряжения течения на начальной стадии сверхпластической деформации, что связано с ускорением процессов рекристаллизации и сфероидизации в процессе термомеханической обработки и отжига в присутствии частиц фазы TiB.

Установлено, что введение 0,1 % В наиболее эффективно как с точки зрения обеспечения модифицирующего эффекта литой структуры, так и подготовки микроструктуры перед сверхпластической деформацией.

3. Показано, что легирование сплава Ti-4Al-3Mo-1V-0,1B добавками 0,5-2 % Fe, 0,5–1,8 % Ni и 0,5–2 % Co обеспечивает улучшение показателей сверхпластичности при низких температурах 625–775 °С за счет увеличения объемной доли высокодиффузионной и пластичной β -фазы и формирования глобулярной мелкозернистой структуры перед началом сверхпластической деформации. Легирование Fe, Ni и Co способствовало увеличению показателя скоростной чувствительности m с 0,35–0,40 до 0,50–0,65, снижению напряжения течения в 1,5–3 раза, а также росту относительного удлинения с 200–350 % до 500–1000 % в условиях пониженных температур и обеспечивало повышение механических свойств при комнатной температуре: предела текучести с 740 до 790–1020 МПа, предела прочности с 865 до 875–1055 МПа, при слабом уменьшении относительного удлинения на 1–2 %.

4. Установлено, что в сплавах Ti-4Al- x Mo-1V-1Fe-1Ni-0,1B содержание Mo оказывает сильное влияние на низкотемпературную сверхпластичность при пониженной температуре 625 °С, так как необходимо обеспечение минимальной объемной доли β -фазы не ниже критического значения 20 %. Так, увеличение концентрации Mo от 1 до 5 масс. % обеспечивало рост значений m с 0,38 до 0,5, снижение напряжения течения в два раза и увеличение относительного удлинения до разрушения с 200 до 700 %.

5. Предложен состав сплава Ti-4Al-5Mo-1V-1Ni-1Fe-0,1B, обеспечивающий хорошую комбинацию показателей сверхпластичности при низких температурах 625-775 °С в сочетании с высокими значениями предела текучести (965 ± 9 МПа), предела прочности (970 ± 10 МПа) и относительного удлинения ($7,7 \pm 0,7$ %) при комнатной температуре после сверхпластической деформации.

Список использованной литературы

- [1] T. G. Nieh, J. Wadsworth, and O. D. Sherby, *Superplasticity in Metals and Ceramics*. Cambridge University Press, 1997.
- [2] И. И. Новиков and В. К. Портной, “Сверхпластичность сплавов с ультрамелким зерном.” М. : Металлургия, 1981, p. 168, 1981.
- [3] T. G. Langdon, “The physics of superplastic deformation,” *Mater. Sci. Eng. A*, 1991, doi: 10.1016/0921-5093(91)90312-B.
- [4] A. J. Barnes, “Superplastic forming 40 years and still growing,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 22, no. 10, pp. 2935–2949, Oct. 2013, doi: 10.1007/s11665-013-0727-4.
- [5] R. C. Gifkins, “Grain-boundary sliding and its accommodation during creep and superplasticity,” *Metall. Trans. A*, vol. 7, no. 7, pp. 1225–1232, 1976, doi: 10.1007/BF02656607.
- [6] Y. G. Ko, C. S. Lee, D. H. Shin, and S. L. Semiatin, “Low-temperature superplasticity of ultra-fine-grained Ti-6Al-4V processed by equal-channel angular pressing,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, 2006, doi: 10.1007/s11661-006-0008-z.
- [7] P. N. Comley, “Lowering the heat - The development of reduced SPF temperature titanium alloys for aircraft production,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 447–448, pp. 233–238, 2004, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.447-448.233.
- [8] A. K. Ghosh and C. H. Hamilton, “Influences of material parameters and microstructure on superplastic forming,” *Metall. Trans. A*, vol. 13, no. 5, pp. 733–743, May 1982, doi: 10.1007/BF02642386.
- [9] O. A. Kaibyshev, *Superplasticity of Alloys, Intermetallides and Ceramics*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1992.
- [10] N. Ridley, “Metals for superplastic forming,” *Superplastic Forming of Advanced Metallic Materials: Methods and Applications*. Woodhead Publishing Limited, pp. 34–48, 2011, doi: 10.1016/B978-1-84569-753-2.50002-9.
- [11] E. B. Shell and S. L. Semiatin, “Effect of initial microstructure on plastic flow and dynamic globularization during hot working of Ti-6Al-4V,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 30, no. 12, pp. 3219–3229, 1999, doi: 10.1007/s11661-999-0232-4.
- [12] B. H. Hanson, “Present and future uses of titanium in engineering,” *Mater. Des.*, vol. 7, no. 6, pp. 301–307, 1986, doi: 10.1016/0261-3069(86)90099-3.
- [13] D. A. Pumpyanskiy, A. G. Illarionov, F. V. Vodolazskiy, Y. I. Kosmatskiy, and A. A. Popov, “PROMISING TITANIUM ALLOYS FOR THE MANUFACTURE OF COLD-WORKED PIPES,” *Metallurg*, no. 1, pp. 37–48, 2023, doi: 10.52351/00260827_2023_01_37.
- [14] J. H. Kim, S. L. Semiatin, and C. S. Lee, “High-temperature deformation and grain-boundary characteristics of titanium alloys with an equiaxed microstructure,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 485, no. 1–2, pp. 601–612, 2008, doi: 10.1016/j.msea.2007.08.027.
- [15] A. O. Abdalla, A. Amrin, S. Muhammad, and A. Hanim, “Effect of Heat treatment Parameters on The Microstructure and Microhardness of Ti-6Al-4V Alloy,” vol. 030001,

2017, doi: 10.1063/1.4993335.

