

Фазовый состав, структура и микротвердость титанового сплава VT23 после деформации в камере Бриджмена

Гладковский Сергей Викторович^{1,3}, доктор технических наук, главный научный сотрудник, заведующий лабораторией деформирования и разрушения
Пилюгин Виталий Прокофьевич^{2,4}, кандидат физико-математических наук, ведущий научный сотрудник, заведующий лабораторией физики высоких давлений
Веселова Валерия Евгеньевна^{*1,5}, кандидат технических наук, научный сотрудник лаборатории деформирования и разрушения
Пацелов Александр Михайлович^{2,6}, кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник лаборатории физики высоких давлений

¹Институт машиноведения имени Э.С. Горкунова Уральского отделения РАН, Екатеринбург (Россия)

²Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, Екатеринбург (Россия)

*E-mail: veselova@imach.uran.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3542-6242>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5150-6605>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4955-6435>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6438-0725>

Поступила в редакцию 13.09.2024

Пересмотрена 21.10.2024

Принята к публикации 05.11.2024

Аннотация: Впервые изучены фазовый состав, микротвердость и тонкая структура ($\alpha+\beta$)-титанового сплава VT23 со стабильной и метастабильной β -фазой после деформации в камере Бриджмена кручением под давлением 4 ГПа при комнатной температуре. Установлено, что микротвердость сплава в зависимости от истинной степени деформации в условиях высокого гидростатического давления меняется по кривой с максимумом. Выявлена роль инициированного напряжением $\beta\text{m}\rightarrow\alpha''$ мартенситного превращения в формировании структуры и микротвердости сплава при кручении под давлением. Наибольшая микротвердость сплава со стабильной β -фазой составила 395 HV 0,05, а с метастабильной – 470 HV 0,05. При этом максимум микротвердости метастабильного сплава по сравнению со стабильным был смещен в область меньшей истинной деформации $e=2,6$. Использование методов рентгенофазового анализа и просвечивающей электронной микроскопии позволило проследить эволюцию структуры сплава при деформации под давлением, заключающуюся в изменении по сравнению с закаленным состоянием пластин α - и α'' -фаз, а также в развитии деформационных $\beta\text{m}\rightarrow\alpha''$ и $\alpha''\rightarrow\beta\text{m}$ мартенситных превращений. Увеличение степени деформации кручением под давлением до $e=7,7...7,9$ независимо от деформационной стабильности β -фазы приводит к снижению микротвердости сплава до уровня 185...205 HV 0,05, что связано с развитием процесса динамической рекристаллизации и формированием равноосных наночастиц α -фазы размером 20...50 нм. Выявленные при кинетическом индентировании различия в кривых нагружения – разгрузки соответствовали характеру изменения микротвердости сплава VT23 в зависимости от температуры закалки и степени истинной деформации.

Ключевые слова: титановый сплав VT23; фазовый состав; камера Бриджмена; кручение под давлением; истинная степень деформации; метастабильная β -фаза; мартенситные превращения.

Благодарности: Работа выполнена в рамках госзадания ИМАШ УрО РАН № 124020600045-0 и ИФМ УрО РАН № 122021000032-5 с использованием оборудования ЦКП «Пластометрия» ИМАШ УрО РАН. Авторы выражают благодарность С.Н. Сергееву (ИПСМ РАН) за помощь в проведении структурного анализа методом просвечивающей электронной микроскопии.

Для цитирования: Гладковский С.В., Пилюгин В.П., Веселова В.Е., Пацелов А.М. Фазовый состав, структура и микротвердость титанового сплава VT23 после деформации в камере Бриджмена // Frontier Materials & Technologies. 2024. № 4. С. 29–38. DOI: 10.18323/2782-4039-2024-4-70-3.

ВВЕДЕНИЕ

Повышение прочности титановых сплавов конструкционного назначения может быть эффективно реализовано за счет проведения деформационно-термической обработки с использованием методов интенсивной пластической деформации (ИПД), или «мегапластической деформации» (МД) [1–3]. Высокий уровень прочностных свойств данных материалов при сохране-

нии достаточного запаса пластичности и вязкости обусловливается формированием при интенсивном деформационном воздействии ультрамелкозернистой (УМЗ) или нанокристаллической микроструктуры с преимущественно большеугловыми границами зерен [3]. Среди известных методов ИПД, таких как равноканальное угловое прессование, всесторонняя изотермическая ковка, накопительная пакетная прокатка с соединением

слоев (ARB-процесс), позволяющих благодаря формированию УМЗ и нанокристаллической структуры существенно повысить прочностные свойства металлических материалов при сохранении достаточной пластичности [4], широкое распространение получил метод кручения (сдвига) под давлением. Такая деформационная обработка с наложением высокого гидростатического давления за счет реализации наиболее «мягкого» напряженно-деформированного состояния позволяет достигнуть очень высоких степеней истинной деформации ($e \approx 8$) без разрушения образцов [5; 6]. Согласно данным [4], кручение под давлением при комнатной температуре за счет создания УМЗ и нанокристаллической структуры с размером зерен до 80–100 нм дает возможность существенно повысить предел прочности чистого титана VT1-00 и сплава Ti–6Al–4V (VT6) до уровня $\sigma_B = 1200$ и $\sigma_B = 1750$ МПа соответственно. Для достижения наилучшего сочетания прочностных и пластических свойств титана и его сплавов после ИПД кручением под давлением целесообразно использовать дополнительный кратковременный низкотемпературный отжиг при температурах 300–400 °С. В ряде титановых сплавов после кручения под давлением в результате $\beta \rightarrow \omega$ - и частичного $\alpha \rightarrow \omega$ -переходов зафиксировано образование характерной для деформации под высоким давлением охрупчивающей ω -фазы в количестве от десятых долей до десятков процентов и установлена возможность развития при ИПД обратного $\omega \rightarrow \alpha$ -превращения [7; 8].

В [9] при изучении особенностей фазовых и структурных превращений в метастабильных титановых сплавах в условиях ИПД установлено, что в процессе кручения под давлением метастабильного сплава Ti–5553 (Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr) измельчение зеренной структуры до уровня $d < 50$ нм достигается за счет дробления исходных β -зерен пластинами образующегося α'' -мартенсита напряжения. При достижении высоких (критических) степеней деформации происходит стабилизация β -фазы по отношению к образованию мартенсита деформации и развивается обратное $\alpha'' \rightarrow \beta$ -мартенситное превращение. Авторы [10] выявили изменение формы и дисперсности упрочняющих выделений, а также повышение микротвердости состаренного метастабильного сплава Ti–15Mo после деформации кручением под давлением по сравнению с недеформированным состоянием. Образование α'' -мартенсита напряжения в титановых сплавах с деформационно-метастабильной β -фазой активизирует процессы дисперсионного твердения и способствует дополнительному упрочнению при последующем отжиге (старении) [3].

Следует отметить, что сравнительное исследование влияния ИПД в наковальнях Бриджмена на структуру и механические свойства отечественных двухфазных

титановых сплавов в стабильном и метастабильном состоянии ранее не проводилось.

