РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 532 700**(13) **C2**

(51) МПК
*B21K 3/00* (2006.01)
*C22F 1/18* (2006.01)
*B82B 3/00* (2006.01)

# (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: **2013105347/02, 07.02.2013**

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
**07.02.2013**

Приоритет(ы):
(22) Дата подачи заявки: **07.02.2013**

(43) Дата публикации заявки: **20.08.2014** Бюл. № **23**

(45) Опубликовано: **10.11.2014** Бюл. № **31**

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **RU 2285737 C1, 20.10.2006; . RU 2240197 C1, 20.11.2004. RU 2400321 C1, 27.09.2010. EP 1044741 A2, 18.10.2000**

Адрес для переписки:
**603950, Нижегородская обл., г.Нижний Новгород, ГСП-20, пр. Гагарина, 23, Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского, Патентно-лицензионный отдел**

(72) Автор(ы):
**Чувильдеев Владимир Николаевич (RU),**
**Нохрин Алесей Владимирович (RU),**
**Копылов Владимир Ильич (BY),**
**Лопатин Юрий Геннадиевич (RU),**
**Козлова Наталья Анатольевна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):
**Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования "Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского" (RU)**

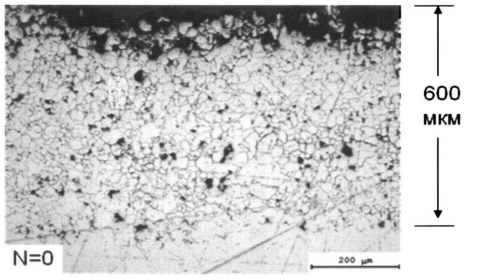
## (54) СПОСОБ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ВЫСОКООТВЕТСТВЕННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТРЕХКОМПОНЕНТНОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА

(57) Реферат:

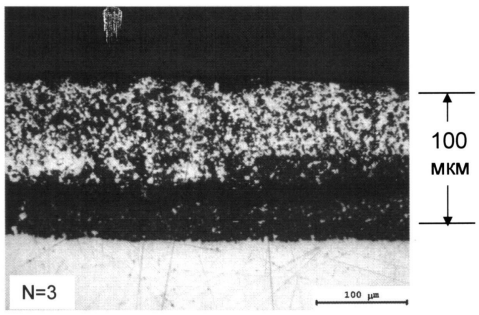
Изобретение относится к области обработки металлов давлением и может быть использовано при изготовлении изделий из трехкомпонентного сплава на основе титана, содержащего алюминий в количестве 2-6 вес.% и ванадий или цирконий в количестве не более 4 вес.%. Производят равноканальное угловое прессование заготовок при температуре 400-470°С со скоростью 0,1-1,0 мм/с. При этом обеспечивается формирование в заготовке нано- и субмикрокристаллической структуры с размером зерна не более 0, 5 мкм. Деформированные заготовки подвергают изотермическому отжигу при температуре 450-550°С в течение 0,5-1,0 часа. Затем производят формообразование изделий путем штамповки или ротационной ковки заготовок при температуре не выше температуры изотермического отжига. В результате обеспечивается возможность получения изделий с высокими прочностными и эксплуатационными свойствами. 2 з.п. ф-лы, 1 ил.

RU 2532700 C2

RU 2532700 C2




а




б

Фиг. 1

RU 2532700 C2

RU 2532700 C2

RUSSIAN FEDERATION

FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(19) **RU** (11) **2 532 700**(13) **C2**

(51) Int. Cl.
*B21K 3/00* (2006.01)
*C22F 1/18* (2006.01)
*B82B 3/00* (2006.01)

## (12) ABSTRACT OF INVENTION

(21)(22) Application: **2013105347/02, 07.02.2013**

(24) Effective date for property rights:
**07.02.2013**

Priority:
(22) Date of filing: **07.02.2013**

(43) Application published: **20.08.2014** Bull. № **23**

(45) Date of publication: **10.11.2014** Bull. № **31**

Mail address:
**603950, Nizhegorodskaja obl., g.Nizhnij Novgorod, GSP-20, pr. Gagarina, 23, Nizhegorodskij gosudarstvennyj universitet im. N.I. Lobachevskogo, Patentno-litsenzionnyj otdel**