- [16] Егорова Ю.Б., Скворцова С.В., and Давыденко Л.В., “Сопоставление механических свойств прутков сплава ВТ6 с глобулярной и пластинчатой структурами,” *СОВРЕМЕННОЕ МАШИНОСТРОЕНИЕ. НАУКА И ОБРАЗОВАНИЕ*, vol. 1, pp. 15–21, 2022.
- [17] T. Morita, K. Hatsuoka, T. Iizuka, and K. Kawasaki, “Strengthening of Ti-6Al-4V alloy by short-time duplex heat treatment,” *Mater. Trans.*, vol. 46, no. 7, pp. 1681–1686, 2005, doi: 10.2320/matertrans.46.1681.
- [18] W. A. Baeslack and D. W. Becker, “Fusion zone fracture behavior of weldments in alpha-beta titanium alloys,” *Metall. Trans. A*, vol. 10, no. 11, pp. 1803–1806, Nov. 1979, doi: 10.1007/BF02811722.
- [19] N. Kherrouba, D. Carron, M. Bouabdallah, and R. Badji, “Effect of Solution Treatment on the Microstructure , Micromechanical Properties , and Kinetic Parameters of the b fi a Phase Transformation during Continuous Cooling of Ti-6Al-4V Titanium Alloy,” *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 28, no. 11, pp. 6921–6930, 2019, doi: 10.1007/s11665-019-04404-5.
- [20] T. Ahmed and H. J. Rack, “Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp. 206–211, Mar. 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(97)00802-2.
- [21] M. J. Donache, *Titanium: A Technical Guide, 2nd Ed.* ASM International, 2000.
- [22] R. Boyer, E. Collings, and W., *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International, 1994.
- [23] M. Jain, M. C. Chaturvedi, N. L. Richards, and N. C. Goel, “Microstructural characteristics in a phase during superplastic deformation of Ti-6Al-4V,” 1991.
- [24] E. Alabort *et al.*, “Alloys-By-Design: Application to titanium alloys for optimal superplasticity,” *Acta Mater.*, vol. 178, pp. 275–287, 2019, doi: 10.1016/j.actamat.2019.07.026.
- [25] M. L. Meier, D. R. Lesuer, and A. K. Mukherjee, “ α Grain size and β volume fraction aspects of the superplasticity of Ti-6Al-4V,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 136, no. C, pp. 71–78, 1991, doi: 10.1016/0921-5093(91)90442-P.
- [26] H. Warlimont, “Titanium and Titanium Alloys,” in *Springer Handbooks*, 2018, pp. 199–210.
- [27] V. N. Moiseyev, *Titanium alloys: Russian aircraft and aerospace applications*. 2005.
- [28] Скворцова С.В., Орлов А.А., and Спектор В.С., “Влияние упрочняющей термической обработки на твердость титанового сплава ВТ6,” *Титан*, vol. 75, pp. 11–18, 2022.
- [29] M. Kawasaki and T. G. Langdon, “Superplasticity in Ultrafine-Grained Materials,” *Rev. Adv. Mater. Sci.*, vol. 54, no. 1, pp. 46–55, Mar. 2018, doi: 10.1515/rams-2018-0019.
- [30] K. Sotoudeh and P. S. Bate, “Diffusion creep and superplasticity in aluminium alloys,” *Acta Mater.*, vol. 58, no. 6, pp. 1909–1920, 2010, doi: 10.1016/j.actamat.2009.11.034.
- [31] E. Alabort, D. Barba, and R. Reed, “Mechanisms of superplasticity in titanium alloys: Measurement, in situ observations and rationalization,” *Defect Diffus. Forum*, vol. 385 DDF, pp. 65–71, 2018, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.385.65.