Цель работы – изучение влияния накопленной степени деформации сжатием и кручением под давлением на микротвердость, фазовый состав и тонкую структуру двухфазного отечественного сплава VT23 в стабильном и метастабильном по отношению к пластической деформации состоянии.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве исходного материала был использован двухфазный титановый сплав VT23 (Ti–5Al–5V–2Mo–Cr) производства ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА» (Россия). Химический состав титанового сплава VT23 был определен с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра NITON XL2 980 GOLDD (таблица 1), он соответствовал ОСТ1 90013-81.

Заготовки из титанового сплава VT23 в состоянии поставки после отжига при 750 °С закалялись от температур 800 и 860 °С в воду с целью формирования различной стабильности β -фазы, так как, согласно данным [11; 12], после закалки от 800 °С β -фаза находится в стабильном по отношению к механическому нагружению состоянии, а после закалки от 860 °С – в метастабильном.

Процесс интенсивного пластического (мегапластического) деформирования монолитных образцов титанового сплава VT23 высотой 0,5 мм и диаметром 10 мм осуществлялся при комнатной температуре в камере Бриджмена сжатием под давлением 4 ГПа с последующим кручением. В работе использовались стальные наковальни с диаметром контактных площадок 10 мм. Кручение под давлением 4 ГПа проводили при вращении нижней наковальни со скоростью $\omega = 0,3$ об/мин. Угол поворота ϕ варьировался в пределах от 0 до 1080° (0...3 оборота). Истинная накопленная деформация оценивалась по соотношению, приведенному в работе [13]:

$$e = \ln \left(1 + \frac{\phi^2 r^2}{h_0^2} \right)^{1/2} + \ln \left(\frac{h_0}{h_K} \right),$$

где ϕ – угол поворота при кручении;

r – радиус диска;

h_0 – исходная толщина диска;

h_K – толщина диска после деформации.

Кинетическое микроиндентирование проводили на измерительной системе Fischerscope HM2000 XYm (Германия) с использованием индентора Виккерса и программного обеспечения WIN-HCU при максимальной нагрузке 0,005 Н. Погрешность измерения не превышала

Таблица 1. Химический состав сплава VT23, мас. %
Table 1. Chemical composition of the VT23 alloy, wt. %

Элемент	Ti	V	Al	Mo	Cr	Fe	Si	Zr
Содержание	85,870	4,780	4,855	1,865	1,305	0,800	0,150	0,025

2 %. Измерения проводились на середине радиуса образца. Рентгенофазовый анализ образцов выполнен на дифрактометре ДРОН-3 в $\text{Co-K}\alpha$ -излучении, в диапазоне углов $25\text{--}105^\circ$ с шагом $0,05^\circ$. Электронно-микроскопический анализ структуры титанового сплава VT23 осуществляли методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEOL JEM-2100 plus (Япония) при ускоряющем напряжении 80 кэВ. Подготовка тонких фольг для исследований включала в себя вырезку заготовок толщиной 300...500 мкм тонким абразивным диском в условиях водяного охлаждения, механическую обработку до толщины 100 мкм и последующую электрополировку в метиловом электролите при температуре не выше -50°C .

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Микротвердость сплава VT23 после закалки от температур 800 и 860°C составила $132\text{ HV }0,05$ и $48\text{ HV }0,05$ соответственно (рис. 1). Как видно из рис. 1, микротвердость образцов сплава VT23 в зависимости от степени истинной пластической деформации e в наковальнях Бриджмена меняется по кривой с максимумом. Существенный прирост микротвердости сплава по сравнению с исходным состоянием происходит уже на начальной стадии деформирования при величине $e=1,5$ в условиях сжатия под давлением 4 ГПа без кручения. При этом микротвердость образца сплава с метастабильной β -фазой, закаленного от температуры 860°C , растет более интенсивно по сравнению со сплавом со стабильной β -фазой после закалки от 800°C и достигает максимума ($470\text{ HV }0,05$) при истинной деформации $e=2,6$. Максимальная микротвердость сплава со стабильной β -фазой ($395\text{ HV }0,05$) наблюдается после кручения под давлением при достижении более высокой степени истинной деформации $e=5,4$. Микротвердость сплава независимо от температуры закалки и, соответственно, деформационной стабильности β -фазы при максимальной степени истинной деформации $e=7,7\text{--}7,9$ находится примерно на одном уровне – $185\text{--}205\text{ HV }0,05$.

Кривые нагружения – разгрузки образцов сплава со стабильной и метастабильной β -фазой в исходном состоянии имеют характерные отличия (рис. 2). При степенях деформации от $e=1,6$ до $4,5\text{--}4,7$ кривая нагружения сплава с метастабильной β -фазой имеет более плавное увеличение напряжения с деформацией, что связано с мартенситным превращением. Далее при увеличении степени истинной деформации от $e=5,2\text{--}5,4$ до $7,7\text{--}7,9$ разница в положении кривых постепенно снижается, а при степени деформации $7,7\text{--}7,9$ они практически совпадают, что связано со стабилизацией β -фазы.

Количественный фазовый состав исследованных образцов приведен в таблице 2. Рентгенофазовый анализ показал, что после деформации сплав имеет трехфазное ($\alpha+\beta+\alpha''$)-состояние (α -фаза с ГПУ решеткой, β -фаза с ОЦК решеткой и α'' -фаза с орторомбической решеткой), а ω -фаза, образование которой при давлении выше 2 ГПа возможно, на дифрактограммах в диапазоне углов $20\text{--}105^\circ$ не зафиксирована (рис. 3). Как видно из рис. 3, линии α -фазы (100), (110), (112) уширяются по мере увеличения степени деформации, а их интенсивность снижается, что свидетельствует об измельчении α -кристаллитов и наличии внутренних микронапряжений в результате пластической деформации. Наблюдается также перераспределение интегральных интенсивностей между рентгеновскими пиками α/α'' - и β -фазы, что свидетельствует как о формировании текстуры, так и о фазовом превращении метастабильной фазы $\beta\text{m}\rightarrow\alpha''$.

Изучение тонкой структуры закаленного от 800°C сплава методом ПЭМ (рис. 4) выявило наличие α -пластин толщиной $150\text{--}250\text{ нм}$, расположенных в β -матрице, соответствующих кристаллографическому соотношению $[110]\beta \parallel [001]\alpha$. На микродифрактограммах закаленных образцов выявлены также отражения от α'' -фазы, образовавшейся в β -матрице при закалке. Тонкие и отчетливые межфазные границы указывают на высокую степень когерентности этих фаз. После закалки от температуры 860°C при исследовании β -матрицы обнаружен сложный твидовый контраст (рис. 4 б), который указывает на пониженную стабильность

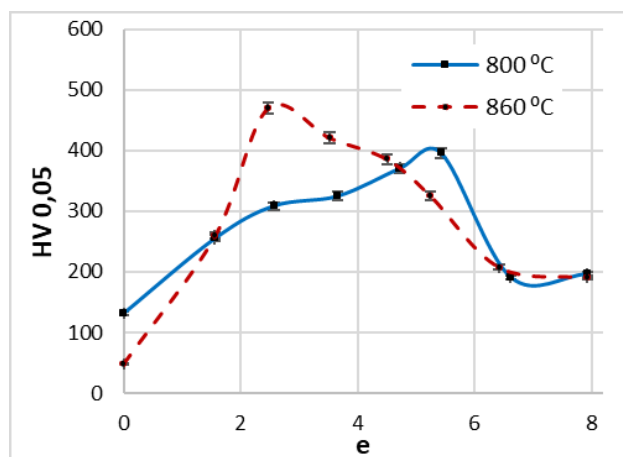


Рис. 1. Влияние истинной степени деформации e в процессе кручения под давлением на микротвердость сплава VT23