(72) Inventor(s):
**Chuvil'deev Vladimir Nikolaevich (RU),**
**Nokhrin Alesej Vladimirovich (RU),**
**Kopylov Vladimir Il'ich (BY),**
**Lopatin Jurij Gennadievich (RU),**
**Kozlova Natal'ja Anatol'evna (RU)**

(73) Proprietor(s):
**Federal'noe gosudarstvennoe bjudzhetnoe obrazovatel'noe uchrezhdenie vysshego professional'nogo obrazovanija "Nizhegorodskij gosudarstvennyj universitet im. N.I. Lobachevskogo" (RU)**

## (54) METHOD OF PRODUCTION OF CRITICAL PARTS FROM THREE-COMPONENT TITANIUM ALLOY

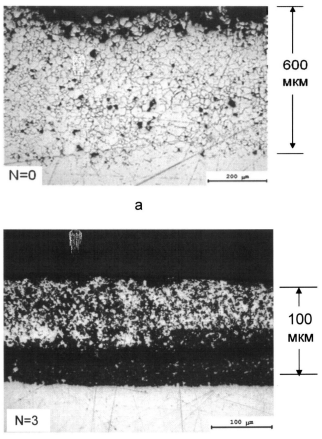
(57) Abstract:

FIELD: process engineering.

SUBSTANCE: invention relates to metal forming and can be used for production of articles from three-component titanium-based alloy containing 2-6 wt % of aluminium and not over 4 wt % of vanadium or zirconium. Billets are subjected to equal-channel angular pressing at 400-470°C at the rate of 0.1-1.0 mm/s. Note here that nano- and sub microcrystalline structures are formed in the billet with grain size not over 0.5 mcm. Deformed billets are subjected to isothermal annealing at 450-550°C for 0.5-1.0 h. Then, the billet is subjected to upsetting or rotary forging at the temperature not higher than that of isothermal annealing.

EFFECT: higher strength and operating performances.

3 cl, 1 dwg




Фиг. 1

RU 2532700 C2

RU 2532700 C2

Изобретение относится к области обработки металлов давлением и может быть использовано при изготовлении изделий с помощью равноканального углового прессования и изотермического отжига заготовок из конструкционных сплавов на титановой основе группы Ti-Al-V и Ti-Al-Zr с содержанием Al - 2-6 вес.% и V или Zr - не более 4 вес.%, приобретающих после указанной обработки модифицированную высокопрочную нано- и субмикрокристаллическую структуру с увеличенными термической стабильностью и коррозионной стойкостью на уровне повышенных требований к материалу высокоответственных изделий, например теплообменного оборудования транспортных ядерно-энергетических установок, которое должно иметь повышенные надежность и ресурс.

Проблема обеспечения высокой прочности и эксплуатационной долговечности современных ответственных изделий, работающих в жестких условиях воздействия высокой температуры и агрессивных газообразных и жидких сред, традиционно решается на основе подбора перспективных промышленных сплавов, включающих успешно конкурирующие по физико-механическим и коррозионным характеристикам конструкционные титановые сплавы, к числу которых относится, в частности, сплав ПТ3В, входящий в группу сплавов на основе титана с легирующими добавками алюминия и ванадия (см., например, статью Горынина И.В. и др. «Применение титановых сплавов в оборудовании энергетических установок». - Сб. трудов международной научно-технической конференции «Современные металлические материалы и технологии (СММТ'2011)». СПб., Изд-во Политех. ун-та, 2011, с.313-324).

При этом, несмотря на сложившуюся в промышленности титановых сплавов тенденцию многокомпонентного легирования, которому посвящен большой объем, например отечественного патентования (МПК C22C 14/00), в связи с возросшими современными требованиями к комплексу прочностных и эксплуатационных свойств конструкционных материалов особый практический интерес с точки зрения обеспечения контролируемости температурно-деформационного модифицирования структуры вызывают малокомпонентные титановые сплавы, такие как группа высокопрочных конструкционных титановых сплавов на основе тройной системы Ti-Al-V, представляющих собой трехкомпонентные высокопрочные сплавы на титановой основе, содержащие в качестве легирующих добавок алюминий и ванадий и способных послужить, на примере сплава - ПТ3В, базовым материалом для отработки современных технологических методов достижения оптимального сочетания прочности, термической стабильности и коррозионной стойкости изготавливаемых из него высокоответственных изделий с помощью равноканального углового прессования (РКУП) и изотермического отжига заготовок.