- [32] X. Li, X. Lü, H. Wu, B. Ji, J. Chen, and J. Li, “Effect of grain size on the superplastic deformation behavior of Ti-55 alloy,” *Procedia Eng.*, vol. 207, pp. 1880–1885, 2017, doi: 10.1016/j.proeng.2017.10.955.
- [33] M. L. Meier, D. R. Lesuer, and A. K. Mukherjee, “The effects of the α/β phase proportion on the superplasticity of Ti-6Al-4V and iron-modified Ti-6Al-4V,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 154, no. 2, pp. 165–173, 1992, doi: 10.1016/0921-5093(92)90342-X.
- [34] I. Ratochka, O. Lykova, I. Mishin, and E. Naydenkin, “Superplastic deformation behavior of Ti-4Al-2V alloy governed by its structure and precipitation phase evolution,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 731, no. April, pp. 577–582, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.06.094.
- [35] K. A. Padmanabhan and M. R. Basariya, “A theory of steady state structural superplasticity in different classes of materials: A materials-agnostic analysis,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 744, no. December 2018, pp. 704–715, Jan. 2019, doi: 10.1016/j.msea.2018.12.086.
- [36] A. K. Ghosh and C. H. Hamilton, “Mechanical behavior and hardening characteristics of a superplastic Ti-6Al-4V alloy,” *Metall. Trans. A*, vol. 10, no. 6, pp. 699–706, 1979, doi: 10.1007/BF02658391.
- [37] L. T. G. Valiev R.Z., Zhilyaev R.Z., “Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications,” in *Introduction to Nanoscience and Nanomaterials*, WORLD SCIENTIFIC, 2013, pp. 355–375.
- [38] M. A. Meyers, A. Mishra, and D. J. Benson, “Mechanical properties of nanocrystalline materials,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 4, pp. 427–556, 2006, doi: 10.1016/j.pmatsci.2005.08.003.
- [39] E. V. Naydenkin, I. V. Ratochka, and G. P. Grabovetskaya, “The aspects of practical application of ultrafine-grained titanium alloys produced by severe plastic deformation,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 667–669, pp. 1183–1187, 2011, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.667-669.1183.
- [40] I. A. Ovid’ko, R. Z. Valiev, and Y. T. Zhu, “Review on superior strength and enhanced ductility of metallic nanomaterials,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 94, pp. 462–540, 2018, doi: 10.1016/j.pmatsci.2018.02.002.
- [41] I. Sabirov, N. A. Enikeev, M. Y. Murashkin, and R. Z. Valiev, *Bulk Nanostructured Materials with Multifunctional Properties*. 2015.
- [42] S. V. Zharebtsov, E. A. Kudryavtsev, G. A. Salishchev, B. B. Straumal, and S. L. Semiatin, “Microstructure evolution and mechanical behavior of ultrafine Ti 6Al 4V during low-temperature superplastic deformation,” *Acta Mater.*, vol. 121, pp. 152–163, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.09.003.
- [43] H. Fujii, “Strengthening of $\alpha+\beta$ titanium alloys by thermomechanical processing,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp. 103–108, Mar. 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(97)00786-7.
- [44] R. Valiev, “Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties,” *Nat. Mater.*, vol. 3, no. 8, pp. 511–516, 2004, doi: 10.1038/nmat1180.
- [45] A. J. Barnes, “Superplastic Forming 40 Years and Still Growing,” vol. 22, no. October, pp. 2935–2949, 2013, doi: 10.1007/s11665-013-0727-4.
- [46] H. Shahmir, F. Naghdi, P. H. R. Pereira, Y. Huang, and T. G. Langdon, “Factors influencing superplasticity in the Ti-6Al-4V alloy processed by high-pressure torsion,”

Mater. Sci. Eng. A, vol. 718, no. November 2017, pp. 198–206, 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.01.091.

- [47] A. V. Sergueeva, V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, and A. K. Mukherjee, “Enhanced superplasticity in a Ti-6Al-4V alloy processed by severe plastic deformation,” *Scr. Mater.*, 2000, doi: 10.1016/S1359-6462(00)00496-6.
- [48] А. А. Попов, Е. Н. Попова, М. С. Карабаналов, Н. А. Попов, К. И. Луговая, and Д. И. Давыдов, “Влияние легирования и исходной обработки на процессы формирования структуры в закаленных сплавах Ti–10% Al,” *Физика металлов и металловедение*, vol. 122, no. 12, pp. 1317–1323, 2021, doi: 10.31857/S001532302112007X.
- [49] N. V. Lopatin and S. P. Galkin, “THE EFFECT OF COMBINED ROLLING ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF VT1-0 TITANIUM RODS,” *Izv. Vuzov. Tsvetnaya Metall. (Proceedings High. Sch. Nonferrous Metall.*, no. 2, p. 39, Feb. 2015, doi: 10.17073/0021-3438-2013-2-39-46.
- [50] A. Kudryashova *et al.*, “Effect of a combined thermomechanical treatment on the microstructure, texture and superelastic properties of Ti-18Zr-14Nb alloy for orthopedic implants,” *J. Alloys Compd.*, vol. 843, p. 156066, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.156066.
- [51] I. Y. Khmelevskaya *et al.*, “Effect of the quasi-continuous equal-channel angular pressing on the structure and functional properties of Ti–Ni-based shape-memory alloys,” *Phys. Met. Metallogr.*, vol. 118, no. 3, pp. 279–287, Mar. 2017, doi: 10.1134/S0031918X17030073.
- [52] J. Fu, H. Ding, Y. Huang, P. H. R. Pereira, W. Zhang, and T. G. Langdon, “Grain refining of a Ti-6Al-4V alloy by high-pressure torsion and low temperature superplasticity,” *Lett. Mater.*, vol. 5, no. 3, pp. 281–286, 2015, doi: 10.22226/2410-3535-2015-3-281-286.
- [53] A. . Sergueeva, V. . Stolyarov, R. . Valiev, and A. . Mukherjee, “Superplastic behaviour of ultrafine-grained Ti–6Al–4V alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 323, no. 1–2, pp. 318–325, Jan. 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01384-3.
- [54] T. K. Assadi, H. M. Flower, and D. R. F. West, “Microstructure and strength of alloys of the Ti–Al–Zr–Mo–Si system,” *Met. Technol.*, vol. 6, no. 1, pp. 8–15, 1979, doi: 10.1179/030716979803276282.
- [55] S. L. Semiatin, V. Seetharaman, and I. Weiss, “Hot workability of titanium and titanium aluminide alloys—an overview,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 243, no. 1–2, pp. 1–24, Mar. 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(97)00776-4.
- [56] J. Koike, Y. Shimoyama, H. Fujii, and K. Maruyama, “Characterization of superplasticity in Ti-5.5Al-1Fe alloys,” *Scr. Mater.*, vol. 39, no. 8, pp. 1009–1014, Sep. 1998, doi: 10.1016/S1359-6462(98)00286-3.
- [57] A. Momeni and S. M. Abbasi, “Effect of hot working on flow behavior of Ti–6Al–4V alloy in single phase and two phase regions,” *Mater. Des.*, vol. 31, no. 8, pp. 3599–3604, Sep. 2010, doi: 10.1016/j.matdes.2010.01.060.
- [58] H. Matsumoto, K. Yoshida, S. Lee, Y. Ono, and A. Chiba, “Ti – 6Al – 4V alloy with an ultrafine-grained microstructure exhibiting,” vol. 98, pp. 209–212, 2013, doi: 10.1016/j.matlet.2013.02.033.
- [59] E. Alabort, P. Kontis, D. Barba, K. Dragnevski, and R. C. Reed, “On the mechanisms of superplasticity in Ti-6Al-4V,” *Acta Mater.*, vol. 105, pp. 449–463, 2016, doi:

10.1016/j.actamat.2015.12.003.

- [60] H. Inagaki, "Mechanism of enhanced superplasticity in thermomechanically processed Ti-6Al-4V," *Zeitschrift fuer Met. Res. Adv. Tech.*, vol. 87, no. 3, pp. 179–186, 1996.
- [61] Глазунов С.Г. Моисеев В.Н., "Конструкционные титановые сплавы, Издательство 'Металлургия.'" Издательство "Металлургия," Москва, р. 368 с., 1974.
- [62] L. Zhang and L. Chen, "A Review on Biomedical Titanium Alloys : Recent Progress and Prospect," vol. 1801215, pp. 1–29, 2019, doi: 10.1002/adem.201801215.
- [63] H. W. ROSENBERG, *Titanium Alloying in Theory and Practice*. Pergamon Press Ltd, 1970.
- [64] Б.А. Колачев В.И. Елагин. В.А. Ливанов, *Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов*. Металлургия, 1981.
- [65] A. D. Kotov, M. N. Postnikova, A. O. Mosleh, and A. V. Mikhaylovskaya, "Effect of Mo content on the microstructure, superplastic behavior, and mechanical properties of Ni and Fe-modified titanium alloys," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 877, p. 145166, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.msea.2023.145166.
- [66] B. H. Prada, J. Mukhopadhyay, and A. K. Mukherjee, "Effect of Strain and Temperature in a Superplastic Ni-Modified Ti-6Al-4V Alloy," *Materials Transactions, JIM*, vol. 31, no. 3. pp. 200–206, 1990, doi: 10.2320/matertrans1989.31.200.
- [67] D. Klimenko *et al.*, "Microstructure Evolution and Properties of Ti-6Al-4V Alloy Doped with Fe and Mo during Deformation at 800°C," *Defect Diffus. Forum*, vol. 385, pp. 144–149, Jul. 2018, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.385.144.
- [68] A. V. Mikhaylovskaya *et al.*, "High-Strength Titanium-Based Alloy for Low-Temperature Superplastic Forming," *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 52, no. 1, pp. 293–302, 2021, doi: 10.1007/s11661-020-06058-8.
- [69] A. D. Kotov, M. N. Postnikova, A. O. Mosleh, and A. V. Mikhaylovskaya, "Influence of Fe on the microstructure, superplasticity and room-temperature mechanical properties of Ti-4Al-3Mo-1V-0.1B alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 845, no. March, p. 143245, 2022, doi: 10.1016/j.msea.2022.143245.
- [70] A. D. Kotov, M. N. Postnikova, A. O. Mosleh, V. V. Cheverikin, and A. V. Mikhaylovskaya, "Microstructure and Superplastic Behavior of Ni-Modified Ti-Al-Mo-V Alloys," *Metals (Basel)*, vol. 12, no. 5, 2022, doi: 10.3390/met12050741.
- [71] E. A. Brandes and G. B. Brook, "Smithells Metals Reference Book: Seventh Edition," *Smithells Met. Ref. B. Seventh Ed.*, pp. 1–1800, 1992, doi: 10.1016/C2009-0-25363-3.
- [72] J. A. Wert and N. E. Paton, "Enhanced superplasticity and strength in modified Ti-6Al-4V alloys," *Metall. Trans. A*, vol. 14, no. 12, pp. 2535–2544, 1983, doi: 10.1007/BF02668895.
- [73] J. Koike, Y. Shimoyama, H. Fujii, and K. Maruyama, "Characterization of superplasticity in Ti-5.5Al-1Fe alloys," *Scr. Mater.*, vol. 39, no. 8, pp. 1009–1014, 1998, doi: 10.1016/S1359-6462(98)00286-3.
- [74] F. Chen, Y. Gu, G. Xu, Y. Cui, H. Chang, and L. Zhou, "Improved fracture toughness by microalloying of Fe in Ti-6Al-4V," *Mater. Des.*, vol. 185, p. 108251, 2020, doi: 10.1016/j.matdes.2019.108251.
- [75] G. Deng *et al.*, "Influence of Fe addition in CP titanium on phase transformation,