Fig. 1. Effect of true deformation degree e during torsion under pressure on the VT23 alloy microhardness

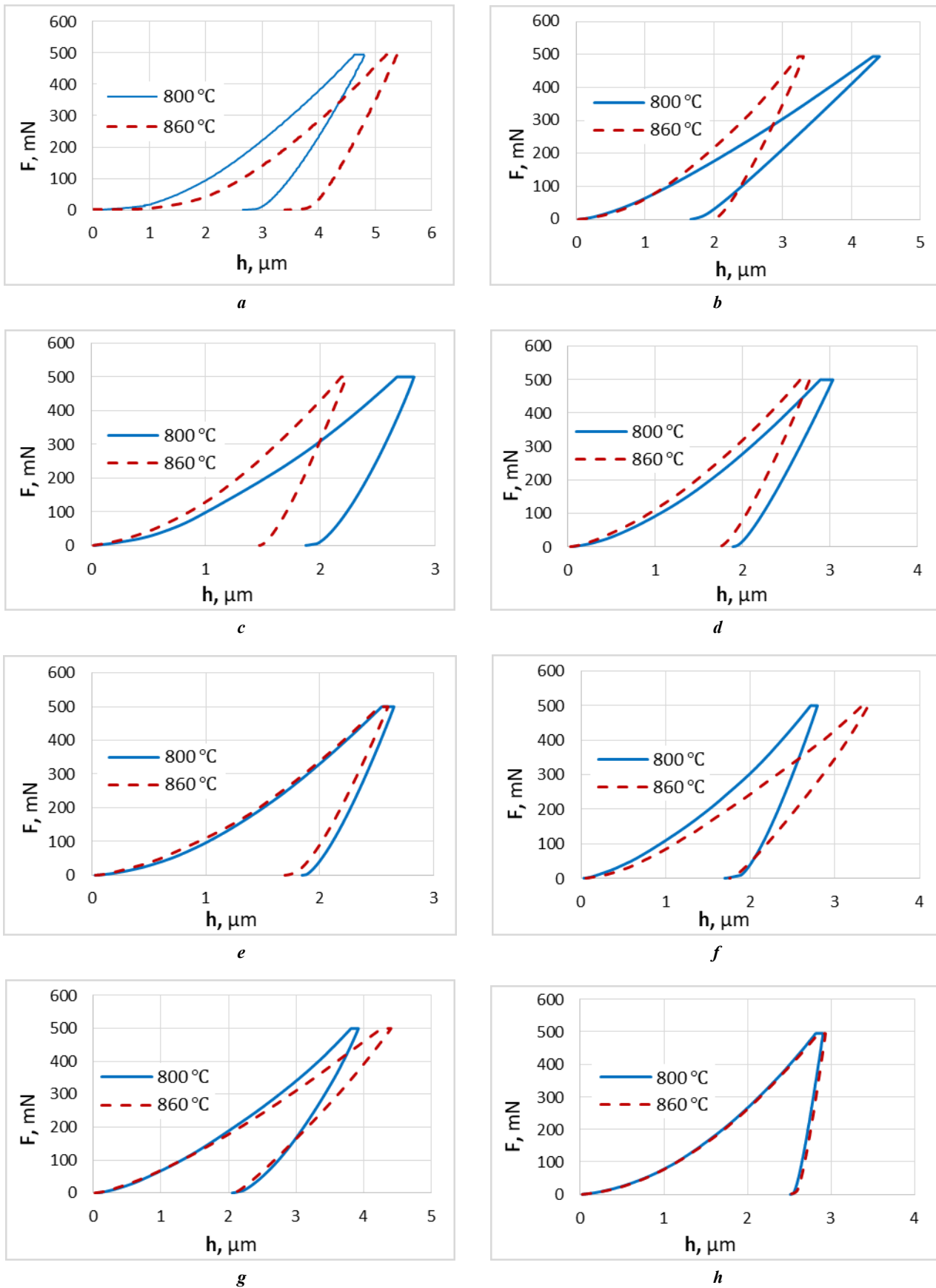


Рис. 2. Кривые нагружения – разгрузки образцов сплава VT23 при различных степенях деформации под давлением: *a* – без деформации; *b* – $e=1,6$; *c* – $e=2,5 \dots 2,6$; *d* – $e=3,5 \dots 3,7$; *e* – $e=4,5 \dots 4,7$; *f* – $e=5,2 \dots 5,4$; *g* – $e=6,4 \dots 6,6$; *h* – $e=7,7 \dots 7,9$

Fig. 2. Loading – unloading curves of VT23 alloy samples after various degrees of deformation under pressure: *a* – without deformation; *b* – $e=1.6$; *c* – $e=2.5 \dots 2.6$; *d* – $e=3.5 \dots 3.7$; *e* – $e=4.5 \dots 4.7$; *f* – $e=5.2 \dots 5.4$; *g* – $e=6.4 \dots 6.6$; *h* – $e=7.7 \dots 7.9$

Таблица 2. Фазовый состав титанового сплава VT23 [11]
Table 2. Phase composition of the VT23 titanium alloy [11]

Режим термообработки	α , %	β/β_m , %	α'' , %
Закалка 800 °С	32	50	18
Закалка 860 °С	7	8	85

β -фазы по отношению к мартенситным превращениям, вызванным напряжением.

ПЭМ-исследование микроструктуры сплава VT23, закаленного от 800 °С, после ИПД со степенью $\epsilon=1,6$ показало наличие фрагментов пластин исходной α -фазы различной толщины от 50 до 250 нм с прослойками β -фазы (рис. 5 а). Пластины имеют неправильную форму, сильно искаженные области и высокую плотность дислокационной структуры. Это свидетельствует об их деформационном происхождении в результате деформационной фрагментации структурных элементов. В образце, закаленном от температуры 860 °С с метастабильной β -фазой, процессы деформации сжатием под давлением со степенью $\epsilon=1,6$ характеризуются преимущественно фазовыми превращениями, вызванными деформацией метастабильной фазы $\beta_m \rightarrow \alpha''$ (рис. 5 б). ПЭМ-структура представлена фрагментами пластин исходной α -фазы толщиной 50...250 нм, а также более дисперсными частицами α'' -мартенсита (напряжения) (рис. 5 б).

На электронограммах образцов, деформированных со степенью $\epsilon=7,7...7,9$, наблюдается значительное количество рефлексов, расположенных по окружности (рис. 6, 7), что свидетельствует о наличии множественных кристаллических ориентаций, связанных с измельчением зерна. Зафиксировано наличие незначительного количества (до 5 %) ω -фазы высокого давления, которая не выявлялась методом рентгенофазового анализа. Изучение методом ПЭМ микроструктуры сплава, закаленного от 800 °С, после деформации со степенью $\epsilon=7,7$ выявило наличие равноосных зерен со слабым дислокационным контрастом диаметром 20...30 нм и более мелких зерен до 20 нм неправильной формы с характерным полосчатым контрастом (рис. 6). На ПЭМ-изображениях сплава, закаленного от 860 °С, зафиксированы более крупные одно-родные частицы и частицы с полосчатым контрастом размером 30...50 нм (рис. 7).