Уровень техники в области производства высокоответственных изделий из конструкционных титановых сплавов характеризуется традиционной технологией термомеханической обработки титановых сплавов системы Ti-Al-V, включающей, например, термическую обработку нагревом заготовок из сплава ВТ6С до 960-970°С, выдержкой в течение 10-20 мин и охлаждением на воздухе для стабилизации механических свойств заготовок за счет устранения текстуры и измельчения зерна с последующей изотермической штамповкой и достижением предела прочности материала заготовок 870-910 МПа (см. а.с. СССР №1544528, C22F 1/18, 1990) при антикоррозионных свойствах таких изделий, определяемых недостаточно высокой коррозионной стойкостью указанного сплава в связи с практически отсутствующим при этом температурно-деформационным модифицированием структуры заготовок, повышающим коррозионную стойкость.

В связи с отсутствием информационных источников со сведениями об аналогах, близких к заявляемому способу изготовления ответственных изделий, заявитель выбрал форму изложения описания и формулы заявляемого изобретения - без прототипа.

Технический результат заявляемого способа - повышение технологичности изготавливаемых ответственных изделий за счет создания базовых рекомендаций по уточнению режима предлагаемого температурно-деформационного модифицирования (с помощью РКУП и изотермического отжига) структуры заготовок из предлагаемой группы трехкомпонентных конструкционных сплавов системы Ti-Al-(V или Zr) на титановой основе в зависимости от выбранной дополнительной целевой легирующей добавки (V или Zr) и ее содержания, обеспечение выигрышного сочетания повысившихся при этом прочности, термической стабильности и коррозионной стойкости заготовок и сохранения указанных свойств в изготавливаемых изделиях при последующей штамповке или ротационной ковке заготовок в результате предлагаемого ограничения верхней температурной границы указанного формообразования с увеличением ее величины и расширения температурного интервала за счет уменьшения по величине нижней температурной границы формообразования, расширяющих производственные возможности горячей обработки давлением, а также расширение арсенала технологических возможностей производства высокоответственных изделий.

Для достижения указанного технического результата в способе изготовления изделий из трехкомпонентного сплава на основе титана, содержащего алюминий в количестве 2-6 вес.% и ванадий или цирконий в количестве не более 4 вес.%, проводят РКУП заготовок при температуре 400-470$^0$С со скоростью 0,1-1,0 мм/с с формированием в ней нано- и субмикрокристаллической структуры с размером зерна не более 0, 5 мкм, изотермический отжиг деформированных заготовок при температуре 450-550$^0$С в течение 0,5-1,0 часа и последующее формообразование изделий путем штамповки или ротационной ковки заготовок при температуре не выше температуры изотермического отжига.

В частном случае использования способа РКУП заготовок из сплава ПТ3В, содержащего алюминий в количестве 4,7 вес.% и ванадий в количестве 1.9 вес.%, с исходным средним размером зерна 25-30 мкм осуществляют за четыре цикла со скоростью 0,4 мм/с при температуре 450$^0$С с получением предела текучести деформированного материала заготовок до 1200-1250 МПа, а изотермический отжиг деформированных заготовок осуществляют при температуре 450$^0$С в течение 0,5 часа.

Для повышения стабильности обеспечения выигрышного сочетания повысившихся в результате использования способа прочности, термической стабильности и коррозионной стойкости заготовок и сохранения указанных свойств в изготавливаемых изделиях РКУП и изотермический отжиг осуществляют с обеспечением концентрации атомов алюминия вдоль границ зерен титана, составляющей не более 0,2 вес.%.

Повышенная технологичность предлагаемого способа на основе выхода годного с улучшенным сочетанием прочности, термической стабильности (выражающейся в повышении температуры начала разупрочнения материала заготовок до 550$^0$С) и коррозионной стойкости (выражающейся в уменьшении глубины пораженного межкристаллитной горячесолевой коррозией слоя до 50-100 мкм после 500 час испытаний при 250$^0$С), возможная в результате измельчения зерен заготовок из исходного крупнозернистого сплава на основе титана, содержащего алюминий и в качестве дополнительной целевой легирующей добавки ванадий или цирконий, с помощью РКУП

заготовок с сопровождающими указанное измельчение процессами межзеренной диффузии алюминия и упомянутой добавки и завершающего диффузионного модифицирования полученной структуры (в результате итогового диффузионно-контролируемого перераспределения в заготовках по границам зерен титана алюминия и ванадия или циркония с локальным уменьшением концентрации атомов алюминия вдоль границ указанных зерен), подтверждает новизну технического результата предлагаемого способа и его соответствие условию патентоспособности «изобретательский уровень».