- microstructure and mechanical properties during high pressure torsion,” *J. Alloys Compd.*, vol. 822, p. 153604, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.153604.
- [76] 1 and E. N. Egorov B. A. Kolachev, 1 V. N. Moiseev, 1 D. V. Ryndenkov, 1 F. S. Mamonova, “Titanium and Its Alloys,” *Sen'i Gakkaishi*, vol. 48, no. 9, pp. 505–509, 2006, doi: 10.2115/fiber.48.9_P505.
 - [77] S. Sandlöbes, S. Korte-Kerzel, and D. Raabe, “On the influence of the heat treatment on microstructure formation and mechanical properties of near- α Ti-Fe alloys,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 748, no. December 2018, pp. 301–312, 2019, doi: 10.1016/j.msea.2018.12.071.
 - [78] A. D. Kotov, M. N. Postnikova, A. O. Mosleh, V. V. Cheverikin, and A. V. Mikhaylovskaya, “Microstructure and Superplastic Behavior of Ni-Modified Ti-Al-Mo-V Alloys,” *Metals (Basel)*, vol. 12, no. 5, p. 741, Apr. 2022, doi: 10.3390/met12050741.
 - [79] M. Köppers, C. Herzig, M. Friesel, and Y. Mishin, “Intrinsic self-diffusion and substitutional Al diffusion in α -Ti,” *Acta Mater.*, vol. 45, no. 10, pp. 4181–4191, 1997, doi: 10.1016/S1359-6454(97)00078-5.
 - [80] J. S. Kim, D. M. Li, and C. S. Lee, “Alloying effects on superplastic behaviour of Ti-Fe-Al-Ni alloys,” *Mater. Sci. Technol.*, vol. 14, no. 7, pp. 676–682, Jul. 1998, doi: 10.1179/mst.1998.14.7.676.
 - [81] N. Tian, W. Ye, X. Song, and S. Hui, “Microstructure and Texture Evolution during Superplastic Deformation of SP700 Titanium Alloy,” *Materials (Basel)*, vol. 15, no. 5, p. 1808, Feb. 2022, doi: 10.3390/ma15051808.
 - [82] A. Wisbey, B. Geary, D. P. Davies, and C. M. Ward-Close, “Superplastic deformation and diffusion bonding of the low deformation temperature titanium alloy SP700,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 170–172, pp. 293–298, 1994, doi: 10.4028/www.scientific.net/msf.170-172.293.
 - [83] I. V. Ratochka, I. P. Mishin, O. N. Lykova, and E. V. Naydenkin, “Effect of annealing on the superplastic properties of ultrafine-grained Ti–5Al–5V–5Mo–1Cr–1Fe alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 803, no. November 2020, 2021, doi: 10.1016/j.msea.2020.140511.
 - [84] H. M. Tabatabaei, C. Okuyama, T. Nishihara, and T. Ohashi, “Friction stir processing trials of SP-700 (Ti-4.5Al-3V-2Fe-2Mo) titanium alloy,” *Defect Diffus. Forum*, vol. 385 DDF, pp. 349–354, 2018, doi: 10.4028/www.scientific.net/DDF.385.349.
 - [85] A. R. Kilmametov *et al.*, “The $\alpha \rightarrow \omega$ and $\beta \rightarrow \omega$ phase transformations in Ti–Fe alloys under high-pressure torsion,” *Acta Mater.*, vol. 144, no. November, pp. 337–351, 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2017.10.051.
 - [86] B. S. Hickman, “The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review,” *J. Mater. Sci.*, vol. 4, no. 6, pp. 554–563, 1969, doi: 10.1007/BF00550217.
 - [87] M. Motyka, K. Kubiak, J. Sieniawski, and W. Ziąja, *Phase Transformations and Characterization of $\alpha + \beta$ Titanium Alloys*, vol. 2. Elsevier, 2014.
 - [88] N. E. Paton and C. H. Hamilton, *Superplastic forming of structural alloys: Proceedings of a symposium (Conference proceedings / the Metallurgical Society of AIME)*. Metallurgical Society of AIME, 1982.
 - [89] J. W. Lu, Y. Q. Zhao, P. Ge, and H. Z. Niu, “Microstructure and beta grain growth behavior of Ti-Mo alloys solution treated,” *Mater. Charact.*, vol. 84, no. 96, pp. 105–111, 2013, doi: 10.1016/j.matchar.2013.07.014.