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Разница в характере кривых изменения микротвердости в зависимости от степени деформации образцов после закалки от температур 800 и 860 °С (рис. 1 а) может быть объяснена их фазовым составом (таблица 2). Так, более плавный характер роста микротвердости образца, закаленного от 800 °С, связан с постепенным увеличением плотности дислокаций в кристаллической структуре сплава, измельчением пластин α -фазы и атермического α'' -мартенсита. В соответствии с зависимостью Холла – Петча, более мелкие зерна способствуют увеличению микротвердости [14]. Увеличение

количества атермического α'' -мартенсита, имеющего более дисперсное строение по сравнению с исходной α -фазой [11] в образце, закаленном от температуры 860 °С, способствует более активному росту микротвердости, так как большая площадь поверхности пластин мартенсита по сравнению с крупными пластинами α -фазы позволяет им взаимодействовать с большим количеством дислокаций, создавая препятствия для их движения и повышая эффект упрочнения [15]. Кроме того, β -фаза в сплаве, закаленном от температуры 860 °С, находящаяся в метастабильном состоянии по отношению к механическому нагружению [12], в процессе деформирования кручением претерпевает мартенситное превращение $\beta \rightarrow \alpha''$ с образованием мартенсита напряжения, увеличивающего микротвердость сплава. Следует также отметить, что кристаллическая структура атермического мартенсита, а также мартенсита напряжения сильно искажена по сравнению с исходными α - и β -фазами, что приводит к высокой плотности дислокаций и внутренним напряжениям (рис. 4).

Разупрочнение сплавов в стабильном и метастабильном состоянии после закалки от 800 и 860 °С связано с процессом низкотемпературной динамической рекристаллизации, протекающей при высоких степенях пластической деформации, описанной в работе [2]. Микротвердость по Виккерсу снижается из-за уменьшения плотности дислокаций и образования равноосных зерен.

Резкое отличие в кривых нагружения – разгрузки исходных образцов (рис. 2 а) можно объяснить наличием метастабильной β_m -фазы. Метастабильные фазы могут обладать высокой устойчивостью к начальной деформации, что приводит к более длинной кривой нагружения перед началом значительного пластического течения [16] (рис. 2 а). Совпадение кривых нагружения – разгрузки при степени деформации 7,7...7,9 свидетельствует о том, что процессы распада метастабильных фаз и динамической рекристаллизации реализовались в полной мере (рис. 2 б).

Анализ ПЭМ-изображений при степенях деформации 7,7...7,9 (рис. 6, 7) показал, что образование равноосных зерен без деформационного контраста связано с низкотемпературной динамической рекристаллизацией α -фазы, описанной в работах [2; 17]: формирование большеугловых границ зерен при деформации приводит к появлению новых зерен по механизму непрерывной рекристаллизации, т. е. за счет увеличения разориентировки субграниц. Частицы с полосчатым контрастом, согласно [5], представляют собой деформационные фрагменты, образовавшиеся при последующей деформации рекристаллизованных зерен. Большой размер рекристаллизованных

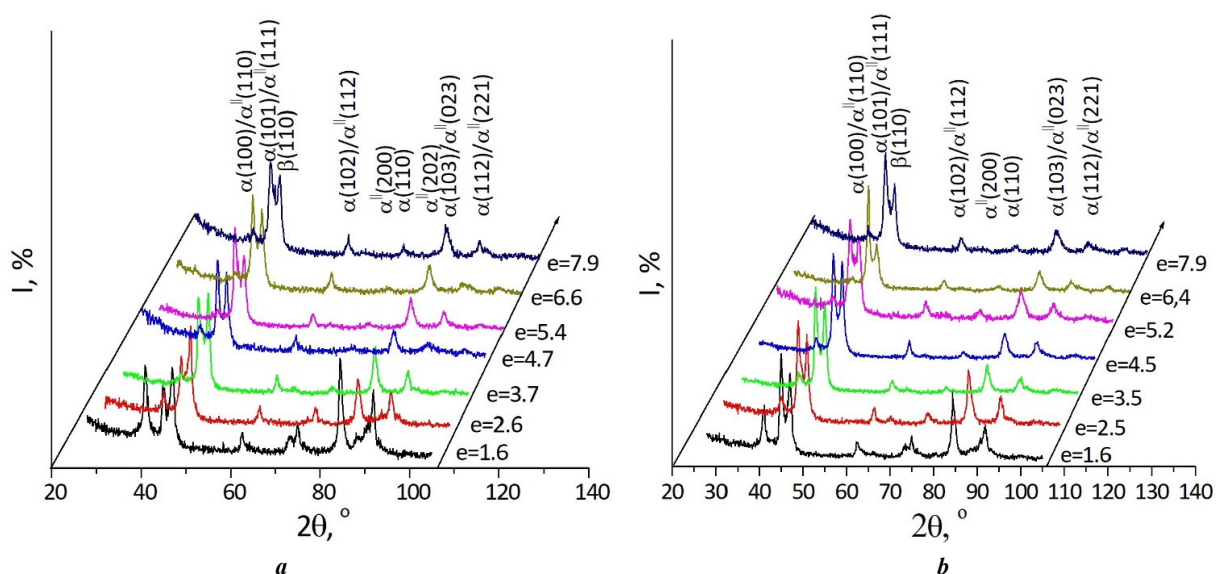


Рис. 3. Дифрактограммы образцов сплава VT23:
a – после закалки от 800 °С и деформации кручением под давлением;
b – после закалки от 860 °С и деформации кручением под давлением
Fig. 3. Diffraction patterns of VT23 alloy samples:
a – after quenching from 800 °C and torsional deformation under pressure;
b – after quenching from 860 °C and torsional deformation under pressure