Известные в России (см., например, патент РФ №2388566, B21J 5/00, C22F 1/18, 2010) и за рубежом (см., например, патент US №5904062, B21C 23/00, 1999) аналоги, включающие РКУП сплавов на титановой основе, содержащих алюминий и ванадий, не противоречат новизне и изобретательскому уровню заявляемого способа изготовления в связи с ограниченным назначением данной операции как признака способа - обеспечением повышения прочности.

На фиг.1 показана микрофотография поверхностного слоя, подвергнутого горячесолевой межкристаллитной коррозии сплава ПТ3В до (фиг.1а) и после (фиг.1б) РКУП (с числом циклов прессования, равным трем), - в соответствии с заявляемым способом изготовления

Осуществление заявляемого способа - в следующем примере.

Для уточнения температурно-скоростного режима РКУП заготовок из промышленного титанового деформируемого сплава ПТ3В состава Ti-4.7%Al-1.9%V с исходным средним размером зерна 25-30 мкм (по контрольному распределению по границам зерен титана атомов алюминия ≤0,2 вес.%) формирование нано- и субмикрокристаллической структуры в заготовках проводилось в инструменте с углом пересечения рабочего и выходного каналов $\pi/2$ с использованием максимально жесткого режима «$B_c$», при котором заготовка после каждого цикла поворачивалась на угол $\pi/2$ вокруг своей продольной оси.

После выхода в результате подобранного температурно-скоростного режима РКУП (температура прессования 450°С при оптимальном (экспериментально уточненном) общем числе циклов прессования, равном 4, и скорости прессования 0,4 мм/с, определившейся техническими возможностями используемого оборудования) на получение структуры со средними размером зерна ~0,5 мкм и увеличение предела текучести деформированного материала заготовок с такой структурой до 1200-1250 МПа, заготовки подвергались изотермическому отжигу при оптимальной (экспериментально уточненной) температуре 450°С в течение 30 мин с одновременным увеличением в результате термической стабильности заготовок, выражающейся в повышении температуры начала разупрочнения материала заготовок до 550°С и увеличением коррозионной стойкости заготовок, выражающейся в уменьшении глубины пораженного межкристаллитной горячесолевой коррозией слоя до 50-100 мкм (см. фиг.1б, на которой показана глубина пораженного коррозией слоя - 100 мкм при числе циклов прессования - 3 с уменьшением глубины этого слоя при числе циклов - 4 до 50 мкм) после 500 час испытаний при 250°С.

Коррозионные испытания проводились в смеси кристаллических солей NaCl и KBr, взятых в соотношении 300:1, в среде атмосферного воздуха испытательного сосуда при 250°С в течение 500 ч с оценкой коррозионного повреждения в соответствии с ГОСТ 9.908-85.

Исследования структуры поверхностного слоя сплавов проводились на оптическом микроскопе Leica IM DRM и растровом электронном микроскопе Jeol JSM-6490 с

рентгеновским микроанализатором INCA 350.

Достижение на основе повышенной стабильности комплекса повышенных механических и эксплуатационных свойств изделий, изготавливаемых, например, ротационной ковкой заготовок при температуре не выше 550°С после РКУП и изотермического отжига этих заготовок, оказалось возможным в результате предлагаемого экспериментально выявленного интервала температур прессования 400-470°С и расчетно обоснованного интервала скоростей прессования 0,1-1,0 мм/с, обеспечивающих получение высокопрочной нано- и субмикрокристаллической структуры в заготовках со средним размером зерна не более 0,5 мкм, а также интервала температур последующего изотермического отжига 450-550°С, в течение 0,5-1,0 ч (при 15-30%-ном уменьшении достигаемых комплексных характеристик в случаях 1-2%-ных отклонений от граничных режимных величин) с предварительным уточнением режима РКУП и последующим изотермическим отжигом нано- и субмикрокристаллической структуры в результате итогового диффузионно-контролируемого перераспределения в заготовках алюминия, содержащегося в сплаве в интервале 2-6 вес.%, по границам зерен титана, приводящего к резкому локальному уменьшению концентрации атомов алюминия вдоль границ указанных зерен до 0,2 вес.% и менее, и диффузионно-контролируемого распределения по этим же границам зерен титана атомов ванадия - дополнительной целевой легирующей добавки (в качестве которой аналогичные экспериментальные предпосылки обеспечивает цирконий), содержащейся в сплаве при обоих указанных добавках не более 4-х вес.% (см. статью Чувильдеева В.Н. и др. «Эффект одновременного повышения прочности и коррозионной стойкости наноструктурированных и субмикрокристаллических титановых сплавов, полученных методом равноканального углового прессования». - Сборник материалов «XX Петербургские чтения по проблемам прочности, посвященные памяти профессора В.А. Лихачева». С.-П., 2012, часть 2, с.23-25).