- [90] D. Wu, W. lin Wang, L. gang Zhang, Z. yu Wang, K. chao Zhou, and L. bin Liu, "New high-strength Ti–Al–V–Mo alloy: from high-throughput composition design to mechanical properties," *Int. J. Miner. Metall. Mater.*, vol. 26, no. 9, pp. 1151–1165, 2019, doi: 10.1007/s12613-019-1854-1.
- [91] C. H. Wang *et al.*, "Martensitic microstructures and mechanical properties of as-quenched metastable β -type Ti–Mo alloys," *J. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 14, pp. 6886–6896, 2016, doi: 10.1007/s10853-016-9976-6.
- [92] Y. Chong, R. Gholizadeh, K. Yamamoto, and N. Tsuji, "New insights into the colony refinement mechanism by solute boron atoms in Ti-6Al-4V alloy," *Scr. Mater.*, vol. 230, no. January, p. 115397, Jun. 2023, doi: 10.1016/j.scriptamat.2023.115397.
- [93] Y. F. Yang, M. Yan, S. D. Luo, G. B. Schaffer, and M. Qian, "Modification of the α -Ti laths to near equiaxed α -Ti grains in as-sintered titanium and titanium alloys by a small addition of boron," *J. Alloys Compd.*, vol. 579, pp. 553–557, 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2013.07.097.
- [94] P. Nandwana, S. Nag, D. Hill, J. Tiley, H. L. Fraser, and R. Banerjee, "On the correlation between the morphology of α and its crystallographic orientation relationship with TiB and β in boron-containing Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.5Fe alloy," *Scr. Mater.*, vol. 66, no. 8, pp. 598–601, 2012, doi: 10.1016/j.scriptamat.2012.01.011.
- [95] D. Hill, R. Banerjee, D. Huber, J. Tiley, and H. L. Fraser, "Formation of equiaxed alpha in TiB reinforced Ti alloy composites," *Scr. Mater.*, vol. 52, no. 5, pp. 387–392, Mar. 2005, doi: 10.1016/j.scriptamat.2004.10.019.
- [96] T. T. Sasaki *et al.*, "Nucleation and growth of α -Ti on TiB precipitates in Ti-15Mo-2.6Nb-3Al-0.2Si-0.12B," *Philos. Mag.*, vol. 91, no. 6, pp. 850–864, 2011, doi: 10.1080/14786435.2010.533134.
- [97] S. Tamirisakandaia, D. B. Miracle, R. Srinivasan, and J. S. Gunasekera, "Titanium alloyed with boron," *Adv. Mater. Process.*, vol. 164, no. 12, pp. 41–43, 2006.
- [98] R. A. Gaisin, V. M. Imayev, R. M. Imayev, and E. R. Gaisina, "Effect of boron addition on recrystallization behavior of commercially pure titanium subjected to hot compression," *Lett. Mater.*, vol. 5, no. 2, pp. 124–128, 2015, doi: 10.22226/2410-3535-2015-2-124-128.
- [99] V. Sinha, R. Srinivasan, S. Tamirisakandala, and D. B. Miracle, "Superplastic behavior of Ti-6Al-4V-0.1B alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 539, pp. 7–12, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2011.12.058.
- [100] S. Roy and S. Suwas, "Deformation mechanisms during superplastic testing of Ti-6Al-4V-0.1B alloy," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 574, pp. 205–217, 2013, doi: 10.1016/j.msea.2013.03.013.
- [101] V. M. Imayev, R. A. Gaisin, and R. M. Imayev, "Effect of boron addition on formation of a fine-grained microstructure in commercially pure titanium processed by hot compression," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 639, pp. 691–698, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.05.082.
- [102] S. Roy and S. Suwas, "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.*, vol. 548, pp. 110–125, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.jallcom.2012.08.123.