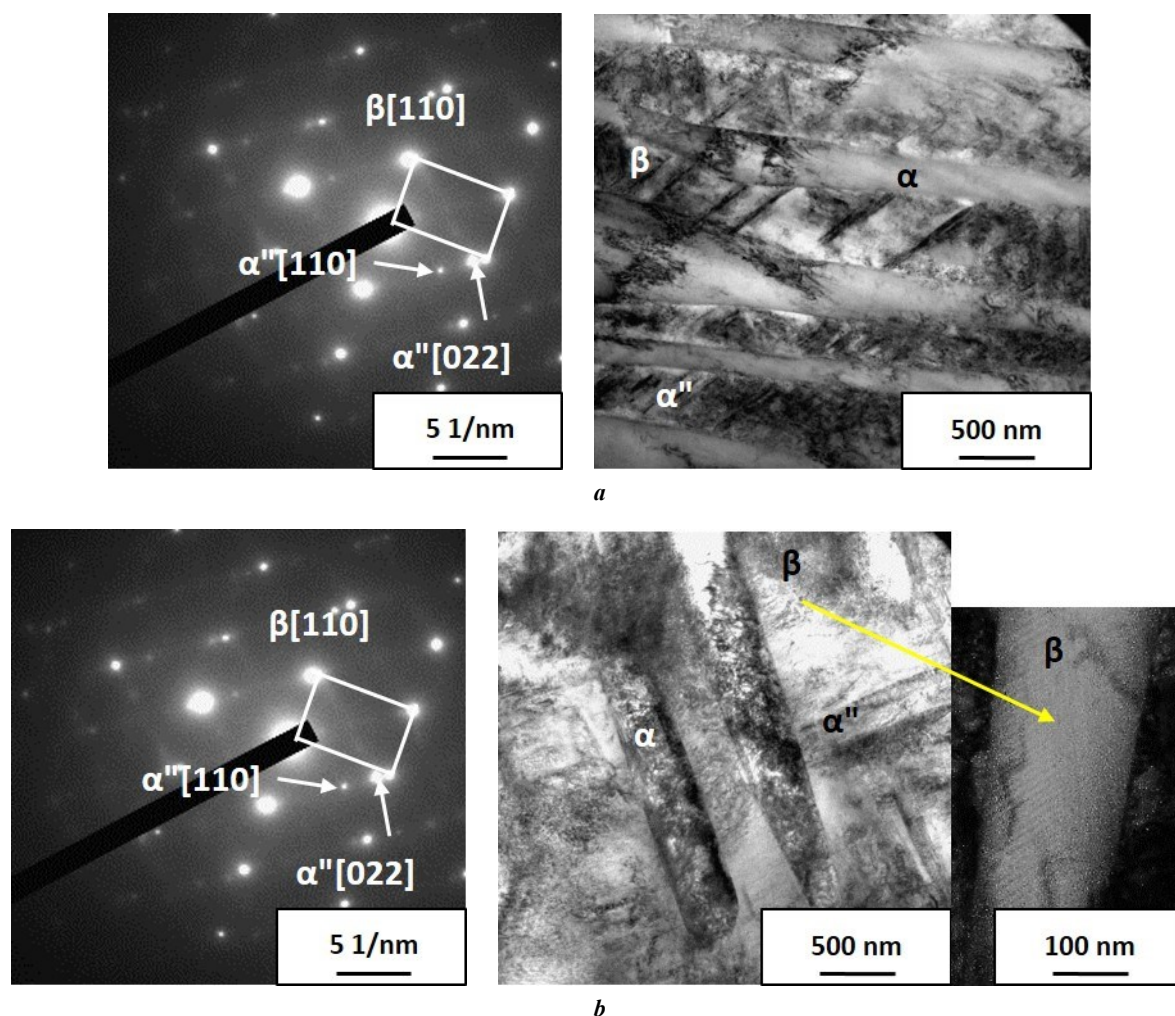


Рис. 4. ПЭМ-изображения микроструктуры сплава VT23 после закалки: *a* – от 800 °С; *b* – от 860 °С
Fig. 4. TEM image of the microstructure of VT23 alloy after quenching: *a* – from 800 °C; *b* – from 860 °C

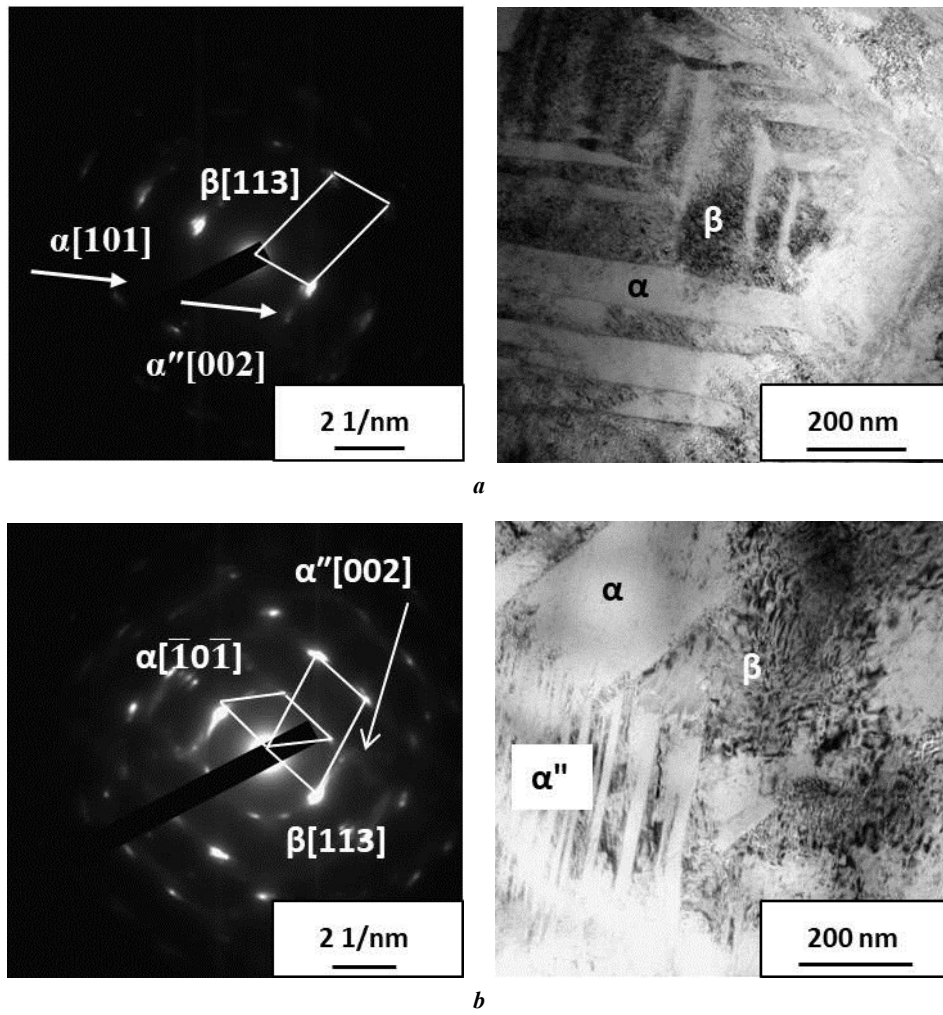


Рис. 5. ПЭМ-изображения титанового сплава VT23:

a – после закалки от 800 °C и ИПД, $e=1,6$; **b** – после закалки от 860 °C и ИПД, $e=1,6$

Fig. 5. TEM images of VT23 titanium alloy:

a – after quenching from 800 °C and SPD, $e=1.6$; **b** – after quenching from 860 °C and SPD, $e=1.6$