При этом увеличение прочности модифицированной трехкомпонентной структуры в результате традиционного деформационного измельчения можно объяснить исходным высоким коэффициентом зернограничного упрочнения вследствие высокой концентрации атомов алюминия на границах зерен, которая одновременно снижает коррозионную стойкость титана (см. книгу Коллинза Е.В. «Физическое металловедение титановых сплавов». М., «Металлургия», 1958, 224 с.). Во время РКУП при повышенных температурах и последующего отжига, наряду с формированием новых границ зерен, в этих границах понижается концентрация алюминия в результате его диффузионного перераспределения и после итогового распределения атомов алюминия и ванадия (или циркония) повышается коррозионная стойкость с экспериментально фиксируемой одновременно увеличивающейся термической стабильностью.

Выбор предлагаемых концентраций компонентного состава сплава на титановой основе в заявляемом способе определился традиционными рекомендациями по их влиянию на повышаемые в предлагаемом способе изготовления эксплуатационные характеристики (см., например, книгу Горынина И.В. и Чечулина Б.Б. «Титан в машиностроении». М., «Машиностроение», 1990, 400 с., и книгу Коллинза Е.В. «Физическое металловедение титановых сплавов». М., «Металлургия», 1958, 224 с., а также статью Томашова Н.Д., и др. «Влияние легирующих элементов на коррозионное поведение титана». - Защита металлов, 1973, т.IX, №1, с.20-22).

Таким образом формируется улучшенная термически стабильная субмикрокристаллическая структура высокоответственных изделий (с повышенной величиной температуры начала рекристаллизации) с одновременно повышенной

прочностью и коррозионной стойкостью. Прочностные свойства изготовленных предлагаемым образом высокоответственных изделий из сплава ПТ3В в 1,5-3 раза превышают аналогичные характеристики элементов конструкций ядерно-энергетических установок из стандартных сплавов, а стойкость к межкристаллитной горячей солевой коррозии в результате предлагаемого изготовления в 4-6 раз превышает коррозионную стойкость изделий, полученных из крупнозернистого конструкционного титанового сплава ПТ3В с помощью стандартного режима термомеханической обработки заготовок.

Малокомпонентность конструкционного сплава на титановой основе и возможность низкозатратного уточнения производственного процесса получения из него высокоответственных изделий с высокими выходными прочностными и эксплуатационными свойствами повышают контролируемость, стабильность и технологичность их изготовления.

## Формула изобретения

1. Способ изготовления изделий из трехкомпонентного сплава на основе титана, содержащего алюминий в количестве 2-6 вес.% и ванадий или цирконий в количестве не более 4 вес.%, характеризующийся тем, что он включает равноканальное угловое прессование заготовок при температуре 400-470°С со скоростью 0,1-1,0 мм/с с формированием в ней нано- и субмикрокристаллической структуры с размером зерна не более 0, 5 мкм, изотермический отжиг деформированных заготовок при температуре 450-550°С в течение 0,5-1,0 часа и последующее формообразование изделий путем штамповки или ротационной ковки заготовок при температуре не выше температуры изотермического отжига.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что равноканальное угловое прессование заготовок из сплава ПТ3В, содержащего алюминий в количестве 4,7 вес.% и ванадий в количестве 1,9 вес.%, с исходным средним размером зерна 25-30 мкм осуществляют за четыре цикла со скоростью 0,4 мм/с при температуре 450°С с получением предела текучести деформированного материала заготовок до 1200-1250 МПа, а изотермический отжиг деформированных заготовок осуществляют при температуре 450°С в течение 0,5 часа.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что равноканальное угловое прессование и изотермический отжиг осуществляют с обеспечением концентрации атомов алюминия вдоль границ зерен титана, составляющей не более 0,2 вес.%.