- [103] S. Tamirisakandala and D. B. Miracle, "Microstructure engineering of titanium alloys via small boron additions," *Int. J. Adv. Eng. Sci. Appl. Math.*, vol. 2, no. 4, pp. 168–180, Dec. 2010, doi: 10.1007/s12572-011-0033-z.
- [104] V. A. Kumar and S. V. S. N. M. R. K. Gupta, "Melting and Microstructure Analysis of b - Ti Alloy Ti – 5Al – 5Mo – 5V – 1Cr – 1Fe With and Without Boron," *Trans. Indian Inst. Met.*, vol. 68, no. 2, pp. 207–215, 2015, doi: 10.1007/s12666-015-0561-5.
- [105] M. J. Bermingham, S. D. McDonald, K. Nogita, D. H. St. John, and M. S. Dargusch, "Effects of boron on microstructure in cast titanium alloys," *Scr. Mater.*, vol. 59, no. 5, pp. 538–541, Sep. 2008, doi: 10.1016/j.scriptamat.2008.05.002.
- [106] R. B. Bhat, S. Tamirisakandala, and D. B. Miracle, "Beta phase superplasticity in titanium alloys by boron modification," *J. Mater. Eng. Perform.*, vol. 13, no. 6, pp. 653–659, 2004, doi: 10.1361/10599490421547.
- [107] S. Roy, S. Suwas, S. Tamirisakandala, D. B. Miracle, and R. Srinivasan, "Development of solidification microstructure in boron-modified alloy Ti-6Al-4V-0.1B," *Acta Mater.*, vol. 59, no. 14, pp. 5494–5510, 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2011.05.023.
- [108] S. Roy and S. Suwas, "Enhanced superplasticity for ($\alpha+\beta$)-hot rolled Ti-6Al-4V-0.1B alloy by means of dynamic globularization," *Mater. Des.*, vol. 58, pp. 52–64, 2014, doi: 10.1016/j.matdes.2014.01.033.
- [109] V. K. Chandravanshi, R. Sarkar, S. V. Kamat, and T. K. Nandy, "Effect of boron on microstructure and mechanical properties of thermomechanically processed near alpha titanium alloy Ti-1100," *J. Alloys Compd.*, vol. 509, no. 18, pp. 5506–5514, May 2011, doi: 10.1016/j.jallcom.2011.02.114.
- [110] O. M. Ivasishin, R. V. Teliovysh, V. G. Ivanchenko, S. Tamirisakandala, and D. B. Miracle, "Processing, Microstructure, Texture, and Tensile Properties of the Ti-6Al-4V-1.55B Eutectic Alloy," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 39, no. 2, pp. 402–416, Feb. 2008, doi: 10.1007/s11661-007-9425-x.
- [111] G. Singh and U. Ramamurty, "Boron modified titanium alloys," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 111, no. March 2019, p. 100653, 2020, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100653.
- [112] V. M. Imayev, R. A. Gaisin, and R. M. Imayev, "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*, vol. 641, pp. 71–83, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2015.06.033.
- [113] S. Tamirisakandala, R. B. Bhat, J. S. Tiley, and D. B. Miracle, "Grain refinement of cast titanium alloys via trace boron addition," *Scr. Mater.*, vol. 53, no. 12, pp. 1421–1426, Dec. 2005, doi: 10.1016/j.scriptamat.2005.08.020.
- [114] J. Yang *et al.*, "Microstructure evolution, mechanical properties and high temperature deformation of (TiB + TiC)/Ti–3.5Al–5Mo–6V–3Cr–2Sn–0.5Fe titanium alloy," *Mater. Charact.*, vol. 184, no. October 2021, p. 111616, 2022, doi: 10.1016/j.matchar.2021.111616.
- [115] V. Anil Kumar, S. V. S. N. Murty, R. K. Gupta, A. G. Rao, and M. J. N. V. Prasad, "Effect of boron on microstructure evolution and hot tensile deformation behavior of Ti-5Al-5V-5Mo-1Cr-1Fe alloy," *J. Alloys Compd.*, vol. 831, p. 154672, 2020, doi: 10.1016/j.jallcom.2020.154672.
- [116] V. A. Volodin, B. A. Kolachev, V. N. Moiseev, and D. V. Ryndenkov, "On the Possibility of Replacing Vanadium and Molybdenum in Alloy VT16 with Iron," vol. 43, pp. 270–

272, 2001, doi: 10.1023/A:1012777320127.

- [117] N. Tian, W. Ye, X. Song, and S. Hui, “Microstructure and Texture Evolution during Superplastic Deformation of SP700 Titanium Alloy,” *Materials (Basel)*, vol. 15, no. 5, Mar. 2022, doi: 10.3390/ma15051808.
- [118] D. V. Louzguine-Luzgin, “High-strength ti-based alloys containing fe as one of the main alloying elements,” *Mater. Trans.*, vol. 59, no. 10, pp. 1537–1544, 2018, doi: 10.2320/matertrans.M2018114.
- [119] G. Singh and U. Ramamurty, “Boron modified titanium alloys,” *Progress in Materials Science*, vol. 111. Elsevier Ltd, Jun. 01, 2020, doi: 10.1016/j.pmatsci.2020.100653.
- [120] H. WANG, H. ming ZHANG, Z. shan CUI, Z. CHEN, and D. CHEN, “Compressive response and microstructural evolution of in-situ TiB₂ particle-reinforced 7075 aluminum matrix composite,” *Trans. Nonferrous Met. Soc. China (English Ed.)*, vol. 31, no. 5, pp. 1235–1248, 2021, doi: 10.1016/S1003-6326(21)65574-7.
- [121] S. Roy, A. Sarkar, and S. Suwas, “On characterization of deformation microstructure in Boron modified Ti-6Al-4V alloy,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 528, no. 1, pp. 449–458, Nov. 2010, doi: 10.1016/j.msea.2010.09.026.
- [122] G. A. Sargent, A. P. Zane, P. N. Fagin, A. K. Ghosh, and S. L. Semiatin, “Low-temperature coarsening and plastic flow behavior of an alpha/beta titanium billet material with an ultrafine microstructure,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 12, pp. 2949–2964, 2008, doi: 10.1007/s11661-008-9650-y.
- [123] E. Alabort, D. Putman, and R. C. Reed, “Superplasticity in Ti-6Al-4V: Characterisation, modelling and applications,” *Acta Mater.*, vol. 95, pp. 428–442, 2015, doi: 10.1016/j.actamat.2015.04.056.
- [124] S. L. Semiatin, B. C. Kirby, and G. A. Salishchev, “Coarsening behavior of an alpha-beta titanium alloy,” *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.*, vol. 35 A, no. 9, pp. 2809–2819, 2004, doi: 10.1007/s11661-004-0228-z.
- [125] C. H. Johnson, S. K. Richter, C. H. Hamilton, and J. J. Hoyt, “Static grain growth in a microduplex Ti-6Al-4V alloy,” *Acta Mater.*, vol. 47, no. 1, pp. 23–29, Dec. 1998, doi: 10.1016/S1359-6454(98)00341-3.
- [126] H. Matsumoto, V. Velay, and A. Chiba, “Flow behavior and microstructure in Ti-6Al-4V alloy with an ultrafine-grained α -single phase microstructure during low-temperature-high-strain-rate superplasticity,” *Mater. Des.*, vol. 66, no. PB, pp. 611–617, 2015, doi: 10.1016/j.matdes.2014.05.045.
- [127] ASTM, *E2448 – 11: Standard Test Method for Determining the Combustion Behavior of Metallic Materials*. West Conshohocken, PA, USA,: ASTM International, 2010.
- [128] X. Ma, W. Zeng, F. Tian, Y. Zhou, and Y. Sun, “Optimization of hot process parameters of Ti-6.7Al-2Sn-2.2Zr-2.1Mo-1W-0.2Si alloy with lamellar starting microstructure based on the processing map,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 545, pp. 132–138, 2012, doi: 10.1016/j.msea.2012.03.011.
- [129] D. W. Livesey, N. Ridley, and A. K. Mukherjee, “Activation energies for superplastic tensile and compressive flow in microduplex α/β copper alloys,” *J. Mater. Sci.*, vol. 19, no. 11, pp. 3602–3611, 1984, doi: 10.1007/BF02396932.
- [130] E. W. Hart, “On the role of dislocations in bulk diffusion,” *Acta Metall.*, vol. 5, no. 10, p. 597, Oct. 1957, doi: 10.1016/0001-6160(57)90127-X.