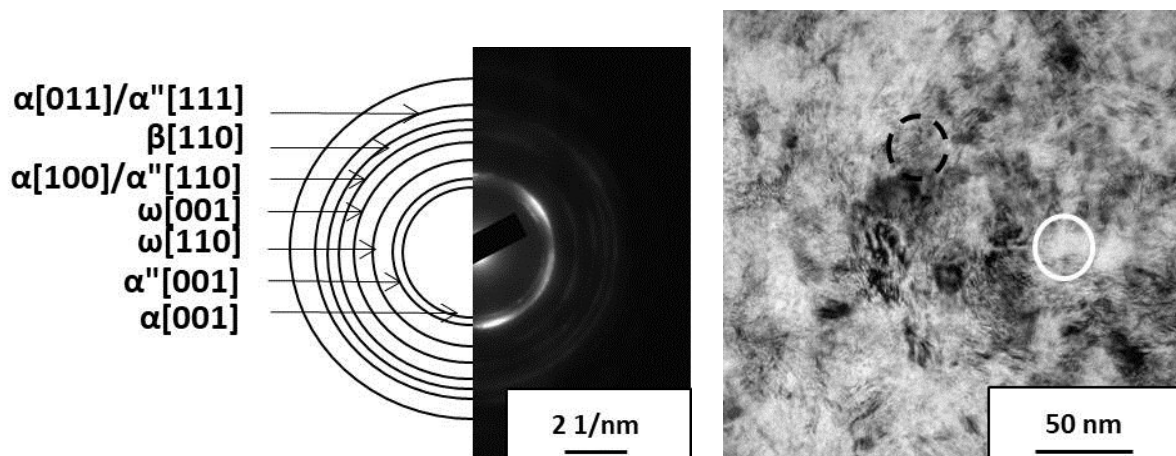


Рис. 6. ПЭМ-изображения титанового сплава VT23 после закалки от 800 °C и кручения под давлением, $e=7,7$.

Сплошной линией выделены равноосные частицы α -фазы со слабым дислокационным контрастом, пунктирной – с полосчатым контрастом

Fig. 6. TEM images of VT23 titanium alloy after quenching from 800 °C and torsion under pressure, $e=7.7$.

The solid line highlights α -phase equiaxed particles with weak dislocation contrast, and the dotted line highlights those with banded contrast

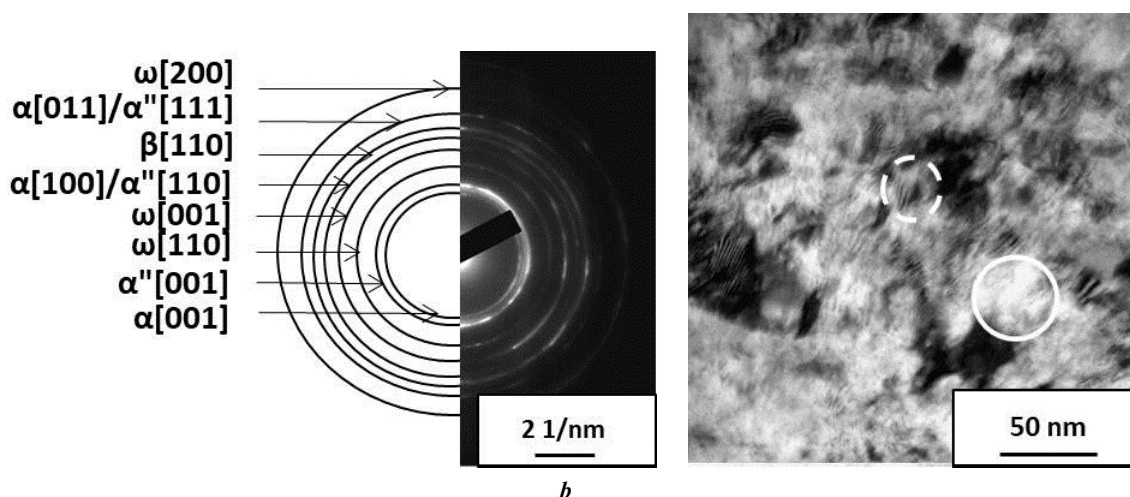


Рис. 7. ПЭМ-изображения титанового сплава VT23 после закалки от 860 °С и кручения под давлением, $e=7,9$.
Сплошной линией выделены равноосные частицы α -фазы со слабым дислокационным контрастом, пунктирной – с полосчатым контрастом

Fig. 7. TEM images of VT23 titanium alloy after quenching from 860 °C and torsion under pressure, $e=7.9$.
The solid line highlights α -phase equiaxed particles with weak dislocation contrast, and the dotted line highlights those with banded contrast

зерен в сплаве, закаленном от 860 °С, связан с тем, что процессы низкотемпературной динамической рекристаллизации сплава в деформационно-метастабильном состоянии при деформации кручением под давлением прошли более полно.

Таким образом, в результате проведенного исследования выявлены экстремальный характер изменения микротвердости сплава VT23 с увеличением истинной степени деформации кручением под давлением, связанный с последовательным развитием процессов диспергирования структуры и последующей динамической рекристаллизации, а также различия в уровне максимумов микротвердости и соответствующих им степеней деформации для сплава со стабильной и деформационно-метастабильной β -фазой.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

Установлена нелинейная зависимость микротвердости сплава от степени истинной деформации кручением в условиях высокого давления. Максимальный уровень микротвердости закаленных от температур 800 и 860 °С образцов составил 395 HV 0,05 и 470 HV 0,05 при деформации 5,3 и 2,6 соответственно. Рост микротвердости образца, закаленного от 800 °С, связан с увеличением плотности дислокаций в исходных α - и β -фазах и измельчением структурных составляющих. Наибольший прирост микротвердости образца, закаленного от температуры 860 °С, связан с интенсивным упрочнением атермического α'' -мартенсита и фазовым превращением метастабильных фаз по схемам $\beta \rightarrow \alpha''$ и $\alpha'' \rightarrow \beta$. Оцениваемое по снижению микротвердости последующее разупрочнение сплава в области деформаций $e > 5,4$ для образца, закаленного от 800 °С, и $e > 2,6$ для образца после закалки от 860 °С происходит в результате низкотемпературной динамической рекристаллизации α -фазы. При максимальной величине истинной степени деформации $e=7,7...7,9$ независимо от температуры закалки

микротвердость сплава отличалась незначительно и соответствовала уровню 185...205 HV 0,05.

С использованием рентгенофазового анализа показано, что при деформации в камере Бриджмена сплав сохраняет трехфазный ($\alpha+\beta+\alpha''$)-состав, при степени деформации от $e=1,6$ и более происходит измельчение α - и α'' -пластин, а также протекание фазового превращения – распад β -фазы при закалке от 860 °С по схеме $\beta \rightarrow \alpha''$.

При степени деформации $e=1,6$ происходит фрагментация пластин α и α'' , а также увеличение дислокационного контраста. В образце с метастабильной β -фазой (закалка от 860 °С) происходит ее распад с образованием дисперсных игл α'' -мартенсита напряжения. Увеличение степени деформации до $e=7,7...7,9$ приводит к образованию равноосных α -частиц размером 20...30 нм (закалка от 800 °С) и 30...50 нм (закалка от 860 °С) вследствие процессов низкотемпературной динамической рекристаллизации и деформационных фрагментов с полосчатым контрастом.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Семенова И.П., Рааб Г.И., Валиев Р.З. Наноструктурные титановые сплавы: новые разработки и перспективы применения // Российские нанотехнологии. 2014. Т. 9. № 5-6. С. 84–95. EDN: [SMKYOB](#).
2. Глезер А.М., Метлов Л.С. Физика мегапластической (интенсивной) деформации твердых тел // Физика твердого тела. 2010. Т. 52. № 6. С. 1090–1097. EDN: [RCRYIV](#).
3. Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K. Enhanced superplasticity in a Ti6Al4V alloy processed by severe plastic deformation // Scripta Materialia. 2000. Vol. 43. № 9. P. 819–824. DOI: [10.1016/S1359-6462\(00\)00496-6](#).
4. Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. М.: Академкнига, 2007. 398 с.