- [131] S. V. Divinski, F. Hisker, Y. S. Kang, J. S. Lee, and C. Herzig, “Ag diffusion and interface segregation in nanocrystalline γ -FeNi alloy with a two-scale microstructure,” *Acta Mater.*, vol. 52, no. 3, pp. 631–645, 2004, doi: 10.1016/j.actamat.2003.09.045.
- [132] S. V. Divinski, F. Hisker, Y. S. Kang, J. S. Lee, and C. Herzig, “Tracer diffusion of ^{63}Ni in nano- γ -FeNi produced by powder metallurgical method: Systematic investigations in the C, B, and A diffusion regimes,” *Interface Sci.*, vol. 11, no. 1, pp. 67–80, 2003, doi: 10.1023/A:1021587007368.
- [133] U. Köhler and C. Herzig, “On the Anomalous Self-Diffusion in B.C.C. Titanium,” *Phys. Status Solidi*, vol. 144, no. 1, pp. 243–251, 1987, doi: 10.1002/pssb.2221440122.
- [134] Y. Mishin and C. Herzig, “Diffusion in the Ti-Al system,” *Acta Mater.*, vol. 48, no. 3, pp. 589–623, 2000, doi: 10.1016/S1359-6454(99)00400-0.
- [135] C. Herzig, Y. Mishin, and S. Divinski, “Bulk and interface boundary diffusion in group IV hexagonal close-packed metals and alloys,” *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 33, no. March, pp. 765–775, 2002.
- [136] S. V. Divinski, F. Hisker, Y.-S. Kang, J.-S. Lee, and C. Herzig, “ ^{59}Fe Grain Boundary Diffusion in Nanostructured γ -Fe-Ni,” *Zeitschrift für Met.*, vol. 93, no. 4, pp. 256–264, Apr. 2002, doi: 10.3139/146.020256.
- [137] P. Gas, D. L. Beke, and J. Bernardino, “Grain-boundary diffusion: Analysis of the C kinetic regime,” *Philos. Mag. Lett.*, vol. 65, no. 3, pp. 133–139, Mar. 1992, doi: 10.1080/09500839208207526.
- [138] A. A. Kishchik, A. V. Mikhaylovskaya, V. S. Levchenko, and V. K. Portnoy, “Formation of microstructure and the superplasticity of Al-Mg-based alloys,” *Phys. Met. Metallogr.*, vol. 118, no. 1, pp. 96–103, Jan. 2017, doi: 10.1134/S0031918X16120085.
- [139] B. Wei *et al.*, “Precipitation Behavior of Orthorhombic Phase in Ti-22Al-25Nb Alloy during Slow Cooling Aging Treatment and Its Effect on Tensile Properties,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 11, p. 1515, Nov. 2020, doi: 10.3390/met10111515.
- [140] V. N. Moiseev, E. V. Polyak, and A. Y. Sokolova, “Martensite strengthening of titanium alloys,” *Met. Sci. Heat Treat.*, vol. 17, no. 8, pp. 687–691, 1975, doi: 10.1007/BF00664318.
- [141] M. A. Rust and R. I. Todd, “Surface studies of Region II superplasticity of AA5083 in shear: Confirmation of diffusion creep, grain neighbour switching and absence of dislocation activity,” *Acta Mater.*, vol. 59, no. 13, pp. 5159–5170, 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2011.04.051.
- [142] H. Masuda and E. Sato, “Diffusional and dislocation accommodation mechanisms in superplastic materials,” *Acta Mater.*, vol. 197, pp. 235–252, Sep. 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.07.042.
- [143] A. H. Chokshi, “Grain Boundary Processes in Strengthening, Weakening, and Superplasticity,” *Adv. Eng. Mater.*, vol. 22, no. 1, p. 1900748, Jan. 2020, doi: 10.1002/adem.201900748.
- [144] J. Warren, L. M. Hsiung, and H. N. G. Wadley, “High temperature deformation behavior of physical vapor deposited Ti-6Al-4V,” *Acta Metall. Mater.*, vol. 43, no. 7, pp. 2773–2787, Jul. 1995, doi: 10.1016/0956-7151(94)00464-S.