5. Shurygina N.A., Cheretaeva A.O., Glezer A.M., Medvedeva A.D., D'yakonov D.L., Sundeev R.V., Tomchuk A.A. Effect of Microalloying Elements on the Physicochemical Properties of Commercial-Purity Titanium Subjected to Severe Plastic Deformation // *Russian Metallurgy (Metally)*. 2021. Vol. 2021. № 4. P. 410–417. DOI: [10.1134/S0036029521040303](https://doi.org/10.1134/S0036029521040303).
6. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: fundamentals and applications // *Progress in Materials Science*. 2008. Vol. 53. № 6. P. 893–979. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2008.03.002](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002).
7. Зельдович В.И., Фролова Н.Ю., Паселов А.М., Гундырев В.М., Хейфец А.Э., Пилюгин В.П. Образование омега-фазы в титане при деформации под давлением // *Физика металлов и металловедение*. 2010. Т. 109. № 1. С. 33–42. EDN: [KZLPSF](https://www.edn.ru/KZLPSF).
8. Korneva A., Straumal B., Kilmametov A., Gondek Ł., Wierzbicka-Miernika A., Lityńska-Dobrzyńska L., Ciosg G., Chulista R., Zięba P. Thermal stability and microhardness of metastable ω -phase in the Ti-3.3 at.% Co alloy subjected to high pressure torsion // *Journal of Alloys and Compounds*. 2020. Vol. 834. № 5. Article number 155132. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.155132](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155132).
9. Zafari A., Wei X.S., Xu W., Xia K. Formation of nanocrystalline β structure in metastable beta Ti alloy during high pressure torsion: The role played by stress induced martensitic transformation // *Acta Materialia*. 2015. Vol. 97. P. 146–155. DOI: [10.1016/j.actamat.2015.06.042](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.06.042).
10. Bartha K., Stráský J., Veverková A. et al. Effect of the High-Pressure Torsion (HPT) and Subsequent Isothermal Annealing on the Phase Transformation in Biomedical Ti15Mo Alloy // *Metals*. 2019. Vol. 9. № 11. Article number 1194. DOI: [10.3390/met9111194](https://doi.org/10.3390/met9111194).
11. Gladkovsky S.V., Veselova V.E., Sergeev S.N., Patselov A.M. Influence of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Characteristics of the Titanium Alloy Ti–5Al–5V–2Mo–Cr with Metastable β -Phase // *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2023. Vol. 76. P. 2091–2097. DOI: [10.1007/s12666-023-02908-2](https://doi.org/10.1007/s12666-023-02908-2).
12. Веселова В.Е., Гладковский С.В., Ковалев Н.И. Влияние режимов термической обработки на структуру и механические свойства метастабильного титанового сплава ВТ23 // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение*. 2021. Т. 23. № 4. С. 31–39. EDN: [ZNGDLZ](https://www.edn.ru/ZNGDLZ).
13. Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Pilyugin V.P., Chernyshev E.G. Initial Stages in the Evolution of the Structure of a Zirconium Pseudo-Single Crystal During Shear Deformation under Pressure // *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*. 2017. № 5. P. 70–79. DOI: [10.17804/2410-9908.2017.5.070-079](https://doi.org/10.17804/2410-9908.2017.5.070-079).
14. Guan Bo, Xin Yunchang, Huang Xiaoxu, Liu Chenglu, Wu Peidong, Liu Qing. The mechanism for an orientation dependence of grain boundary strengthening in pure titanium // *International Journal of Plasticity*. 2022. Vol. 153. Article number 103276. DOI: [10.1016/j.ijplas.2022.103276](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2022.103276).
15. Kostryzhev A. Strengthening Mechanisms in Metallic Materials // *Metals*. 2021. Vol. 11. № 7. Article number 1134. DOI: [10.3390/met11071134](https://doi.org/10.3390/met11071134).
16. Лясоцкая В.С., Князева С.И. Метастабильные фазы в титановых сплавах и условия их образования // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2008. № 8. С. 15–19. EDN: [KVXLNV](https://www.edn.ru/KVXLNV).
17. Блинова Е.Н., Либман М.А., Глезер А.М., Исаенкова М.Г., Томчук А.А., Комлев А.С., Крымская О.А., Филиппова В.П., Шурыгина Н.А. Особенности фазовых превращений в метастабильном сплаве Fe-18Cr-10Ni при мегапластической деформации // *Деформация и разрушение материалов*. 2022. № 4. С. 19–26. EDN: [BYLLUD](https://www.edn.ru/BYLLUD).

REFERENCES

1. Semenova I.P., Raab G.I., Valiev R.Z. Nanostructured titanium alloys: new developments and application prospects. *Nanotechnologies in Russia*, 2014, vol. 9, no. 5, pp. 311–324. DOI: [10.1134/S199507801403015X](https://doi.org/10.1134/S199507801403015X).
2. Glezer A.M., Metlov L.S. Physics of megaplastic (severe) deformation in solids. *Physics of the Solid State*, 2010, vol. 52, no. 6, pp. 1162–1169. DOI: [10.1134/S1063783410060089](https://doi.org/10.1134/S1063783410060089).
3. Sergueeva A.V., Stolyarov V.V., Valiev R.Z., Mukherjee A.K. Enhanced superplasticity in a Ti6Al4V alloy processed by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 2000, vol. 43, no. 9, pp. 819–824. DOI: [10.1016/S1359-6462\(00\)00496-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(00)00496-6).
4. Valiev R.Z., Aleksandrov I.V. *Obemnye nanostrukturnye metallicheskie materialy: poluchenie, struktura i svoystva* [Bulk nanostructured metallic materials: preparation, structure and properties]. Moscow, Akademkniga Publ., 2007. 398 p.
5. Shurygina N.A., Cheretaeva A.O., Glezer A.M., Medvedeva A.D., D'yakonov D.L., Sundeev R.V., Tomchuk A.A. Effect of Microalloying Elements on the Physicochemical Properties of Commercial-Purity Titanium Subjected to Severe Plastic Deformation. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2021, vol. 2021, no. 4, pp. 410–417. DOI: [10.1134/S0036029521040303](https://doi.org/10.1134/S0036029521040303).
6. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using high-pressure torsion for metal processing: fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, 2008, vol. 53, no. 6, pp. 893–979. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2008.03.002](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002).
7. Zel'dovich V.I., Frolova N.Yu., Patselov A.M., Gundyrev V.M., Kheifets A.E., Pilyugin V.P. The ω -phase formation in titanium upon deformation under pressure. *Physics of Metals and Metallography*, 2010, vol. 109, no. 1, pp. 30–38. DOI: [10.1134/S0031918X10010059](https://doi.org/10.1134/S0031918X10010059).
8. Korneva A., Straumal B., Kilmametov A., Gondek Ł., Wierzbicka-Miernika A., Lityńska-Dobrzyńska L., Ciosg G., Chulista R., Zięba P. Thermal stability and microhardness of metastable ω -phase in the Ti-3.3 at.% Co alloy subjected to high pressure torsion. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, vol. 834, no. 5, article number 155132. DOI: [10.1016/j.jallcom.2020.155132](https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155132).
9. Zafari A., Wei X.S., Xu W., Xia K. Formation of nanocrystalline β structure in metastable beta Ti alloy during high pressure torsion: The role played by stress induced martensitic transformation. *Acta Materialia*, 2015, vol. 97, pp. 146–155. DOI: [10.1016/j.actamat.2015.06.042](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.06.042).
10. Bartha K., Stráský J., Veverková A. et al. Effect of the High-Pressure Torsion (HPT) and Subsequent Isothermal Annealing on the Phase Transformation in Biomedical Ti15Mo Alloy. *Metals*, 2019, vol. 9, no. 11, article number 1194. DOI: [10.3390/met9111194](https://doi.org/10.3390/met9111194).
11. Gladkovsky S.V., Veselova V.E., Sergeev S.N., Patselov A.M. Influence of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Characteristics of the Titanium Alloy Ti–5Al–5V–2Mo–Cr with Metastable β -Phase // *Transactions of the Indian Institute of Metals*. 2023. Vol. 76. P. 2091–2097. DOI: [10.1007/s12666-023-02908-2](https://doi.org/10.1007/s12666-023-02908-2).

- um Alloy Ti–5Al–5V–2Mo–Cr with Metastable β -Phase. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2023, vol. 76, pp. 2091–2097. DOI: [10.1007/s12666-023-02908-2](https://doi.org/10.1007/s12666-023-02908-2).
12. Veselova V.E., Gladkovskiy S.V., Kovalev N.I. Influence of heat treatment modes on the microstructure and mechanical properties of the metastable titanium alloy VT23. *Vestnik Permskogo natsionalnogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Mashinostroenie, materialovedenie*, 2021, vol. 23, no. 4, pp. 31–39. EDN: [ZNGDLZ](https://zngdlz.ru).
13. Egorova L.Yu., Khlebnikova Yu.V., Pilyugin V.P., Chernyshev E.G. Initial Stages in the Evolution of the Structure of a Zirconium Pseudo-Single Crystal During Shear Deformation under Pressure. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2017, no. 5, pp. 70–79. DOI: [10.17804/2410-9908.2017.5.070-079](https://doi.org/10.17804/2410-9908.2017.5.070-079).
14. Guan Bo, Xin Yunchang, Huang Xiaoxu, Liu Chenglu, Wu Peidong, Liu Qing. The mechanism for an orientation dependence of grain boundary strengthening in pure titanium. *International Journal of Plasticity*, 2022, vol. 153, article number 103276. DOI: [10.1016/j.ijplas.2022.103276](https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2022.103276).
15. Kostryzhev A. Strengthening Mechanisms in Metallic Materials. *Metals*, 2021, vol. 11, no. 7, article number 1134. DOI: [10.3390/met11071134](https://doi.org/10.3390/met11071134).
16. Lyasotskaya V.S., Knyazeva S.I. Metastable phases in titanium alloys and conditions of their formation. *Metal Science and Heat Treatment*, 2008, vol. 50, no. 7-8, pp. 373–377. DOI: [10.1007/s11041-008-9064-x](https://doi.org/10.1007/s11041-008-9064-x).
17. Blinova E.N., Libman M.A., Glezer A.M., Isaenkova M.G., Tomchuk A.A., Komlev A.S., Krymskaya O.A., Filippova V.P., Shurygina N.A. Phase transformations in a metastable Fe–18Cr–10Ni alloy during megaplastic deformation. *Russian Metallurgy (Metally)*, 2022, vol. 2022, no. 10, pp. 1174–1180. DOI: [10.1134/s0036029522100032](https://doi.org/10.1134/s0036029522100032).

Phase composition, structure and microhardness of the VT23 titanium alloy after deformation in a Bridgman chamber

Sergey V. Gladkovsky^{1,3}, Doctor of Sciences (Engineering), chief researcher,
Head of the Laboratory of Deformation and Fracture

Vitaly P. Pilyugin^{2,4}, PhD (Physics and Mathematics), leading researcher, Head of the High Pressure Physics Laboratory

Valeria E. Veselova^{*1,5}, PhD (Engineering), researcher at the Laboratory of Deformation and Fracture

Aleksandr M. Patselov^{2,6}, PhD (Physics and Mathematics), senior researcher at the High Pressure Physics Laboratory

¹*Institute of Engineering Science of the Ural Branch of RAS, Yekaterinburg (Russia)*

²*M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS, Yekaterinburg (Russia)*

*E-mail: veselova@imach.uran.ru

³ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3542-6242>

⁴ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-5150-6605>

⁵ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-4955-6435>

⁶ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6438-0725>

Received 13.09.2024

Revised 21.10.2024

Accepted 05.11.2024

Abstract: The authors have studied for the first time the phase composition, microhardness and fine structure of the VT23 (α + β)-titanium alloy, with stable and metastable β -phase, after torsional deformation in a Bridgman chamber under a pressure of 4 GPa at room temperature. It has been found that the alloy microhardness, depending on the true degree of deformation under high hydrostatic pressure, changes along a curve with a maximum. The role of stress-induced β m \rightarrow α " martensitic transformation in the formation of alloy structure, and microhardness under high-pressure torsion was revealed. The highest microhardness of the alloy with stable β -phase was 395 HV 0.05, and with metastable – 470 HV 0.05. At the same time, the maximum microhardness of metastable alloy, compared to stable alloy, was shifted to the region of lower true strain $\epsilon=2.6$. Using X-ray diffraction analysis, and transmission electron microscopy methods, made it possible to trace the evolution of alloy structure under high-pressure deformation consisting in grinding of α -, and α "-phase plates compared to the quenched state, as well as in the development of deformation β m \rightarrow α ", and α " \rightarrow β m martensitic transformations. An increase in the degree of deformation by high-pressure torsion to $\epsilon=7.7...7.9$, regardless of the deformation stability of the β -phase, leads to a decrease in the alloy microhardness to a level of 185...205 HV 0.05. This is associated with the development of the dynamic recrystallisation process, and the formation of equiaxed α -phase nanoparticles with a size of 20...50 nm. The differences in the loading-unloading curves revealed by kinetic indentation, corresponded to the nature of the change in the VT23 alloy microhardness, depending on the quenching temperature and the true deformation degree.

Keywords: VT23 titanium alloy; phase composition; Bridgman chamber; high-pressure torsion; true deformation degree; metastable β -phase; martensitic transformations.

Acknowledgments: The work was carried out within the state assignments No. 124020600045-0 to the Institute of Engineering Science, UB RAS and No. 122021000032-5 to the Institute of Metal Physics, UB RAS using the equipment of the Plastometry Collective Centre of the Institute of Engineering Science, UB RAS. The authors express their gratitude to S.N. Sergeev (Institute for Metals Superplasticity Problems of RAS) for assistance in carrying out microstructural analysis using transmission electron microscopy.

For citation: Gladkovsky S.V., Pilyugin V.P., Veselova V.E., Patselov A.M. Phase composition, structure and microhardness of the VT23 titanium alloy after deformation in a Bridgman chamber. *Frontier Materials & Technologies*, 2024, no. 4, pp. 29–38. DOI: [10.18323/2782-4039-2024-4-70-3](https://doi.org/10.18323/2782-4039-2024-4-70-3).